

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: FÍSICA

EVERTON DE ANDRADE

CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE UM GLEISSOLO SOB CULTIVO DE DUAS
ESPÉCIES DE BAMBUS POR TÉCNICAS DE ESPECTROSCOPIA E DIFRAÇÃO DE
RAIOS X

PONTA GROSSA
2021

EVERTON DE ANDRADE

CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE UM GLEISSOLO SOB CULTIVO DE DUAS
ESPÉCIES DE BAMBUS POR TÉCNICAS DE ESPECTROSCOPIA E DIFRAÇÃO DE
RAIOS X

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências, área de concentração Física, da Universidade Estadual de Ponta Grossa, como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. André Maurício Brinatti

PONTA GROSSA
2021

A554

Andrade, Everton de

Caracterização mineralógica de um gleissolo sob cultivo de duas espécies de bambus por técnicas de espectroscopia e difração de raios X/ Everton de Andrade. Ponta Grossa, 2021. 129 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências – Área de concentração – Física). Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. André Maurício Brinatti

1. TFSA. 2. Frações granulométricas. 3. Quantificação mineral. 4. Método de Rietveld. 5. Radiação de fundo. I. Brinatti, André Maurício (Orient.). II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Mestrado em Ciências. III. T.

CDD : 530.7

TERMO DE APROVAÇÃO

EVERTON DE ANDRADE

“Caracterização mineralógica de um Gleissolo sob cultivo de duas espécies de bambu por técnicas de espectroscopia e difração de raios X.”

Dissertação aprovada como requisito parcial para obtenção no grau de Mestre no Programa de Pós-Graduação em Ciências – Física da Universidade Estadual de Ponta Grossa, pela seguinte banca examinadora.

Orientador:

Prof. Dr. André Maurício Brinatti – UEPG/PR – Presidente

Prof. Dr. André Carlos Auler - UFPR/PR – Titular

Prof. Dr. Sérgio da Costa Saab – UEPG – Titular

Ponta Grossa, 18 de junho de 2021.

Dedico à minha esposa, Patrícia
e minha filha, Ana Laura

AGRADECIMENTOS

À minha esposa Patrícia Correa de Carvalho pelo apoio amor e carinho durante todo o caminho percorrido até aqui.

À minha Filha Ana Laura, por sua presença maravilhosa.

Ao professor André Maurício Brinatti pela disponibilidade e dedicação na orientação do Mestrado.

À professora Vladia Correchel pelas contribuições e fornecimento das amostras do solo para o trabalho.

Aos professores Sérgio Saab e Luiz Fernando Pires pelas contribuições e discussões.

À todos os colegas do grupo FASCA, em especial ao Victor Akio Yanaguisawa.

Aos professores Alcione Roberto Jurelo e João Frederico Haas Leandro Monteiro, e ao colega Marcos Barcote pelas oportunidades e experiências proporcionadas na iniciação científica.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e a Fundação Araucária pelo auxílio financeiro.

RESUMO

O solo possui grande importância para a manutenção da vida seja como meio de produção de alimentos, capacidade de filtragem de resíduos ou simplesmente pelo suporte para atividades cotidianas. É um sistema dinâmico, e modificações podem resultar em processos e impactos ambientais. Contudo, medidas de controle ambiental, e por meio de informações de análises das condições e mudanças no solo podem favorecer a diminuição de possíveis danos. Nesse contexto, de busca por informações que contribuam para identificar variações, ou entender a formação do solo, assim como possíveis influências antrópicas eventualmente geradas. Foi realizado o estudo de um solo coletado no campus experimental da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás (UFG) em Goiânia, GO, classificado como um Gleissolo, baseando-se em aspectos físicos como textura, posição topográfica e regime hídrico. Gleissolos são solos hidromórficos que apresentam horizonte glei dentro de 150 cm da superfície do solo devido a elevada frequência de inundação ou longo período de saturação por água. Podem ter colorações acinzentadas, azuladas ou esverdeadas, causadas pela redução do ferro, com texturas de arenosa à argilosa. Portanto, este trabalho teve como objetivo caracterizar mineralogicamente um Gleissolo e investigar eventuais distinções mineralógicas, uma vez que alguns fatores foram levados em consideração: o fato de que havia o cultivo de duas espécies de bambus, *Guadua angustifolia* e *Dendrocalamus asper*, as amostras foram coletadas em duas profundidades 0-10 cm e 10-20 cm, em torno de cada espécie, em dois períodos 2016 e 2018 e que entre eles ocorreram várias queimadas no local. As técnicas empregadas na caracterização, como, a picnometria a gás, permitiu constatar que para ambas as coletas, a densidade de partícula tendeu a aumentar com profundidade. Pelo método da pipeta, se obteve a textura, que variou entre Franco e Franco-argilo-arenoso. Na Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia, e por Dispersão de Comprimento de Onda, em ambas as coletas, predominaram os elementos Si, Al, Fe e Ti, constituindo 97% do total, e em menores quantidades Ca, Na, K, Cl. Com Infravermelho por transformada de Fourier e Difração de raios X, identificou-se os minerais, Caulinita, Montmorilonita, Quartzo, Goethita, Rutilo, Anatásio, Calcita, Ilmenita e Gibbsita, tanto na coleta de 2016 quanto 2018. Pelo Método de Rietveld com uso do software GSAS, foi realizada a quantificação dos minerais da coleta de 2016. Sendo a TFSA composta predominantemente por 45% de Caulinita e 45% de Quartzo, Areia em média 17% Caulinita e 75% Quartzo, Silte em média 22% Caulinita e 70% Quartzo, e a Argila em média 80% Caulinita, 9% Anatásio, 1,5% Quartzo. O refinamento foi repetido utilizando duas funções diferentes para a radiação de fundo: o polinômio Chebyshev do primeiro tipo, e a série cosseno de Fourier com um termo constante, os resultados foram semelhantes e os índices de qualidades satisfatórios e compatíveis com a literatura, ambas podendo ser utilizadas para estudos e análise em solos. Em relação aos diferentes tipos de vegetação, notou-se aumento de Caulinita, diminuição de Rutilo e Ilmenita no solo com vegetação de bambu *Dendrocalamus asper*.

Palavras-chave: TFSA, Frações granulométricas, Quantificação mineral, Método de Rietveld, Radiação de fundo

ABSTRACT

The soil is very important for life maintenance, either as a means of food production, residue filtration or simply for the support given to everyday human activities. It is a dynamic system, and modifications in the soil might result in environmental processes and impacts. However, environmental control measures, and through information from analysis of the soil conditions and changes, possible damage to the soil might be mitigated. This study is placed in a context where information is sought to identify variations or to understand the soil formation as well as possible anthropic influences that might occur. The study consists in the investigation of a soil collected from the experimental campus of the Federal University of Goiás Agriculture School (UFG) in Goiânia, GO. The soil was classified as a Gleysol based on physical aspects such as texture, topographic position and hydric conditions. Gleysols are hydromorphic soils that present a gley horizon within 150 cm of the soil surface due to the high frequency of inundation or long periods of water saturation. They might present greyish, blueish or greenish coloration, caused by the reduction in iron, with sandy to clay textures. Therefore, this study aimed at the mineralogical characterization of a Gleysol and investigation of possible mineralogical distinctions, since some factors were taken into consideration, namely, the fact that two species of bamboo were growing on it, *Guadua angustifolia* and *Dendrocalamus asper*; the samples were collected from two depths 0-10 cm and 10-20 cm around each species in two periods 2016 and 2018, and that between them several occurrences of fire were observed. The techniques employed in the characterization such as gas pycnometry allowed the observation that in both collections the particle density tended to increase with depth. The texture was obtained using the pipette method, which varied between Loam and Loam-clay-sandy. Both Energy Dispersive X-Ray Fluorescence and Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence were used and, in both collections, the predominant elements were Si, Al, Fe and Ti, constituting 97% of the total content, while Ca, Na, K, and Cl were found in lower amounts. In the Fourier transformed infrared spectroscopy and X-ray diffraction, the minerals identified were, Kaolinite, Montmorillonite, Quartz, Goethite, Rutile, Anatase, Calcite, Ilmenite, and Gibbsite, both in the 2016 and 2018 collections. The Rietveld Method assisted by the GSAS software enabled the quantification of the minerals in the 2016 collection. Since the air-dried soil samples contained approximately 45% Kaolinite and 45% Quartz, the sand 17% Kaolinite and 75% Quartz, on average, the silt 22% Kaolinite and 70% Quartz, on average, and clay 80% Kaolinite, 9% Anatase, and 1.5% Quartz, on average. The refinement was repeated using two different functions for the background radiation: the first type Chebyshev polynomial, and the Fourier cosine series with a constant term, the results were similar and the quality indices were good and consistent with the literature, and both could be used for soil studies and analysis. Regarding the different types of vegetation, an increase in Kaolinite was noticed as well as a decrease in Rutile and Ilmenite in the soil with the bamboo *Dendrocalamus asper*.

Keywords: Air-dried soil sample, Granulometric fractions, Mineral Quantification, Rietveld Method, Background Radiation

LISTA DE FIGURAS

Figura 2. 1 - Sequência cronológica hipotética de evolução do perfil do solo. As letras A, B, C e R são os horizontes que constituem o solo.	24
Figura 2. 2 -Diagrama textural baseado no sistema Norte Americano de classificação do tamanho de partículas, utilizado pela SBCS.....	26
Figura 2. 3 - Cella unitária A e Rede Cristalina B.....	27
Figura 2. 4 - As quatorze celas de Bravais distribuídas segundo os sete sistemas cristalinos, em queem que P representa uma cela primitiva ou simples, F refere-se a uma cela de face centrada, I é usado para celas de corpo centrado e C cela de base centrada.	28
Figura 2. 5 - Arranjo tetraédrico de silício com um átomo de silício rodeado por quatro ânions de oxigênio.	30
Figura 2. 6 - Arranjo octaédrico com um átomo de silício rodeado por oxigênios e hidroxilas.	30
Figura 2. 7 - Estruturas trioctaédricas (A) e dioctaédricas (B) devido ao preenchimento dos sítios octaédricos por três ou dois cátions a cada três sítios.	31
Figura 3. 1- Ilustração do esquema de funcionamento de um picnômetro a gás.....	35
Figura 3. 2- Ilustração do processo de fluorescência de raios X característico, em (A) um elétron é ejetado após absorver energia deixando um vazio na camada K, em (B) esse vazio é preenchido por um elétron da camada L, nessa transição ocorre a emissão de um fóton.....	40
Figura 3. 3 - Representação esquemática da fluorescência de raios X por dispersão de comprimento de onda (A) e de energia (B).	41
Figura 3. 4 - Representação dos modos vibracionais que podem ocorrer em uma molécula com absorção de radiação infravermelho.	42
Figura 3. 5 - Alguns tipos de ligações moleculares e a região do infravermelho em que são encontradas.	42
Figura 3. 6 - Representação esquemática de um interferômetro de Michelson utilizado no espectrômetro de infravermelho.	43
Figura 3. 7 - Representação da difração de raios X por um cristal, (A) é o feixe incidente e (B) o feixe difratado.....	44
Figura 4. 1 - Localização da região, seta verde, das amostras estudadas coletadas nos períodos de 2016 e 2018.....	53
Figura 4. 2- Esquema das amostras obtidas a partir de um Gleissolo coletado em 2016, com cultura de bambu <i>Guadua angustifolia</i> e <i>Dendrocalamus asper</i>	53

Figura 4. 3 - Esquema das amostras obtidas a partir de um Gleissolo coletado em 2018, com cultura de bambu <i>Guadua angustifolia</i> e <i>Dendrocalamus asper</i>	54
Figura 4. 4 - Picnômetro utilizado para obter a densidade de partícula.	54
Figura 4. 5 - Etapas da análise granulométrica.....	56
Figura 4. 6 - Procedimento para o fracionamento físico, A tubos de pvc utilizados para agitar a solução contendo argila e silte, B Argila coletada e com adição de flocculante, C silte após secagem e D argila após secagem.	57
Figura 5. 2 - Gráficos de FTIR no modo absorbância da amostra TFSA-A de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu <i>Guadua angustifolia</i> , coletado em 2016. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An) e Gibbsita (Gb).	67
Figura 5. 3 - Gráficos de FTIR no modo absorbância da amostra areia-A, de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu <i>Guadua angustifolia</i> coletado em 2016. Quartzo (Qz).	67
Figura 5. 4 - Gráficos de FTIR no modo absorbância da amostra silte-A de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu <i>Guadua angustifolia</i> , coletado em 2016. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz) e Rutilo (Rt).	68
Figura 5. 5 - Gráficos de FTIR no modo absorbância da amostra argila-A de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu <i>Guadua angustifolia</i> , coletado em 2016. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita e Gibbsita (Gb).	68
Figura 5. 6 - Gráficos de FTIR no modo absorbância da amostra TFSA-M de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu <i>Guadua angustifolia</i> , coletado em 2018. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An) e Gibbsita (Gb).	69
Figura 5. 7 - Gráficos de FTIR no modo absorbância da amostra areia-M, de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu <i>Guadua angustifolia</i> , coletado em 2018. Quartzo (Qz).	69
Figura 5. 8 - Gráficos de FTIR no modo absorbância da amostra silte-M de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu <i>Guadua angustifolia</i> , coletado em 2018. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz) e Rutilo (Rt).	70
Figura 5. 9 - Gráficos de FTIR no modo absorbância da amostra argila-M de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu <i>Guadua angustifolia</i> , coletado em 2018. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).	70
Figura 5. 10 - Tendência observada nas intensidades dos três picos de difração mais intensos nos minerais presentes na TFSA e nas frações areia, silte e argila, a seta indica o aumento de intensidade. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).	72

Figura 5. 11 - Análise de DRX da amostra TFSA-A de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu <i>Guadua angustifolia</i> . Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).	72
Figura 5. 12 - Análise de DRX da amostra areia-A de profundidade 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu <i>Guadua angustifolia</i> . Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm).	73
Figura 5. 13 - Análise de DRX da amostra Silte-A de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu <i>Guadua angustifolia</i> . Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Calcita (Cal) e Ilmenita (Ilm).	73
Figura 5. 14 - Análise de DRX da amostra argila-A de profundidade 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu <i>Guadua angustifolia</i> . Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).	74
Figura 5. 15 - Análise de DRX da amostra TFSA-M de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu <i>Guadua angustifolia</i> . Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).	74
Figura 5. 16 - Análise de DRX da amostra areia-M de profundidade 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu <i>Guadua angustifolia</i> . Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm).	75
Figura 5. 17 - Análise de DRX da amostra silte-M de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu <i>Guadua angustifolia</i> . Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Calcita (Cal) e Ilmenita (Ilm).	75
Figura 5. 18 - Análise de DRX da amostra argila-M de profundidade 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu <i>Guadua angustifolia</i> . Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).	76
Figura 5. 19 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença, e os traços ao longo do eixo 2 θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.	77
Figura 5. 20 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2 θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.	77

Figura 5. 21 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.....	78
Figura 5. 22 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.....	78
Figura 5. 23 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.....	79
Figura 5. 24 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.....	79
Figura 5. 25 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia - G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.	80
Figura 5. 26 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.....	80
Figura 5. 27 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.	81
Figura 5. 28 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.	81

Figura 5. 29 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Fração Silte- G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo. 82

Figura 5. 30 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo. 82

Figura 5. 31 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatócio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo..... 83

Figura 5. 32 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatócio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo. 83

Figura 5. 33 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila- G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatócio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo. 84

Figura 5. 34 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatócio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo..... 84

Figura 5. 35 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatócio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo..... 85

Figura 5. 36 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das

fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.....	85
Figura 5. 37 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.....	86
Figura 5. 38 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.	86
Figura 5. 39 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm) Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.....	87
Figura 5. 40 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.....	87
Figura 5. 41 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.....	88
Figura 5. 42 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.....	88
Figura 5. 43 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- A, em que Exp é a curva experimen-tal, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.	89
Figura 5. 44 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- D, em que Exp é a curva experimen-tal, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões	

das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.	89
Figura 5. 45 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a função 3.46 da radiação de fundo.	90
Figura 5. 46 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.	90
Figura 5. 47 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila - A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.	91
Figura 5. 48 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila - D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.	91
Figura 5. 49 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila - G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.	92
Figura 5. 50 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila - J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.	92

LISTA DE TABELAS

Tabela 5. 1- Densidade de partícula obtida com Picnômetro a Gás Hélio para o Gleissolo, coletado em 2016, com vegetação de bambu <i>Guadua angustifolia</i> (P1) e <i>Dendrocalamus asper</i> (P2).	61
Tabela 5. 2- Densidade de partícula obtida com Picnômetro a Gás Hélio para o Gleissolo, coletado em 2018, com vegetação de <i>Guadua angustifolia</i> (P3) e <i>Dendrocalamus asper</i> (P4).	61
Tabela 5. 3- Análise granulométrica Gleissolo, coletado em 2016, com vegetação de Bambu <i>Guadua angustifolia</i> (P1) e <i>Dendrocalamus asper</i> (P2).	62
Tabela 5. 4- Análise granulométrica Gleissolo, coletado em 2018, com vegetação de Bambu <i>Guadua angustifolia</i> (P3) e <i>Dendrocalamus asper</i> (P4).	63
Tabela 5. 5- Dados de WDS, Gleissolo coletado em 2016, com vegetação de bambu <i>Guadua angustifolia</i> (P1) e <i>Dendrocalamus asper</i> (P2).	64
Tabela 5. 6- Dados de WDS, Gleissolo, coletado em 2018, com vegetação de bambu <i>Guadua angustifolia</i> (P3) e <i>Dendrocalamus asper</i> (P4).	64
Tabela 5. 7- Dados de EDS, Gleissolo coletado em 2016, com vegetação de bambu <i>Guadua angustifolia</i> (P1) e <i>Dendrocalamus asper</i> (P2).	65
Tabela 5. 8- Dados de EDS, Gleissolo coletado em 2018, com vegetação de bambu <i>Guadua angustifolia</i> (P3) e <i>Dendrocalamus asper</i> (P4).	65
Tabela 5. 9- Quantificação das fases minerais pelo método de Rietveld utilizando a função 3.45 da radiação de fundo. Gleissolo coletado em 2016, com vegetação de bambu <i>Guadua angustifolia</i> amostras A e D, de profundidade 0–10 cm e 10-20cm respectivamente, e <i>Dendrocalamus asper</i> amostras G e J de profundidade 0 -10 cm e 10- 20 cm respectivamente. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).	93
Tabela 5. 10- Quantificação das fases minerais pelo método de Rietveld utilizando a função 3.46 da radiação de fundo. Gleissolo coletado em 2016, com vegetação de bambu <i>Guadua angustifolia</i> amostras A e D, de profundidade 0–10 cm e 10-20cm respectivamente, e <i>Dendrocalamus asper</i> amostras G e J de profundidade 0 -10 cm e 10- 20 cm respectivamente. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).	93
Tabela 5. 11- Índices de qualidade R_{wp} que é o teor ponderado, $R_{(F^2)}$ o termo de estrutura, R_p de discordância de perfil e o termo de convergência S, do refinamento pelo método de Rietveld, utilizando a função 3.45 da radiação de fundo. Gleissolo coletado em 2016, com vegetação de bambu <i>Guadua angustifolia</i> amostras A e D, de profundidade 0–10 cm e 10-20cm respectivamente, e <i>Dendrocalamus asper</i> amostras G e J de profundidade 0 -10 cm e 10- 20 cm respectivamente.	94

LISTA DE SIGLAS

An	Anatásio
Arg	Argila
Cal	Calcita
Calc	Calculado
Obs	Observado
CIF	<i>Crystallographic Information File</i>
Dif	Erro médio entre Cal e Obs
DRX	Difração de raios X
EDS	Espectroscopia de raios X por dispersão em energia
EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Exp	Experimental
FRX	Fluorescência de Raios X
FTIR	Infravermelho por Transformada de Fourier
Gb	Gibbsita
GSAS	<i>General Structure Analysis System</i>
Gt	Goethita
He	Hélio
Ilm	Ilmenita
ISSS	<i>International Society of Science Soil</i>
Ka	Caulinita
Mn	Montmorilonita
MR	Método de Rietveld
Qz	Quartzo
Rad.f	Radiação de fundo
Rt	Rútilo
SBCS	Sociedade Brasileira de Ciência do Solo
SiBCS	Sistema Brasileiro de Classificação do Solo
TFSA	Terra Fina Seca ao Ar
USDA	<i>United States Department Agriculture</i>
WDS	Espectrometria por Dispersão de Comprimento de Onda

LISTA DE SÍMBOLOS

a	Comprimento do eixo a da cela unitária
b	Comprimento do eixo b da cela unitária
c	Comprimento do eixo c da cela unitária
A_b	Fator de absorção
A_s	Função de assimetria do perfil
d	Distância interplanar
f	Fator de espalhamento atômico de um átomo
F_{hkl}	Fator de estrutura
G	Função Gaussiana
h, k, l	Índices de Miller
I	Intensidade do feixe difratado
L'	Raio do difratômetro
$L(\Gamma)$	Função Lorentziana
$G(\Gamma)$	Função Gaussiana
L_p	Fator de Lorentz-polarização
L_k	Função que contem fatores de Lorentz, polarização e multiplicidade
Γ	Largura a meia altura
p	Índice que indica cada fase de um mineral
p'	Fator de multiplicidade
P_k	Função de ajuste de orientação preferencial;
R_{wp}	Índice pem querado da qualidade do refinamento
R_{exp}	Índice de qualidade do refinamento esperado
R_F	Índice de qualidade do ajuste geral das estruturas
R_p	Índice de qualidade do refinamento p
S	Índice de qualidade do refinamento
S_R	Fator de rugosidade superficial
S_p	Fator de escala de cada fase
S_y	Termo residual
U, V, W	Fatores refináveis da função perfil
y_i	Intensidades observadas no i -ésimo passo
y_{bi}	Intensidade da radiação de fundo no i -ésimo passo
y_{ci}	Intensidades calculadas no i -ésimo passo
α, β, γ	Ângulo entre os eixos da cela unitária
ϕ	Função perfil
ρ	Densidade de partícula
η	Parâmetro de mistura da função Pseudo-Voigt
λ	Comprimento de onda
θ	Ângulo de difração

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	19
2 SOLO	23
2.1 DEFINIÇÃO DE SOLO	23
2.2 PROPRIEDADES FÍSICAS E QUÍMICAS DO SOLO	24
2.2.1 Densidade do solo e densidade de partícula	24
2.2.2 Classe textural	25
2.2.3 Elementos químicos no Solo	26
2.2.4 Estruturas cristalinas	27
2.2.5 Minerais no Solo	28
2.2.6 Argilominerais	29
2.3 MINERAIS IDENTIFICADOS EM GLEISSOLOS	32
3 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO	35
3.1 PICNOMETRIA A GÁS	35
3.2 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA	37
3.3 FRACIONAMENTO FÍSICO	39
3.4 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO DE COMPRIMENTO DE ONDA E DISPERSÃO DE ENERGIA	39
3.5 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER	41
3.6 DIFRAÇÃO DE RAIOS X	43
3.7 MÉTODO DE RIETVELD	45
4 MATERIAIS E MÉTODOS	52
4.1 CARACTERÍSTICAS DAS AMOSTRAS ESTUDADAS	52
4.3 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA	55
4.4 FRACIONAMENTO FÍSICO	56
4.5 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO DE COMPRIMENTO DE ONDA E DISPERSÃO DE ENERGIA	57
4.6 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER	58
4.7 DIFRAÇÃO DE RAIOS X	58
4.8 MÉTODO DE RIETVELD	58
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	61

5.1 DENSIDADE DE PARTÍCULA	61
5.2 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA.....	62
5.3 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO DE COMPRIMENTO DE ONDA E DISPERSÃO DE ENERGIA	63
5.4 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER.....	66
5.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS X	71
5.6 MÉTODO DE RIETVELD	76
6 CONCLUSÃO E TRABALHOS FUTUROS.....	97
6.1 CONCLUSÃO.....	97
6.2 TRABALHOS FUTUROS	97
REFERÊNCIAS	99
APÊNDICE A - GRÁFICOS DAS ANÁLISES DE FTIR.....	104
APÊNDICE B - GRÁFICOS DAS ANÁLISES DE DRX.....	117

1 INTRODUÇÃO

O solo possui grande importância para a manutenção da vida seja como meio da produção de alimentos, pela sua capacidade de filtragem de resíduos ou simplesmente pelo seu suporte para atividades cotidianas. É um sistema vivo e dinâmico, em que qualquer modificação pode resultar uma série de processos e impactos ambientais. Contudo, simples medidas de controle ambiental, por meio de informações prévias obtidas de análises das condições e mudanças sofridas pelo solo, podem favorecer a diminuição de possíveis danos (BERTONI et al, 1990).

Segundo Embrapa (2006), o solo pode ser definido como um conjunto de corpos naturais, tridimensionais e dinâmicos, formados por partes sólidas, líquidas e gasosas. Essas partes podem ser compostas por minerais e matéria orgânica que, eventualmente, podem ter sido modificados por interferências antrópicas. O solo é principalmente formado por intemperização, em que ocorrem processos físicos, químicos e biológicos que resultam na decomposição das rochas (VELBE, 1992).

Dentre os processos físicos, é possível citar a sedimentação e o atrito entre as partículas de solo, a temperatura, o vento, a pressão, entre outros fatores; alguns processos químicos, podem ser, a atuação da água, ácidos, bases, sais e outros compostos; também podem ocorrer processos biológicos como a ação dos micro-organismos, da matéria orgânica, das raízes das plantas, entre outros (HILLEL, 2004). Esses processos somados são responsáveis pela transformação das rochas, originando partículas menores, resultando em frações de material e dimensões ou granulometria variável, responsáveis pela formação dos diferentes tipos de solos. Conforme o Sistema Brasileiro de Classificação de Solos, são treze os diferentes tipos de solos, classificados como Argissolos, Cambissolos, Chernossolos, Espodossolos, Gleissolos, Organossolos, Luvisolos, Neossolos, Nitossolos, Planossolos, Plintossolos, Vertissolos e Latossolos, os quais, em um primeiro momento, são definidos pelo seu grau de desenvolvimento, teor de material mineral e orgânico, textura ao longo dos horizontes e saturação por água. Contudo, existem subclassificações que dependem de outras características, por exemplo, a coloração (EMBRAPA, 2006).

A caracterização mineralógica de solos pode ser realizada utilizando diversas técnicas físicas e químicas, algumas são a Pícnometria a gás He, Análise textural, por diferentes métodos, Fluorescência de raios X (FRX), Espectroscopia de Infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), Difração de raios X (DRX) e o Método de Rietveld (MR) para quantificação de minerais. Todas as técnicas citadas anteriormente foram utilizadas no presente trabalho, do

mesmo modo que algumas delas estão presentes em trabalhos como Castilhos et al. (2002) que estudaram os solos, Planossolo hidromórfico, Planossolo háplico, Gleissolo háplico e Chernossolo ebânico solos das zonas orizícolas do estado do Rio Grande do Sul, para realizar as análises foram separadas as frações silte e argila por sedimentação utilizando a lei de Stokes, em seguida, realizaram análises mineralógicas por DRX em amostras na forma de pó para as frações areia e silte, e em lâminas orientadas para a fração argila.

Melo et al. (2006) estudaram Latossolos, Argissolos e Gleissolos, em que foram quantificados os teores de Si, Al, Fe, Ti e P por ataque sulfúrico e os minerais identificados por meio de DRX nas frações argila e silte. Na fração argila natural e desferrificada, foram preparadas lâminas orientadas.

Fraga et al. (2009) estudaram três tipos de solo de várzea, Planossolo háplico, Gleissolo háplico e Neossolo litólico, de regiões do Rio Grande do Sul, em que foram feitas análise granulométrica pelo método do densímetro sendo a matéria orgânica removida por oxidação com peróxido de hidrogênio nas frações silte e argila, e a mineralogia foi determinada por DRX. A fração silte foi analisada em lâminas e com material em pó, e a fração argila total em lâminas com material orientado sem tratamento químico e térmico prévio e em lâminas com material orientado saturado com Mg a 25 °C e solvatado com glicerol e saturado com K.

Martins (2010) realizou a caracterização dos minerais da fração argila, do horizonte diagnóstico, Bi, de sete Cambissolos localizado na região de Irati, Paraná. No trabalho foi determinado a densidade de partícula, classe textural, assim como os elementos químicos presentes por FRX, e os minerais por DRX, sendo os minerais da fração argila quantificados pelo MR.

Brinatti et al. (2010) estudaram um Latossolo Vermelho ácrico da região de Ponta Grossa, Paraná, Brasil, em que foi realizada a quantificação mineralógica das frações areia, silte e argila, pelo MR com dados de DRX, sendo as técnicas de Fluorescência de raios X, Espectroscopia de Emissão Atômica com Fonte de Plasma Induzido, Espectroscopia de Infravermelho e Espectroscopia Mössbauer utilizadas para auxiliar na identificação e quantificação dos minerais.

Leite (2012) estudou um Latossolo Vermelho distrófico, a fim de caracterizar a fração silte deste solo por meio da análise dos resultados do refinamento pelo MR utilizando dois programas computacionais, DBWS e General Structure Analysis System (GSAS), comparando os ajustes da estrutura cristalina obtidas em ambos.

Coringa et al (2012), avaliaram as características químicas, morfológicas e mineralógicas de três perfis de solos do Pantanal Norte Matogrossense, Plantossolo, Plintossolo e Gleissolo. A distribuição granulométrica foi obtida pelo método da pipeta e o teor de argila dispersa

em água. O teor de óxidos totais, SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , P_2O_5 e MnO , foi obtido por ataque sulfúrico, os elementos Si, Al, Ti e P determinados por colorimetria, e Fe e Mn por espectrofotometria de absorção atômica. As análises mineralógicas por DRX da fração argila em lâminas orientadas foram realizadas em condições naturais e após deferrificação das amostras com ditionito-citrato-bicarbonato, saturação com K e aquecimento em mufla.

Almeida (2015) estudou um Argilossolo Amarelo, em que separou a fração argila por centrifugação, e por ataque químico obteve argila com concentração de óxidos de ferro e com concentração de caulinita. Com o uso do MR com dados de DRX (MR-DRX) da análise dessas amostras, gerou dados cristalográficos das estruturas cristalinas, os quais foram utilizados para o refinamento da TFSA. Comparou os resultados do refinamento do MR com a utilização das estruturas cristalinas previamente refinadas com os refinamentos utilizando dados cristalográficos da literatura.

Yanagisawa (2019) caracterizou mineralogicamente um Neossolo Flúvico, em que determinou a densidade de partículas e a classe textural do solo, separou por fracionamento físico as frações areia, silte e argila. Para estas frações, realizou as análises elementares por Espectroscopia de Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia e Espectroscopia de Fluorescência de Raios X por Dispersão de Comprimento de Onda, e identificou os minerais pela análise qualitativa de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier e Difração de Raios X. E na fração argila aplicou técnicas, como Espalhamento Dinâmico de Luz, Microscopia de Força Atômica e Microscopia Eletrônica de Varredura por Emissão de Campo, para observar os tamanhos, as distribuições e as formas dos minerais, e utilizou o MR para quantificação desses minerais.

Existem diversas pesquisas sobre solos ou sobre a interação entre solo e vegetação sendo desenvolvidas atualmente em todo o território nacional e internacional, uma delas é o projeto Rede Bambu Goiás constituído por agricultores, pesquisadores e empresários, e que tem como objeto principal de estudo o desenvolvimento e aplicabilidade de diversas espécies de bambu, assim como, a interação desses bambus com o meio que os cerca, ou seja, outras espécies de vegetação, ou mesmo o solo. Por exemplo, podem ser utilizados na recuperação de áreas degradadas, como matéria prima para fabricação de móveis, diversos utensílios, e a aplicação notável do estudo realizado para desenvolver um sistema de tratamento de esgoto, no qual, em uma determinada etapa, é composto por recipientes que contêm solo, onde estão plantadas espécies de bambu para auxiliar na absorção de resíduos presentes na água (Vida no Campo - PUC TV Goiás - 2020). Dentro dessa perspectiva de colaborar com o entendimento do comportamento da interação entre solo e essas espécies de vegetação, no presente trabalho foi

estudada a mineralogia de amostras de solo coletadas em dois períodos 2016 e 2018, com profundidade entre 0 a 20 cm, de um Gleissolo sob cultivo de duas espécies de bambu, sendo elas, o bambu *Guadua angustifolia* e *Dendrocalamus asper*. Os pontos de coleta de amostras estão localizados no campus experimental da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás (UFG) em Goiânia, GO, em uma área que é destinada também para a realização de pesquisas realizadas pelo projeto Rede Bambu Goiás. Alguns fatores que levaram a escolha das profundidades foram a carência de estudos sobre a mineralogia desta região, pelo menos não de forma quantitativa como a que foi realizada neste trabalho, bem como a alta atividade mineralógica e biológica que geralmente ocorrem nesta camada de solos com elevada umidade e a morfologia das raízes dos bambus, que são constituídas por colmos e rizomas, que se desenvolvem predominantemente de forma horizontal e com profundidade em torno de 30 a 50 cm, podendo ao longo de seu desenvolvimento ficar aparente na superfície do solo (FILGUEIRAS T. S; VIANA P. L., 2017). Portanto, esta região de coleta era a que poderia apresentar maiores mudanças na mineralogia devido a gênese desse tipo de solo. Contudo, não eram esperadas grandes variações, uma vez que os solos eram da mesma região, o que de fato foi constatado e que será apresentado ao longo do trabalho. Posteriormente, podem ser estudadas regiões de maiores profundidade para fim de comparação entre possíveis diferenças na mineralogia.

2 SOLO

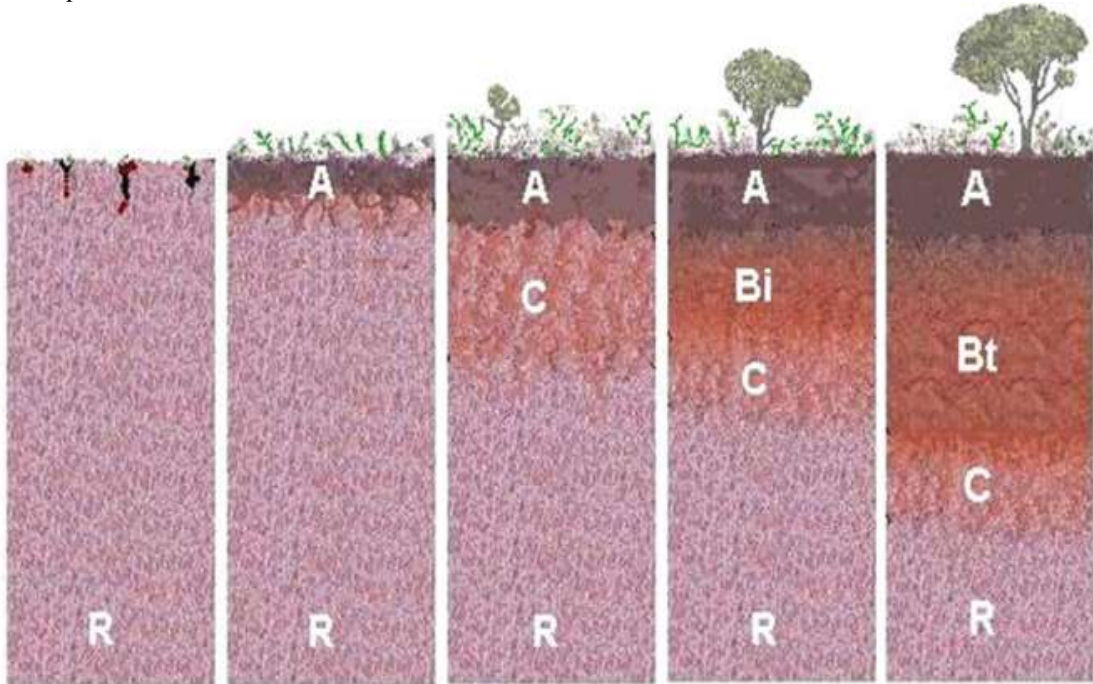
A seguir são apresentados alguns dos principais aspectos sobre o solo, tais como origem, formação e propriedades físicas, relevantes para este trabalho.

2.1 DEFINIÇÃO DE SOLO

Em seu aspecto mais amplo, o solo é definido como um meio formado por água, poros e porção sólida, em que a parte sólida é composta de material orgânico e inorgânico, enquanto o espaço poroso é preenchido por água e gás (LAL; SHUKLA, 2004). A estrutura do solo tem grande influência em muitos processos no interior deste meio poroso, como a permeabilidade e infiltração de água, desenvolvimento da matéria orgânica e de nutriente, penetração de raízes e disposição à erosão. Em solos utilizados na agricultura, as propriedades relacionadas à estrutura do solo afetam expressivamente a sua produtividade.

Conforme o objetivo de estudo ou aplicação, por exemplo, para a agricultura o solo é considerado na sua forma indeformada, ou seja, mantendo sua forma natural a qual tem origem devido às condições naturais ou de manejo a que são submetidos. Por outro lado, no estudo mineralógico é dado ênfase à parte sólida inorgânica para que posteriormente sejam investigadas possíveis correlações entre fatores macroscópicos e microscópicos e suas implicações. Esta parte sólida, por sua vez, pode ser obtida de um dos horizontes que compõem o perfil do solo, como representado na figura 2.1, o qual é uma seção vertical do solo, que inicia na superfície até o material de origem. O perfil do solo pode ser formado por apenas um horizonte ou por vários, divididos em camadas, cada uma com características físicas e químicas distintas (KER, 2012).

Figura 2. 1 - Sequência cronológica hipotética de evolução do perfil do solo. As letras A, Bi, Bt, C e R são os horizontes que constituem o solo.



Fonte: Lima e Lima (2005).

2.2 PROPRIEDADES FÍSICAS E QUÍMICAS DO SOLO

A parte sólida mineral e orgânica do solo é composta de pequenas partículas, resultantes do intemperismo do material de origem do solo, apresentam diferentes formas, tamanhos, arranjos e composições. O conjunto de partículas de vários tamanhos e formas atribuí ao solo a característica física denominada de textura. (LIER, 2010). Para determinar a textura do solo é necessário conhecer a densidade de partícula do solo, esta leva em consideração apenas as suas partículas sólidas, sendo influenciada pelos elementos e minerais que compõem o solo.

2.2.1 Densidade do solo e densidade de partícula

A densidade do solo é obtida pela razão entre a massa da parte sólida e o volume total do solo, ou seja, sólidos e poros. Em média, os poros constituem metade do volume total do solo, assim o valor para a densidade do solo fica entre 1,3 e 1,35 g/cm³, esses valores são altamente variáveis até mesmo para um único solo (HILLEL, 2004). Isto é devido a esses valores serem afetados pela estrutura do solo, ou seja, seus poros ou grau de compactação, características de dilatação e retração os quais dependem da quantidade de argila e água presente.

Entretanto, para a densidade média de partícula os valores ficam entre 2,6 e 2,7 g/cm³, pois não se consideram os poros. Esse valor é próximo à densidade do quartzo, 2,65 g/cm³, que

geralmente é o mineral predominante na fração areia que compõem grande parte dos solos. Alguns dos minerais que compõem a fração mais fina, fração argila do solo, têm densidade semelhante. Contudo, a presença de óxidos de ferro e de vários outros minerais, geralmente definidos como aqueles com densidade superior a $2,9 \text{ g/cm}^3$, aumentam o valor médio da densidade de partícula, enquanto a presença de matéria orgânica de baixa densidade geralmente diminui a densidade de partícula. (HILLEL, 2004). Mesmo em solos extremamente compactados a densidade do solo permanece sensivelmente menor que a densidade de partícula, uma vez que as partículas nunca podem se encaixar perfeitamente, pois mesmo que o espaço poroso possa ser reduzido por compactação, ele não pode ser eliminado.

2.2.2 Classe textural

A Classe textural se refere à proporção relativa das frações argila, silte e areia que compõem o solo, no entanto, apenas partículas menores que 2 mm são consideradas na obtenção da terra fina (KER, 2012).

A textura do solo pode ser obtida com uma medida qualitativa pelo método do tato com base sensória do material do solo, que pode ser grossa, áspera, fina ou lisa. Ou de forma quantitativa por análise granulométrica por determinação da distribuição do tamanho de partícula que constitui a parte sólida do solo (LAL; SHUKLA, 2004).

Existem diferentes sistemas de classificação granulométricas, isto é, classificação por tamanho de partículas e respectivas frações granulométricas, as mais utilizadas em ciência do solo no Brasil são da Sociedade Brasileira de Ciência do Solo (SBCS), que foi utilizado neste trabalho, da Sociedade Internacional de Ciência do Solo (ISSS, do inglês International Society of Science Soil) e do Departamento de Agricultura dos Estados Unidos (USDA, do inglês United States Department Agriculture) como apresentado no quadro 2.1.

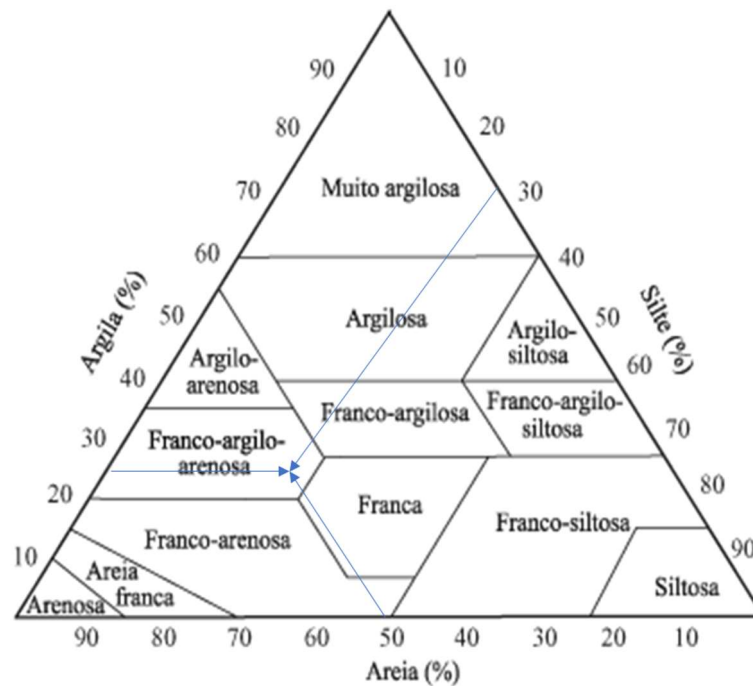
Quadro 2.1- Frações granulométricas definidas pelos sistemas de classificação.

Frações	USDA (mm)	ISSS (mm)	SBCS (mm)
Areia muito grossa	2 - 1	-	-
Areia grossa	1 - 0,5	2 - 0,2	2 - 0,2
Areia média	0,5 - 0,25	-	-
Areia fina	0,25 - 0,10	0,2 - 0,02	0,2 - 0,05
Areia muito fina	0,10 - 0,05	-	-
Silte	0,05 - 0,002	0,02 - 0,002	0,05 - 0,002
Argila	< 0,002	< 0,002	< 0,002

Fonte: Adaptado de Ferreira (2010).

Uma vez determinada a distribuição de partícula, se torna possível a classificação do solo mediante uso de um diagrama textural como apresentado na figura 2.2. Por exemplo, para um solo com teor de 25% argila, 25% silte e 50% areia, a textura é definida como franco-argilo-arenosa, sendo a região do diagrama em que ocorre a interseção entre as setas azuis na figura a seguir (LAL; SHUKLA, 2004; FERREIRA, 2010).

Figura 2. 2 -Diagrama textural baseado no sistema Norte Americano de classificação do tamanho de partículas, utilizado pela SBCS.



Fonte: adaptado de Lal e Shukla (2004)

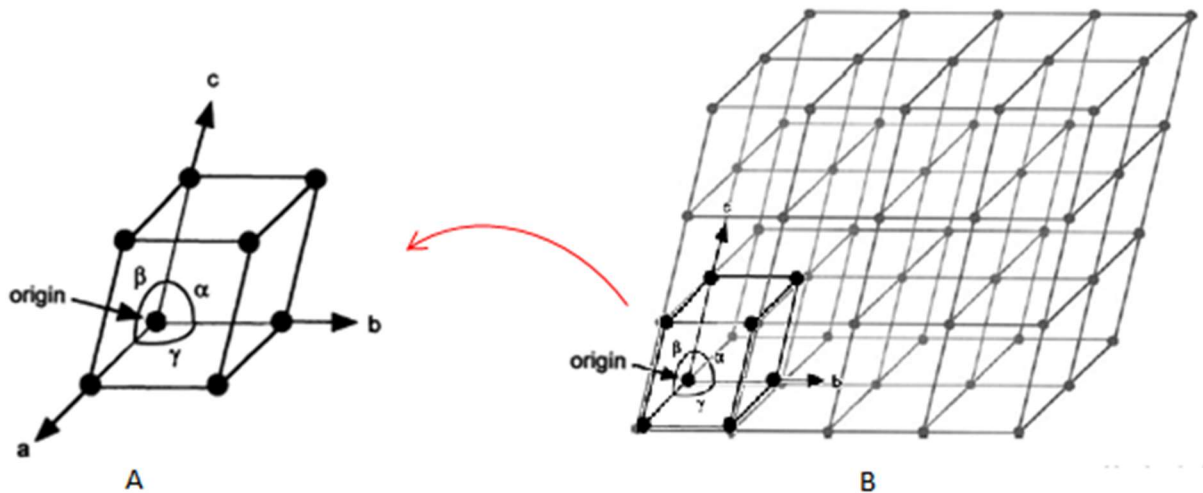
2.2.3 Elementos químicos no Solo

Alguns elementos químicos comumente identificados no solo em grandes quantidades são O, Si, Al, Fe, Ti e K e outros em menores quantidades como apresentados nos seguintes trabalhos, Martins (2010), Brinatti et al (2010), Leite (2012), Almeida (2015), Prandel (2015), Yanaguisawa (2019), Rosolen (2019) entre outros. Esses elementos compõem diversos minerais que estão presentes em diferentes solos, também mencionado nos trabalhos anteriormente citados, e que dependem de uma série de fatores, entre eles estão o clima e material de origem do solo.

2.2.4 Estruturas cristalinas

Os diferentes elementos encontrados na natureza podem formar estruturas cristalinas, que têm como base, ou unidade básica, a cela unitária, figura 2.3A, quando ordenada, forma a rede cristalina figura 2.3B. Sendo composta por átomos dispostos em um padrão ordenado regular em três dimensões (HAMMOND, 1998). Este arranjo periódico conhecido como rede cristalina se estende por longas distâncias muito maiores do que a separação interatômica (SURYANARAYANA; GRANT NORTON, 1998). Ainda, na figura 2.3 A, os termos a , b e c são os comprimentos dos eixos e α , β e γ os ângulos entre eles, chamados de parâmetros da cela unitária.

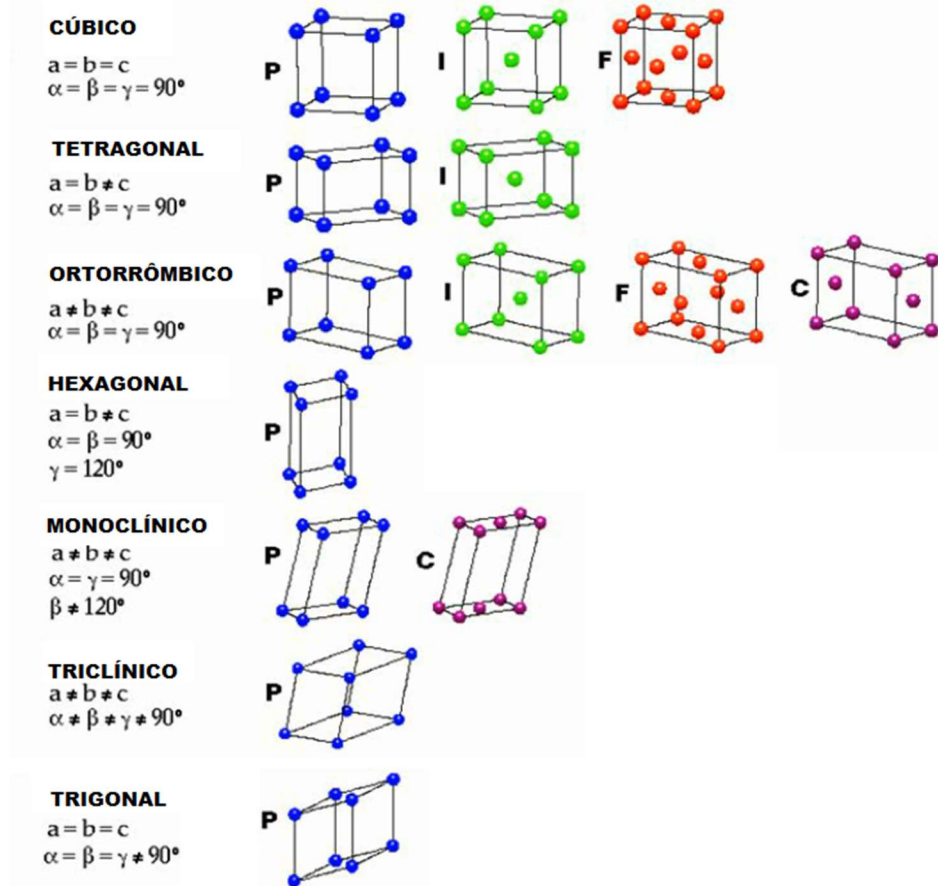
Figura 2. 3 - Cela unitária A e Rede Cristalina B.



Fonte: Suryanarayana, Grant Norton (1998).

Existem apenas sete sistemas cristalinos e Auguste Bravais, em 1848, demonstrou que existem também apenas 14 variações para esses sete sistemas, chamados de rede de Bravais figura 2.4 (SURYANARAYANA; GRANT NORTON, 1998; HAMMOND, 1998).

Figura 2. 4 - As quatorze celas de Bravais distribuídas segundo os sete sistemas cristalinos, em que P representa uma cela primitiva ou simples, F refere-se a uma cela de face centrada, I é usado para celas de corpo centrado e C cela de base centrada.



Fonte: Adaptado de Mascarenhas (2019).

2.2.5 Minerais no Solo

Embora exista uma tendência de os mesmos elementos químicos serem encontrados em diferentes solos, isto não significa a ocorrência dos mesmos minerais, uma vez que os mesmos elementos podem formar diferentes minerais (LAL; SHUKLA, 2004).

Portanto, no estudo de solos é conveniente a divisão entre as frações que o compõem, como mencionado anteriormente e resumida no Quadro 2.1, estas frações são compostas por partículas de diferentes tamanhos, sendo a fração argila considerada como partículas menores que 2 μm de diâmetro (VELBE, 1992). A vantagem da separação das frações é que se torna possível estudar os diferentes minerais presentes em cada fração, pois, em geral, existe uma tendência de determinados minerais fazerem parte de forma predominante numa fração.

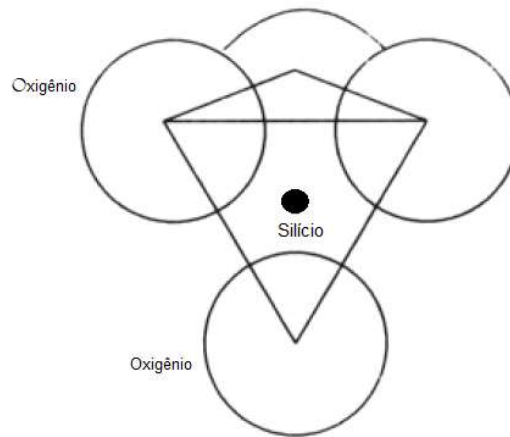
Contudo, existe uma peculiaridade na fração argila, a qual se atribui a um conjunto de minerais a denominação de argilominerais, estes são também partículas com diâmetro na escala

da fração argila, e têm a estrutura de filossilicatos ou forma de folhas tendo em vista que a relação das dimensões da estrutura é algo semelhante a uma folha, pois sua largura e comprimento são muito maiores que sua espessura. Outros minerais com diferentes formas podem estar presentes na fração argila, como zeólitas, quartzo e óxidos, dentre outros (VELBE, 1992). Entre as propriedades dos argilominerais, se destaca a capacidade de expansão elevada que alguns minerais apresentam. Essa expansão ocorre devido à absorção de água ou de outros íons polares dentro da estrutura, e permite a distinção entre argilominerais expansivos e não expansivos, sendo os expansivos chamados de esmectitas. Embora outras propriedades sejam comuns a outros minerais, como por exemplo, a capacidade de adsorver água, a qual aumenta com a diminuição do tamanho de partícula, a expansividade é uma característica apenas de argilominerais. A origem dos minerais, em particular das argilas, se deve ao intemperismo sofrido pelo material de origem que forma o solo, seja na superfície ou em maiores profundidades. Neste processo, ocorre a transformação de um mineral em outro continuamente, a rapidez com que isso ocorre tem grande influência das condições em que o solo é submetido. As principais condições que influenciam são o regime hídrico e a temperatura (VELBE, 1995). Outra implicação do tamanho das argilas é o fácil transporte na presença de água, pois demoram a sedimentar, ficando em suspensão no meio aquoso, contribuindo para a transformação local, uma vez que estes minerais são carregados e depositados em diferentes regiões, chegando também a lagos e oceanos. A estimativa da quantidade de argila por profundidade do solo associado ao conhecimento do material de origem possibilita dizer quanto maturo é o solo (VELBE, 1992).

2.2.6 Argilominerais

As estruturas de filossilicatos são constituídas de tetraedros e octaedros coordenados, essa é a característica fundamental dos argilominerais. Em que os tetraedros são constituídos por quatro oxigênios nos vértices e um silício no interior, como apresentado na figura 2.5, porém, podem ocorrer a presença de Al ou Fe substituindo o Si.

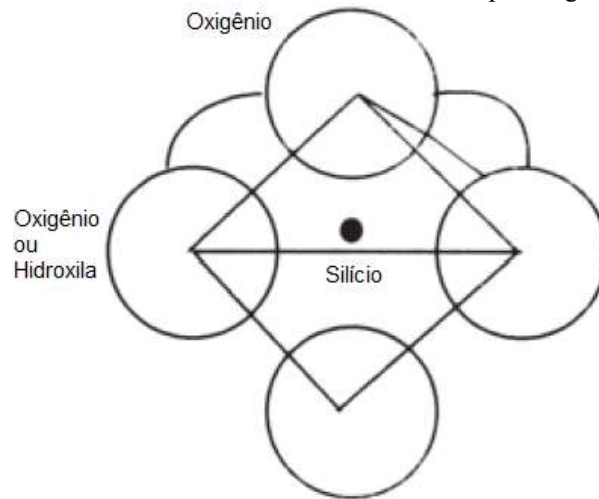
Figura 2. 5 - Arranjo tetraédrico de silício com um átomo de silício rodeado por quatro ânions de oxigênio.



Fonte: Adaptado de Velbe (1995).

E os octaedros são formados por O e OH nos vértices, como mostrado na figura 2.6, sendo que no interior é possível encontrar Al, Mg, Fe como os principais elementos, mas Ti, Ni, Zn, Cr e Mn também podem estar presentes.

Figura 2. 6 - Arranjo octaédrico com um átomo de silício rodeado por oxigênios e hidroxilas.

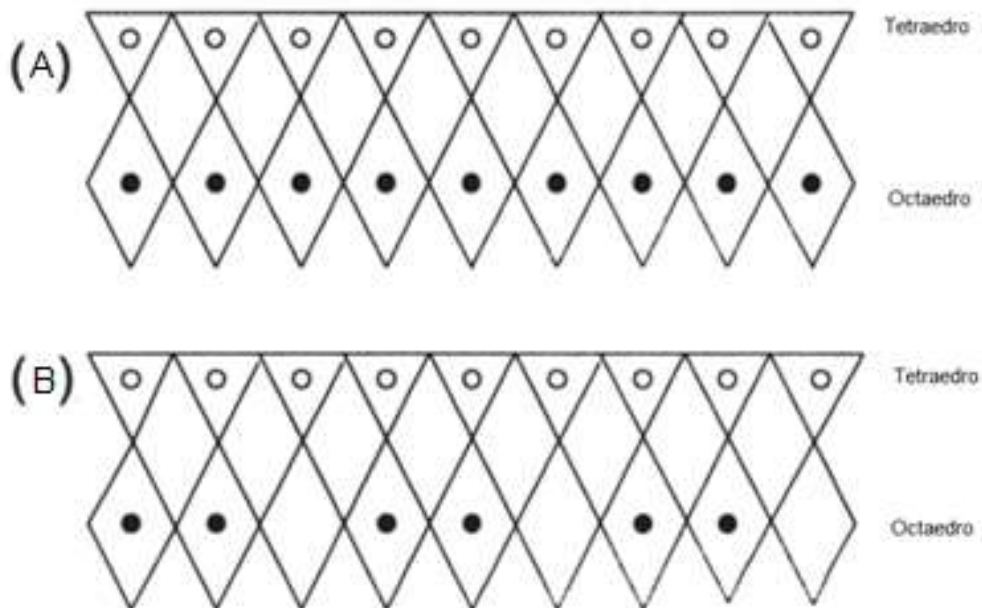


Fonte: Adaptado de Velbe (1995).

O conjunto formado por folhas de tetraedros e folhas de octaedros sobrepostos formam as camadas, que se estendem pelo plano denominado de ab, isto é, plano que contém as arestas a e b. Quando a camada é formada por uma folha de tetraedros e uma folha de octaedros, ou seja, tetraedro-octaedro, o filossilicato é classificado de camada 1:1 e quando a camada tem duas folhas tetraédricas intercaladas por uma folha octaédrica, ou seja, tetraedro-octaedro-tetraedro, o filossilicato é classificado de camada 2:1. Assim, geralmente, usa-se o plano (001) ou espaçamento basal da estrutura para identificar e caracterizar as argilas.

Devido à substituição interna nos octaedros ou nos tetraedros ocorre um desequilíbrio de carga na estrutura, esse desequilíbrio é compensado por cátions, que podem ser fortemente ligados como o K ou fracamente ligados como Ca e Mg, sendo estes predominantes em argilas naturais, contudo, podem ser vários os fracamente ligados (VELBE, 1995). A substituição iônica sofrida pela estrutura, além de alterar a carga, modifica as dimensões da estrutura porque os diferentes cátions possuem diferentes raios atômicos. As composições diversificadas no interior dos tetraedros e octaedros torna possível nomear os diferentes minerais, assim como definir sua estabilidade em relação a parâmetros térmicos e químicos. As regiões internas mencionadas anteriormente são denominadas sítios dos tetraedros ou sítios dos octaedros. Também com base na ocupação dos sítios octaedrais, quando dois a cada três sítios estão ocupados, a estrutura é classificada como dioctaédrica e quando três a cada três sítios estão ocupados a estrutura é classificada como trioctaédrica, como representado na figura 2.7.

Figura 2. 7 - Estruturas trioctaédricas (A) e dioctaédricas (B) devido ao preenchimento dos sítios octaédricos por três ou dois cátions a cada três sítios.



Fonte: Adaptada de Velbe (1995).

No entanto, camadas consecutivas podem não ser alinhadas de forma perfeita, ou seja, pode ocorrer deslocamento entre as camadas, produzindo características próprias de cada mineral e assim dando origem aos politipos.

Dentre as várias características dos argilominerais estão as diferentes formas em que são encontradas: camada 1:1 e camada 2:1, ambos os tipos podem variar entre dioctaédrica ou trioctaédrica.

Como visto, os argilominerais, além de sua forma planar e em camadas, contêm em suas estruturas a predominância de sílica, SiO_2 , como essa é uma característica comum não é de grande ajuda para distinguir os argilominerais entre si. Porém, a presença dos elementos Al, Mg, Fe, K e, em menor quantidade, Na e Ca, são indicadores úteis do tipo de argila (VELBE, 1992). Outro critério para diferenciar os argilominerais é o espaçamento entre as camadas que as formam, esse espaçamento é chamado de espaçamento basal, que pode ser determinado após aquecer a amostra a 200°C para eliminar a água absorvida entre as camadas, e os espaçamentos dilatados são determinados usando vapor de etilenoglicol para expandir as camadas a uma distância padrão.

2.3 MINERAIS IDENTIFICADOS EM GLEISSOLOS

Os trabalhos apresentados a seguir trazem estudos de diferentes Gleissolos, obtendo diversas informações químicas, físicas e morfológicas, bem como, dados mineralógicos desses solos. Embora a mineralogia dos solos estudados nos referidos trabalhos tenha sido obtida de forma qualitativa, os trabalhos foram consultados a fim de comparação e embasamento para a identificação dos minerais presentes nas amostras de Gleissolo em estudo. Vale ressaltar que neste trabalho a mineralogia foi obtida de forma quantitativa aplicando o MR, e por não se ter conhecimento desta técnica aplicada a Gleissolos, este pode contribuir para pesquisas futuras para esta classe de solo.

No trabalho realizado por Castilhos et al (2002) foi verificada a contribuição da mineralogia de solos das zonas orizícolas do estado do Rio Grande do Sul, cultivados com arroz irrigado como fonte potencial de potássio para este tipo de cultura. Os minerais encontrados na fração areia e silte do Gleissolo foram, predominantemente, quartzo e, em menores intensidades, plagioclásios, mica e feldspatos de potássio. E na fração argila, os principais minerais foram caulinita, mica e esmectita, sendo confirmadas pela expansão utilizando solvatação com glicerol.

Melo et al. (2006) caracterizaram solos da Colônia Agrícola do Apiaú, Roraima, e avaliaram também as alterações em propriedades químicas resultantes dos sistemas de manejo adotados e impactos da ação de queimadas nos solos. Os Gleissolos estudados apresentaram mineralogia caulínica e expressivos teores de Ti, evidenciando elevado grau de intemperismo, e baixos teores de Fe.

Estudos dos efeitos do uso do solo sobre a fertilidade foram efetuados por Lopes et al. (2006), em Gleissolo sob três diferentes sistemas de manejo, o trabalho mostrou que a

capacidade de troca de cátion de um solo resulta da proporção de seus diferentes colóides e de sua natureza argilo-húmicos, em que a variação da capacidade de troca de cátions entre 37,03 e 56,69 $\text{cmol}_c \text{kg}^{-1}$ de argila sugeriu a presença de argilomineral 2:1, como a illita, argilominerais 1:1, como a caulinita, que apresentaram CTC que varia de 3-15 $\text{cmol}_c \text{kg}^{-1}$ de argila.

Fraga et al. (2009) avaliaram a capacidade de suprimento de formas trocáveis e não trocáveis de K por três tipos de solo de várzea de regiões do Rio Grande do Sul, com diferentes características mineralógicas, em cultivos sucessivos de arroz irrigado. No difratograma da fração silte do Gleissolo Háptico foi identificado o mineral quartzo como mineral predominante e picos de baixa intensidade referentes ao rutilo e anatásio. Na fração argila, sem tratamentos químico e térmico prévios, foram observadas reflexões intensas de caulinita e menos intensas de quartzo, cristobalita, rutilo e anatásio.

Bernini (2010) caracterizou e classificou solos da formação Solimões-Acre, como Gleissolo háptico Ta eutrófico típico e Gleissolo háptico alítico argissólico, os quais apresentaram evidências de restrições de drenagem durante sua formação, a influência nas propriedades químicas devido a presença de argila de alta atividade e elevados teores de Al, e a mineralogia indicou que os solos ainda estão em uma fase de baixo intemperismo, com quantidade expressivas de minerais 2:1 como, a esmectita e mica, e também 1:1 como a caulinita na fração argila e minerais primários como, plagioclásio, feldspato e quartzo na fração areia.

Coringa et al (2012) avaliaram as características químicas, morfológicas e mineralógicas de três perfis de solos do Pantanal Norte Matogrossense. Os minerais encontrados na fração areia do Gleissolo foram, quartzo predominante, acima de 60%, e em menores quantidades, petroplintita, biotita, muscovita, turmalina, magnetita, ilmenita, epidoto, zircão e rutilo. A fração argila apresentou ser constituída basicamente por caulinita, esmectita, illita e interestratificados do tipo illita-esmectita, sendo estimados pelas intensidades das reflexões nos difratogramas.

Guimarães et al (2013) caracterizaram e classificaram cinco perfis de Gleissolos, distribuídos em três áreas da bacia do Médio Amazonas, localizados nas várzeas dos municípios de Manacapuru e Iranduba, em que a composição mineralógica obtida por meio do difratograma da fração argila desferrificada apresentaram os minerais vermiculita, montmorilonita, illita, caulinita e quartzo.

Barbosa (2016) avaliou o uso de atributos do solo na identificação de limites para preservação de Veredas no Mato Grosso do Sul, estudando os perfis de solos de uma topossequência, sendo partes dela classificadas como, Gleissolo háptico distrófico típico, Gleissolo háptico

Ta distrófico típico. E por meio de difratogramas da fração argila dos Gleissolos foram identificados os minerais caulinita, vermiculita, gibbsita e anatásio.

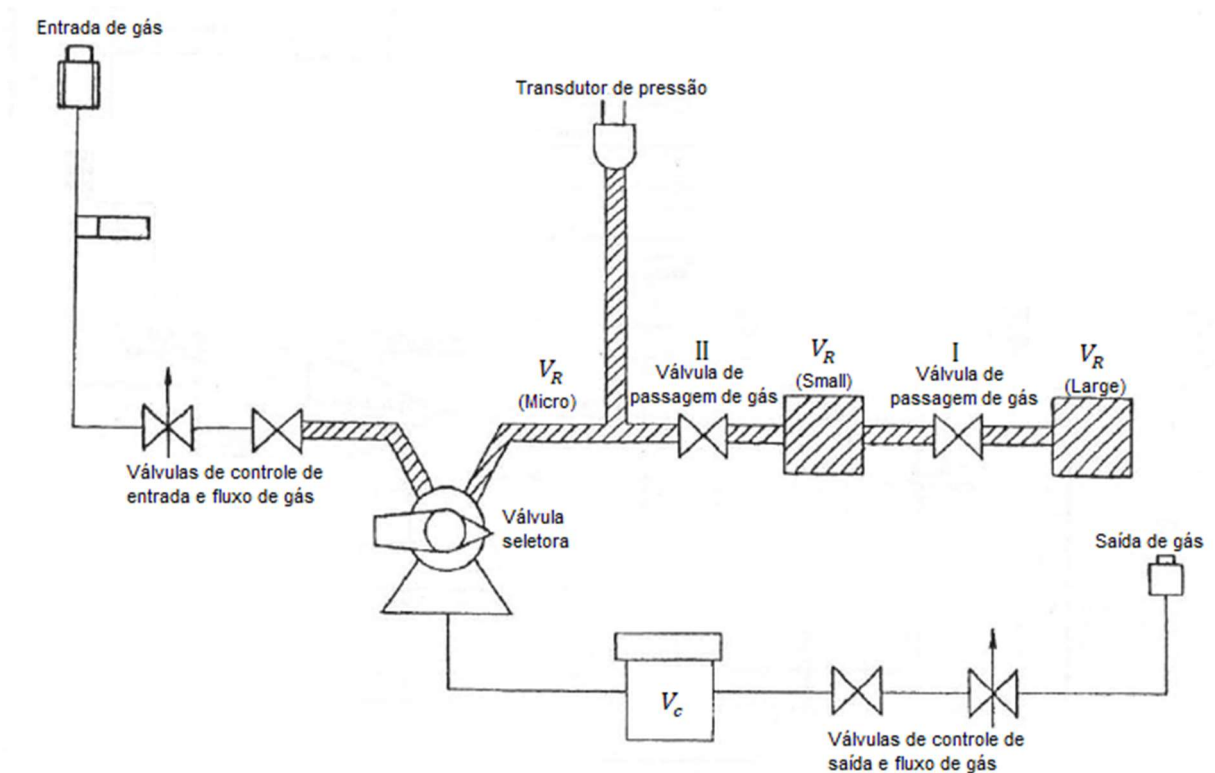
3 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

A seguir são apresentadas as técnicas utilizadas para caracterização do Gleissolo estudado neste trabalho.

3.1 PICNOMETRIA A GÁS

A técnica picnometria a gás permite medir com precisão o volume da parte sólida de diversos materiais, em que é empregado o princípio de deslocamento de fluido de Arquimedes e a lei de Boyle da expansão de gás. Para isso, utiliza-se um gás inerte, em vez de um líquido, uma vez que penetra até os poros mais finos e elimina qualquer influência química da superfície. Isso garante resultados rápidos e com alta precisão. O gás hélio é geralmente usado como gás de deslocamento devido ao tamanho de suas moléculas e comportamento inerte (QUANTACHROME INSTRUMENTS, 2009). Outros gases como nitrogênio também podem ser usados com desempenho semelhante. A figura 3.1 representa o esquema de funcionamento de um picnômetro.

Figura 3. 1- Ilustração do esquema de funcionamento de um picnômetro a gás.



Fonte: Adaptado de Quantachrome Instruments (2009).

O picnômetro determina o valor real do volume da amostra medindo a diferença de pressão do sistema constituído pelos volumes das câmaras e da amostra. Inicialmente, apenas a câmara de referência de volume V_R conhecido é pressurizada com gás a uma pressão P_1 controlada, representada pela área hachurada, que pode variar entre *micro*, *small* ou *large*, dependendo da quantidade de amostra. Uma vez estabilizada, essa pressão P_1 é registrada. A válvula seletora é então aberta permitindo que o gás se expanda para uma câmara de volume V_C também conhecido, no qual está contida a amostra de volume V_p , portanto o volume do gás transferido para dentro da câmara V_C será dado por $V_C - V_p$, ou seja, pela diferença entre os volumes da câmara e da amostra. Ambos os volumes V_R e V_C são obtidos previamente por calibração do aparelho. Como o volume ocupado pelo gás aumentou, ocorre uma redução da pressão, após a estabilização, esta pressão P_2 é registrada. As pressões encontradas são utilizadas para fornecer os volumes das amostras analisadas. Para chegar à equação do volume da amostra é utilizado a lei de Boyle da expansão de gás, que compara os estados do gás que está inserido no aparelho. Sendo que o sistema inicia a uma pressão ambiente P_a e o estado da câmara V_C no qual está contida a amostra é definido como

$$P_a(V_C - V_p) = n_aRT_a, \quad (3.1)$$

em que n_a é o número de moles de gás, inicialmente apenas ar, ocupando o volume $V_C - V_p$, R é a constante universal dos gases e T_a é a temperatura ambiente. Quando o volume de referência é pressurizado a uma pressão P_1 aproximadamente 17 libras por polegada quadrada acima do ambiente, o estado do volume de referência V_R pode ser expresso por

$$P_1V_R = n_1RT_a, \quad (3.2)$$

em que P_1 representa uma pressão acima da ambiente e n_1 é o número total de moles de gás no volume de referência V_R .

Quando a válvula de expansão é girada para conectar as câmaras V_R e V_C , a pressão é reduzida para uma pressão menor P_2 dada por

$$P_2(V_C - V_p + V_R) = n_aRT_a + n_1RT_a. \quad (3.3)$$

Substituindo na equação 3.3, n_aRT_a por $P_a(V_C - V_p)$, e n_1RT_a por P_1V_R , se obtém

$$P_2(V_c - V_p + V_R) = P_a(V_c - V_p) + P_1V_R, \quad (3.4)$$

e

$$(P_2 - P_a)(V_c - V_p) = (P_1 - P_2)V_R, \quad (3.5)$$

assim,

$$V_c - V_p = \frac{P_1 - P_2}{P_2 - P_a} V_R. \quad (3.6)$$

Como P_a pode ser ajustada no medidor digital para zero, isto é, todas as medições de pressão são relativas à P_a , a equação 3.6, torna-se

$$V_c - V_p = \frac{P_1 - P_2}{P_2} V_R, \quad (3.7)$$

ou

$$V_p = V_c - V_R \left(\frac{P_1}{P_2} - 1 \right). \quad (3.8)$$

A equação 3.8 é a equação do volume real da amostra.

E tendo a massa e volume determinados, é possível calcular a densidade de partícula utilizando a seguinte equação,

$$\rho = \frac{M}{V_p}. \quad (3.9)$$

3.2 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

A análise granulométrica é utilizada para separar as partículas das diferentes frações que compõem o solo, sendo que partículas maiores que 50 μm , podem ser separadas por peneiramento, entretanto, frações mais finas, silte e argila, devem ser separadas por sedimentação diferencial (FERREIRA, 2010). Em uma partícula em queda imersa em um fluido existem três forças atuando sobre ela, gravitacional, empuxo e força de Stokes (LAL; SHUKLA, 2004). Para calcular a força resultante consideram-se as partículas do solo como esféricas de raio r (m), assim a força gravitacional pode ser expressa por

$$F_g = mg = \rho_s V g = \rho_s \frac{4}{3} \pi r^3 g, \quad (3.10)$$

em que m é a massa da partícula, g a aceleração gravitacional e ρ_s é a densidade da partícula. A força de empuxo expressa como

$$F_e = m_f g = \rho_f V g = \rho_f \frac{4}{3} \pi r^3 g, \quad (3.11)$$

em que m_f é a massa do fluido deslocado, neste caso água, g é aceleração gravitacional e ρ_f é a densidade da água.

E a força de Stokes, relacionada à viscosidade do fluido, atua no sentido contrário ao movimento, é dada por

$$F_S = 6\pi\eta r v, \quad (3.12)$$

em que v é a velocidade da partícula em relação ao fluido e η é a viscosidade do fluido que varia com a temperatura.

Quando a partícula está em velocidade constante as três forças estão em equilíbrio, se obtêm

$$F_g = F_e + F_S. \quad (3.13)$$

Substituindo as equações 3.10, 3.11 e 3.12 na equação 3.13, se obtêm

$$\rho_s \frac{4}{3} \pi r^3 g = \rho_f \frac{4}{3} \pi r^3 g + 6\pi\eta r v. \quad (3.14)$$

Partindo da equação 3.14, se obtêm a equação 3.15 que expressa a velocidade de queda das partículas,

$$v = \frac{2(\rho_s - \rho_f)gr^2}{9\eta}. \quad (3.15)$$

Como $v = \frac{h}{t}$, em que h é a altura de queda e t o tempo de sedimentação. Então, pode-se escrever a equação 3.15 como

$$\frac{h}{t} = \frac{2(\rho_s - \rho_f)gr^2}{9\eta} . \quad (3.16)$$

A partir da equação 3.16 é possível obter o tempo de sedimentação das partículas em velocidade constante imersas em um fluido, dado por

$$t = \frac{9h\eta}{2(\rho_s - \rho_f)gr^2} . \quad (3.17)$$

3.3 FRACIONAMENTO FÍSICO

O fracionamento físico é utilizado para separar a argila, da fração silte e areia, este pode ser feito a partir do processo da análise textural e se tem uma melhor utilização da amostra, pois evita a perda, uma vez que o processo é o mesmo, mesmos princípios envolvidos, e apenas é coletada uma quantidade maior de suspensão após o tempo calculado pela lei de Stokes para diferentes alturas h . Conseqüentemente, servindo para obter maiores quantidades das diferentes frações que compõem a terra fina seca ao ar (TFSA), como será descrito na seção 4.4 de materiais e métodos.

3.4 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO DE COMPRIMENTO DE ONDA E DISPERSÃO DE ENERGIA

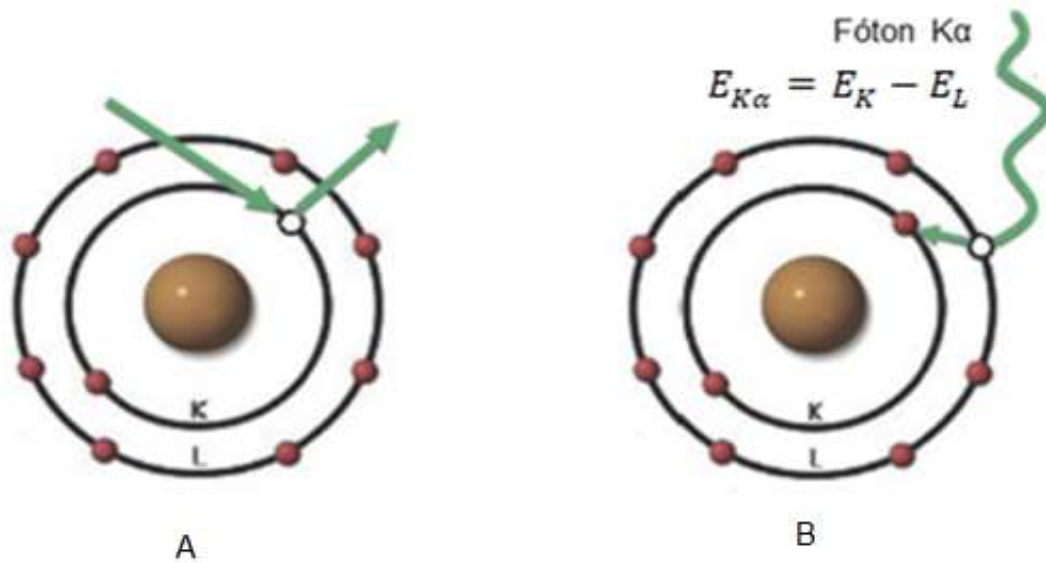
A fluorescência de raios X permite identificar os elementos presentes nos materiais, este fenômeno ocorre quando os átomos são expostos a uma excitação adequada. A emissão de espectros de linha característica pode ser obtida pela colisão de partículas aceleradas, como elétrons, prótons, partículas alfa e íons. E, também, pela incidência de radiações de alta energia a partir de um tubo de raios X ou de uma fonte radioativa. Um átomo quando irradiado por um feixe de raios X pode ser excitado absorvendo fótons, o que gera emissão de elétrons das camadas internas, mais fortemente ligados, deixando um vazio, este vazio é preenchido por um elétron de outro nível energético. Neste processo ocorre a liberação de fótons com energias dadas por

$$E = E_f - E_i = h\nu, \quad (3.19)$$

em que h é a constante de Planck, ν é a frequência, f e i representam respectivamente a camada final e inicial da transição ocorrida pelo elétron.

Para cada transição de elétrons ocorrida, como por exemplo, a partir da camada L para a K, como representado na figura 3.2, há uma energia e um fóton associados neste caso um fóton $K\alpha$, sendo que essa energia é a diferença entre as energias de ligação das duas camadas (NASCIMENTO FILHO, 1996; CULLITY, 1978).

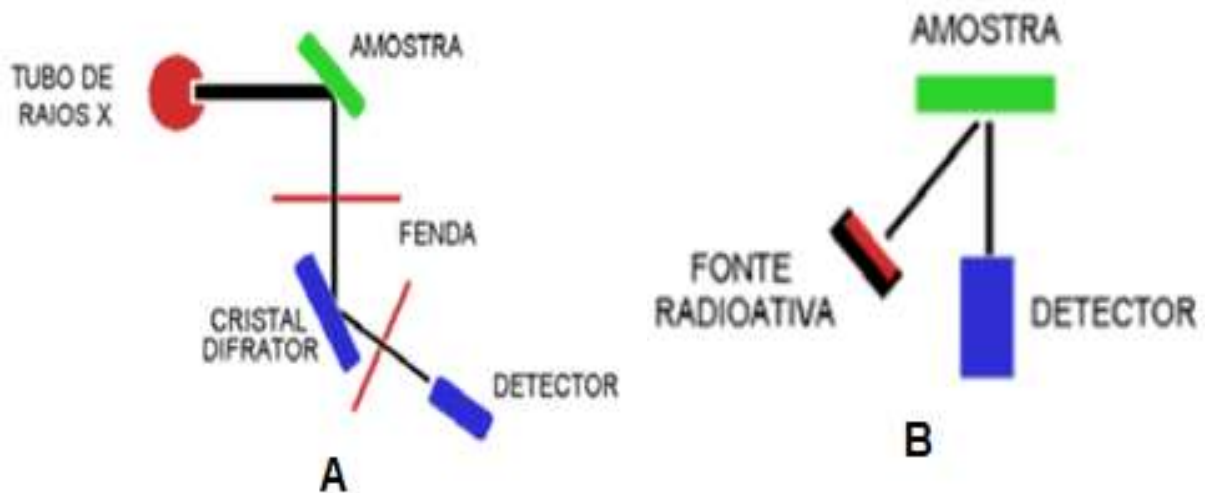
Figura 3. 2- Ilustração do processo de fluorescência de raios X característico, em (A) um elétron é ejetado após absorver energia deixando um vazio na camada K, em (B) esse vazio é preenchido por um elétron da camada L, nessa transição ocorre a emissão de um fóton.



Fonte: Adaptado de Thermo Fisher Scientific (2007).

Na espectrometria de fluorescência de raios X, uma amostra é irradiada com raios X emitidos por uma fonte, em seguida, a amostra reemite raios X característicos dos elementos presentes, raios X fluorescentes, que são detectados. Os espectrômetros de fluorescência de raios X por dispersão de energia usam detectores semicondutores, que produzem uma distribuição contínua de sinais de tensões proporcionais às energias dos fótons detectados. As vantagens desses espectrômetros incluem a capacidade de realizar medições simultâneas de vários elementos diferentes, a atenuação dos raios X fluorescentes é pequena e a medição é possível mesmo no ar. Além disso, não requer tratamento prévio demorado e um grande número de amostras podem ser analisadas. Outra forma de análise é por dispersão de comprimento de onda, sendo os princípios envolvidos os mesmos, diferenciando pela preparação prévia necessária e a forma de detecção, em que o feixe característico é difratado por um cristal, rede de difração, o qual separa os comprimentos de onda para serem analisados utilizando-se da Lei de Bragg (SHIMADZU; PRANDEL, 2015). Ambas as técnicas estão representadas na figura 3.3.

Figura 3. 3 - Representação esquemática da fluorescência de raios X por dispersão de comprimento de onda (A) e de energia (B).



Fonte: Nascimento Filho (1999).

3.5 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER

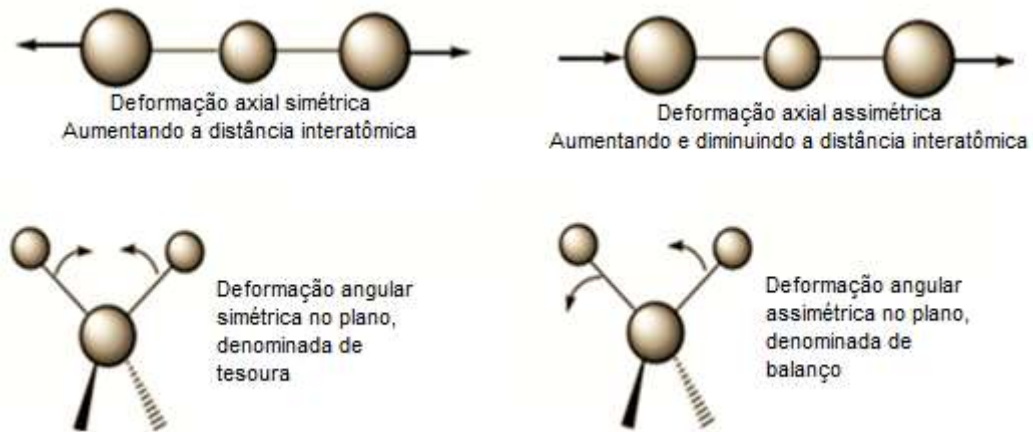
O infravermelho está associado a uma faixa do espectro eletromagnético a qual compreende uma energia capaz de excitar moléculas em níveis vibracionais e rotacionais. Em espectroscopia geralmente é representado por número de onda, dado por

$$\bar{\nu} = \lambda^{-1}, \quad (3.20)$$

sendo dividido em infravermelho próximo 12800 a 4000 cm^{-1} , médio 4000 a 200 cm^{-1} , e distante 200 a 10 cm^{-1} (SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, T. A, 2002; GADSDEN, 1975).

Para que ocorra a excitação de uma molécula na faixa do infravermelho é necessário que a energia seja absorvida e resulte em vibrações moleculares de forma a alterar o momento dipolar (GADSDEN, 1975). As vibrações moleculares podem ser classificadas em deformações axiais ou estiramentos e deformações angulares, e podem ser simétricas ou assimétricas como mostra a figura 3.4. Os estiramentos são variações na distância entre os átomos, e as deformações angulares são variações no ângulo de ligação com um grupo de átomos.

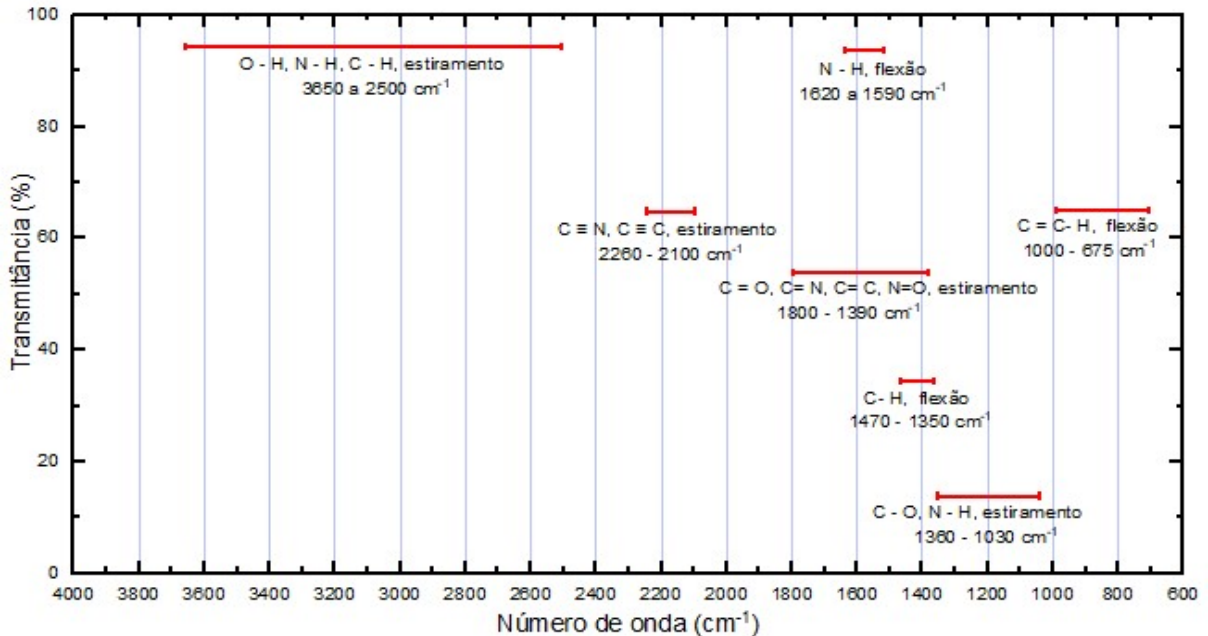
Figura 3. 4 - Representação dos modos vibracionais que podem ocorrer em uma molécula com absorção de radiação infravermelho.



Fonte: Solomons (2005).

Cada vibração molecular ocorre de acordo com os grupos funcionais envolvidos nas ligações moleculares, como representado na figura 3.5. Assim, é possível obter os espectros de absorção característicos de diversos materiais orgânicos e inorgânicos com as técnicas de infravermelho.

Figura 3. 5 - Alguns tipos de ligações moleculares e a região do infravermelho em que são encontradas.



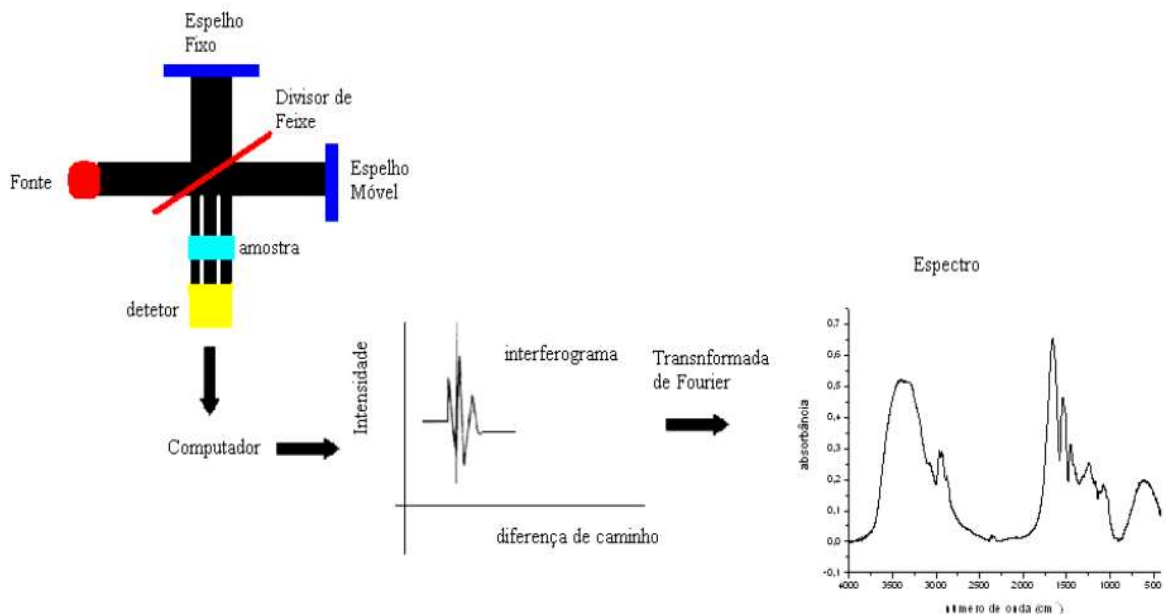
Fonte: Adaptado de Pavia (2010).

A espectroscopia de infravermelho é frequentemente empregada na identificação de minerais no solo por meio de vibrações dos íons inorgânicos na região de 4000 a 200 cm⁻¹ (BRINATTI et al., 2010; PRANDEL, 2015; GADSDEN, 1975). Por exemplo, o espectro

infravermelho de minerais presentes em argilas é influenciado pela composição química, substituição isomórfica e cristalinidade, assim fornece informações fundamentais não apenas na identificação mineral, mas também nas propriedades da superfície e nas reações dos minerais com substâncias químicas em seu ambiente (RUSSELL e FRASER, 1994).

Com a espectroscopia de infravermelho é possível obter o espectro de absorção da radiação eletromagnética que atravessa a amostra e chega ao detector, que pode então ser comparada com a radiação incidente sem a presença de amostra. Um espectrômetro de grande sensibilidade é o espectrômetro com transformada de Fourier (FTIR), que utiliza um interferômetro de Michelson (FORATO, 2010), como representado na figura 3.6.

Figura 3. 6 - Representação esquemática de um interferômetro de Michelson utilizado no espectrômetro de infravermelho.



Fonte: Forato (2010).

3.6 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

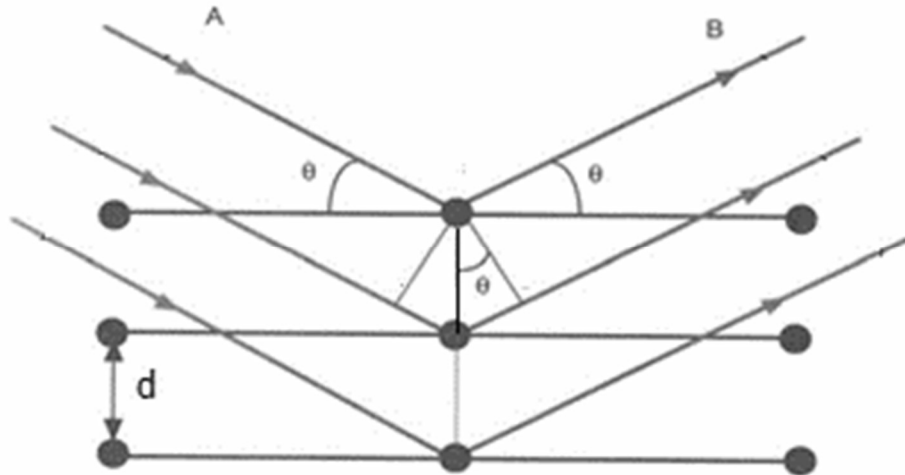
Um feixe de raios X ao incidir em um material pode ser difratado, para que esse fenômeno ocorra o comprimento de onda da radiação incidente deve ser da mesma ordem de grandeza da distância entre os átomos, se os átomos estiverem arrançados de maneira simétrica formando uma estrutura cristalina, a radiação espalhada sofrerá interferência.

Considerando planos consecutivos de uma estrutura cristalina como mostrado na figura 3.7, a interferência pode ocorrer de forma construtiva se a diferença de caminho percorrido pela radiação espalhada satisfizer a lei de Bragg, expressa por

$$n\lambda = 2d\sin\theta, \quad (3.21)$$

em que λ é o comprimento de onda da radiação incidente, n é a ordem de difração que deve ser um número inteiro, d a distância entre os planos e θ é o ângulo entre a superfície do material e o feixe de raios X incidente (PECHARSKY; ZAVALIJ, 2005).

Figura 3. 7 - Representação da difração de raios X por um cristal, (A) é o feixe incidente e (B) o feixe difratado.



Fonte: Suryanarayana, Grant Norton (1998).

Uma das principais aplicações da difração de raios X consiste na identificação de compostos cristalinos. As distâncias e densidades de átomos dos planos de difração são características individuais de cada composto que resultam em um padrão de difração único para cada estrutura cristalina baseado nas intensidades dos feixes difratados.

A intensidade de um feixe difratado depende da densidade de elétrons dos planos cristalinos, mas também de outros fatores como mostrado na equação a seguir (SURYANARAYANA; GRANT NORTON, 1998),

$$I = |F|^2 p \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) e^{-2M}, \quad (3.22)$$

em que I é a intensidade integrada relativa, F o fator de estrutura que leva em conta a contribuição do espalhamento de cada átomo da cela unitária, p o fator de multiplicidade que está relacionado com a proporção relativa de planos que contribuem para um pico de difração, o termo entre parênteses é o fator de Lorentz – Polarização, relacionado a fatores geométricos, que, de forma geral, reduz as intensidades das reflexões em ângulos intermediários em comparação com ângulos menores e maiores, θ o ângulo de Bragg, e o termo exponencial é o fator de

deslocamento térmico relacionado às vibrações térmicas dos átomos que tendem a diminuir a intensidade das linhas de difração, outro efeito que pode ocorrer é chamado de espalhamento difuso de temperatura. Porém, a amplitude média da vibração atômica não é uma função apenas da temperatura, mas depende também das constantes elásticas do cristal (SURYANARAYANA; GRANT NORTON, 1998; CULLITY, 1978).

Embora a equação 3.22 seja uma aproximação razoável, outros fatores podem ser incluídos, para obter resultados mais compatíveis com os dados experimentais, alguns desses fatores foram empregados neste trabalho para o MR, e serão apresentados a seguir.

3.7 MÉTODO DE RIETVELD

O método de Rietveld é empregado no refinamento de estruturas cristalinas, fazendo uso de dados de difração de raios X ou nêutrons e foi desenvolvido por Hugo Rietveld na década de 1960 (LARSON; VON DRELEE, 2004). A estrutura cristalina é refinada fazendo com que o difratograma, ou perfil, calculado se aproxime o melhor possível do difratograma experimental, por meio de parâmetros variáveis e refináveis incluídos na intensidade calculada e, desta forma, fazendo com que a soma do quadrado da diferença entre a intensidade observada y_i e a calculada y_{ci} atinja um valor mínimo (HAMOND, 2009) de acordo com a função minimização dada por

$$S_y = \sum_{i=1}^N w_i (y_i - y_{ci})^2, \quad (3.23)$$

em que y_i , y_{ci} e $w_i = y_i^{-1}$ são as intensidades observadas, calculadas e a função peso no i -ésimo passo, respectivamente. Sendo a intensidade calculada y_{ci} , expressa por

$$y_{ci} = S_R \sum_{p=1}^{n_p} S_p A_b \left[\sum_K L_K |F_K|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_K) A_s P_K \right] + y_{bi}, \quad (3.24)$$

em que S_R é a correção da rugosidade da amostra, o índice p representa a fase que está sendo calculada, S_p é o fator de escala de cada fase p , A_b é o fator de absorção, F_K é o fator de estrutura do k -ésimo plano reticular, L_K representa os fatores de Lorentz, polarização e multiplicidade, ϕ é a função perfil, θ_i é o ângulo de espalhamento no i -ésimo passo, θ_K é o ângulo de difração no

plano reticular, A_s é o fator de assimetria do perfil, P_K é a função de ajuste de orientação preferencial, y_{bi} é a intensidade da radiação de fundo no i -ésimo passo.

O efeito de rugosidade superficial S_R na difração de raios X para geometria Bragg-Brentano pode ser corrigido utilizando a função proposta por Pitschke, Hermann e Mattern (1993), dada por

$$S_R = \frac{1 - A_{B1} \left(\frac{1}{\text{sen}\theta} - \frac{A_{B2}}{\text{sen}^2\theta} \right)}{1 - A_{B1} + A_{B1}A_{B2}}, \quad (3.25)$$

em que A_{B1} e A_{B2} são coeficientes refináveis.

O fator de escala S_p é obtido pela razão entre as intensidades observada e calculada, obtido por

$$S_p = \frac{y_{ci}}{y_i}. \quad (3.26)$$

O fator de absorção A_b é aplicado para a correção do deslocamento angular dos picos em função de 2θ , dado por

$$A_b(2\theta) = 2\theta + \sum_{i=1}^N \frac{f_i A_s}{\text{tg}(2\theta)} + S'_s \cos\theta + T_s \text{sen}(2\theta), \quad (3.27)$$

em que S'_s é o coeficiente de correção da posição da amostra no porta amostra em relação à fonte de raios X e o detector e T_s é o coeficiente de correção da transparência da amostra relacionada à absorção efetiva da amostra. Estes parâmetros são representados na interface do General Structure Analysis System (GSAS) pelos parâmetros shft e trns respectivamente (LARSON; VON DRELEE, 2004).

O coeficiente A_s de assimetria de perfil descrita por Finger, Cox e Jephcoat, J. (1994), é dado pela equação 3.28,

$$A_s(\tau) = \frac{L'^2 \text{sen}(2\theta)}{4H'S'h(\tau) \cos(2\theta - \tau)} W'(\tau), \quad (3.28)$$

em que L' é o raio do difratômetro, H' a altura da amostra, e S' é a altura do detector, na interface do GSAS são representados pelas expressões H/L e S/L .

O fator de correção Lorentz-polarização-multiplicidade L_K é dado por

$$L_K = \frac{1 + p' \cos^2(2\theta)}{\sin^2\theta \cos\theta}. \quad (3.29)$$

O fator de estrutura F_K descreve o efeito da estrutura do cristal na intensidade do feixe difratado (CULLITY, 1978), expresso como

$$F_K = \sum_{j=1}^n N_j f_{0j} e^{[2\pi i(hu_j + kv_j + lw_j)]} e^{-M_j}, \quad (3.30)$$

em que N_j é fator de ocupação atômica, f_{0j} é o fator de espalhamento atômico, u, v e w são as coordenadas fracionárias dos átomos na cela unitária e M_j é o tensor de deslocamento atômico do j -ésimo átomo, dado por

$$M_j = 8\pi^2 U_{iso} \sin^2 \frac{\theta}{\lambda^2}. \quad (3.31)$$

Os termos do fator de estrutura refinados no GSAS são os parâmetros rede $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$, representados por, *refine cell*, as posições atômicas x, y e z representadas por X , o fator de ocupação atômica por F , e o termo de correção de deslocamento atômico como U_{iso} (LARSON; VON DRELEE, 2004).

Uma função mais viável para aproximar os picos de difração calculados e experimentais é do tipo pseudo-Voigt. Neste trabalho, foi utilizada uma função desta forma, no GSAS numerada como função perfil 4, expressa por

$$\phi = \eta L(\Gamma) + (1 - \eta)G(\Gamma), \quad (3.32)$$

em que $L(\Gamma)$ e $G(\Gamma)$ são as funções Lorentziana e Gaussiana respectivamente, e η é o fator de mistura entre as duas funções. Sendo dados respectivamente por

$$L(\Gamma) = \frac{\sqrt{4}}{\pi\Gamma} \left[1 + \frac{4(2\theta_i - 2\theta_K)^2}{\Gamma^2} \right]^{-1}, \quad (3.33)$$

$$G(\Gamma) = \frac{\sqrt{4\ln 2}}{\sqrt{\pi}\Gamma} e^{-\left[\frac{4\ln 2(2\theta_i - 2\theta_K)^2}{\Gamma^2}\right]}, \quad (3.34)$$

e

$$\eta = 1.36603 \frac{\Gamma_L}{\Gamma} - 0.47719 \left(\frac{\Gamma_L}{\Gamma} \right)^2 + 0.11116 \left(\frac{\Gamma_L}{\Gamma} \right)^3, \quad (3.35)$$

em que Γ é a largura a meia altura total FWHM, dada por

$$\Gamma = \sqrt[5]{\Gamma_G^5 + 2.69269\Gamma_G^4\Gamma_L + 2.42843\Gamma_G^3\Gamma_L^2 + 4.47163\Gamma_G^2\Gamma_L^3 + 0.07842\Gamma_G\Gamma_L^4 + \Gamma_L^5}, \quad (3.36)$$

em que a largura a meia altura gaussiana Γ_G é expressa como

$$\Gamma_G = \sqrt{(8\ln 2)(U + \sigma_S^2 d^4)\tan^2\theta + V\tan\theta + W + \frac{P}{\cos^2\theta}}. \quad (3.37)$$

E a largura a meia altura lorentziana Γ_L que depende da classe de reflexões, é dada por

$$\Gamma_L = \frac{X + X_e \cos\phi}{\cos\theta} (Y + Y_e \cos\phi + \gamma_S d^2)\tan\theta. \quad (3.38)$$

e

$$\Gamma_L = \frac{X + X_S \cos\phi}{\cos\theta} (Y + Y_e \cos\phi + \gamma_S d^2)\tan\theta. \quad (3.39)$$

em que X_e e X_S são coeficientes de anisotropia de um conjunto de reflexões relacionados ao tamanho de partículas. Este efeito é visto quando a amostra contém falhas de empilhamento que podem ampliar algumas reflexões.

Os coeficientes de alargamento Lorentziano γ_S e Gaussiano σ_S atribuídos a microdeformação, são dados respectivamente por

$$\gamma_S = \eta \Gamma_S, \quad (3.40)$$

e

$$\sigma_S = (1 - \eta) \Gamma_S, \quad (3.41)$$

em que

$$\Gamma_S = \sqrt{\sum_{HKL} S_{HKL} h^H k^K l^L}, \quad (3.42)$$

Na interface do GSAS, os coeficientes da função perfil U, V, W, P, X, Xe, Xs, η e S_{HKL} são representados pelos parâmetros GU, GV, GW, GP, LX, ptec, sfec, eta e os termos Ss, respectivamente.

Também existem dois modelos aplicados para correção da orientação preferencial, um formulado por Dollase and March (1986), dado por

$$P_K = \frac{1}{M_p} \sum_K^{M_p} \left[R_0^2 \cos^2 \alpha_K + \left(\frac{\sin^2 \alpha_K}{R_0} \right) \right]^{-\frac{3}{2}}, \quad (3.43)$$

em que α_K é o ângulo entre o eixo de orientação preferencial e um vetor ortogonal aos planos no espaço recíproco, R_0 é um termo refinável e M_p fator de multiplicidade.

Outro foi implementada por Dreele em 1997, e faz uso de harmônicos esféricos, dada por

$$P_K(h, y) = 1 + \sum_{l=2}^L \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{m=-l}^l \sum_{n=-l}^l C_l^{mn} k_l^m(h) k_l^n(y), \quad (3.44)$$

em que $k_l^m(h)$ e $k_l^n(y)$ são os termos harmônicos, e assumem valores de acordo com as simetrias do cristal e da amostra, respectivamente (LARSON; VON DRELEE, 2004).

Para a correção da radiação de fundo, foram utilizadas duas funções, a primeira função é o polinômio Chebyshev do primeiro tipo, dada por

$$y_{bi} = \sum_{j=1}^N B_j T'_{j-1}, \quad (3.45)$$

em que T'_j é a faixa real de dados usados no cálculo e os valores de B_j são determinados por mínimos quadrados durante o refinamento de Rietveld do padrão de pó.

A segunda função da radiação de fundo foi uma série cosseno de Fourier com um termo constante, dada por

$$y_{bi} = B_1 + \sum_{j=2}^N B_j \cos[P(j-1)], \quad (3.46)$$

em que o P é a posição do detector, B_1 e B_j são termos refináveis.

Vários dados cristalográficos são obtidos após o término do refinamento entre eles está a quantificação das fases cristalinas (LARSON; VON DRELEE, 2004), fornecidos por

$$W_p = \frac{S_p m_p}{\sum_{p=1}^{n_p} S_p m_p}, \quad (3.47)$$

em que S_p é o fator de escala de cada fase e m_p é a massa da cela unitária de cada amostra.

Esta quantificação e também outros dados cristalográficos obtidos pelo refinamento são estatisticamente avaliados pelos índices de qualidade, sendo o primeiro o termo pelo quadrado dado por

$$R_{wp} = \left[\frac{\sum_{i=1}^N w_i (y_i - y_{ci})^2}{\sum_{i=1}^N w_i y_i^2} \right]^{\frac{1}{2}}. \quad (3.48)$$

em que y_i , y_{ci} e $w_i = y_i^{-1}$ são as intensidades observadas, calculadas e a função peso no i -ésimo passo, respectivamente.

O seguinte é o fator de estrutura que relacionado qualidade do ajuste das estruturas propostas, expresso por

$$R_F = \frac{\sum_K \left| \sqrt{I_K^{Obs}} - \sqrt{I_K^{Calc}} \right|}{\sum_K \sqrt{I_K^{Obs}}}. \quad (3.49)$$

em que I_K é a intensidade atribuída à K-ésima reflexão até o fim dos ciclos do refinamento.

O modelo estrutural refinado em função das intensidades e avaliado pelo R de Bragg, dado por

$$R_B = \frac{\sum_K |I_K^{Obs} - I_K^{Calc}|}{\sum_K I_K^{Calc}}. \quad (3.50)$$

A discordância entre o perfil calculado e observado, é dado por

$$R_p = \frac{\sum_{i=1}^N |y_i - y_{ci}|}{\sum_{i=1}^N y_i}. \quad (3.51)$$

E o índice S de convergência, obtido por meio do parâmetro χ^2 cujos valores são fornecidos diretamente na interface do GSAS, e pode ser expresso como

$$S = \frac{R_{wp}}{R_{esp}} = \sqrt{\chi^2}, \quad (3.52)$$

em que R_{esp} é melhor valor possível para o R_{wp} , e pode ser expresso por

$$R_{esp} = \left[\frac{N-P}{\sum_{i=1}^N w_i y_{ci}^2} \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (3.52)$$

em que N é o número de observações e P o número de parâmetros ajustados.

Os valores para todos os índices acima citados devem ser os menores possíveis, para um melhor resultado no refinamento.

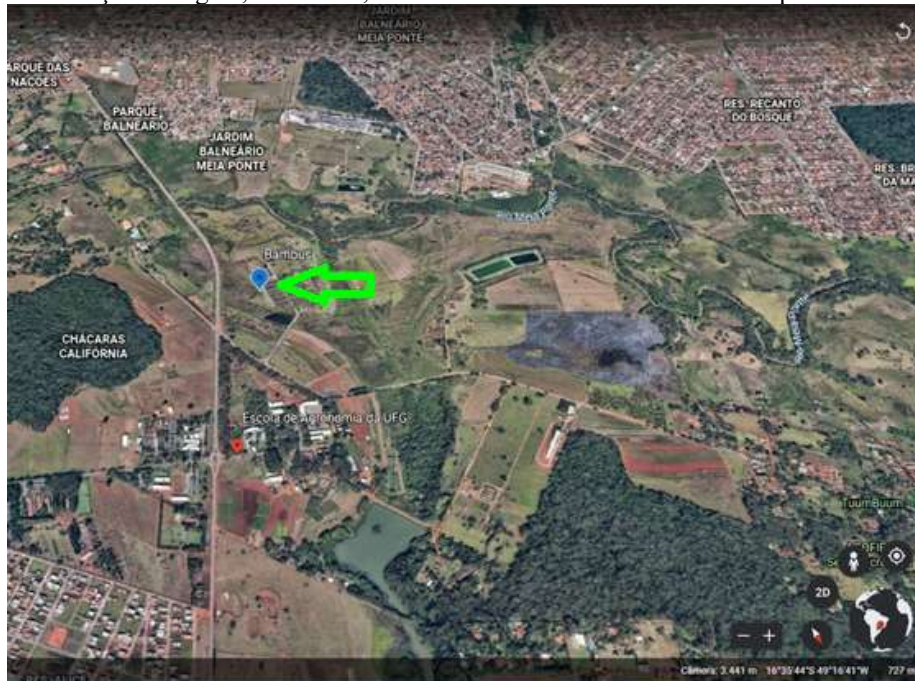
4 MATERIAIS E MÉTODOS

A seguir são apresentadas as principais características das amostras estudadas, a região de coleta do material e também a metodologia empregada para cada técnica aplicada.

4.1 CARACTERÍSTICAS DAS AMOSTRAS ESTUDADAS

Considerando que Gleissolos são solos hidromórficos que apresentam horizonte glei dentro de 150 cm da superfície do solo devido à elevada frequência de inundação e o longo período de saturação por água, consequência de cheias dos cursos de água ou da elevação do lençol freático. Podem ter coloração com tendência às cores acinzentadas, azuladas ou esverdeadas, causadas pela redução do ferro. Sua textura, pode variar de arenosa à argilosa (EMBRAPA, 2006). O solo estudado foi classificado previamente como um Gleissolo com base em aspectos físicos como textura, posição topográfica e regime hídrico. Ele está localizado no campus experimental da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás (UFG) em Goiânia, GO, com coordenadas 16° 35' 44" Sul, 49° 16' 41" Oeste, figura 4.1. Nesta região havia o cultivo de duas espécies de bambus, bambu *Guadua angustifolia* e *Dendrocalamus asper*. Foram feitas coletas de amostras em duas profundidades 0-10 cm e 10-20 cm em torno de cada espécie de bambu em dois períodos 2016 e 2018, como mostrado nos esquemas das figuras 4.2 e 4.3, respectivamente. Nestes esquemas são indicadas as culturas, pontos de coleta, profundidade de cada ponto e as respectivas triplicatas das amostras de TFSA, Areia, Silte e Argila. Vale ressaltar que entre os períodos de coleta ocorreram várias queimadas no local, o que foi também objeto de investigação do presente trabalho.

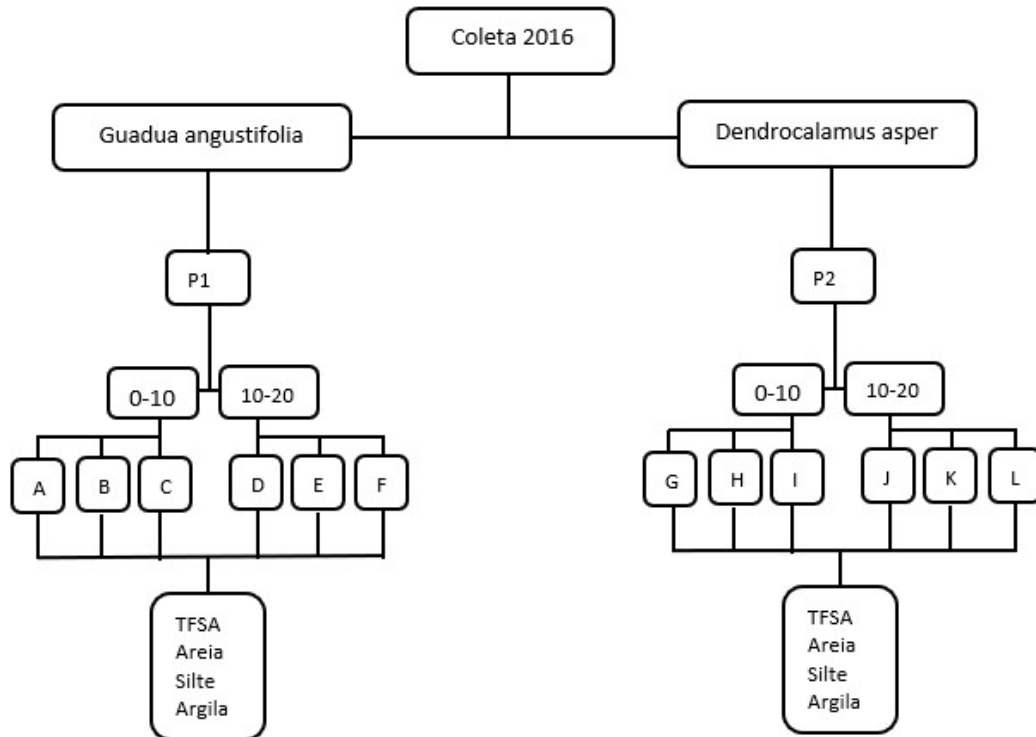
Figura 4. 1 - Localização da região, seta verde, das amostras estudadas coletadas nos períodos de 2016 e 2018.



Fonte: Adaptado de Google Earth (2020).

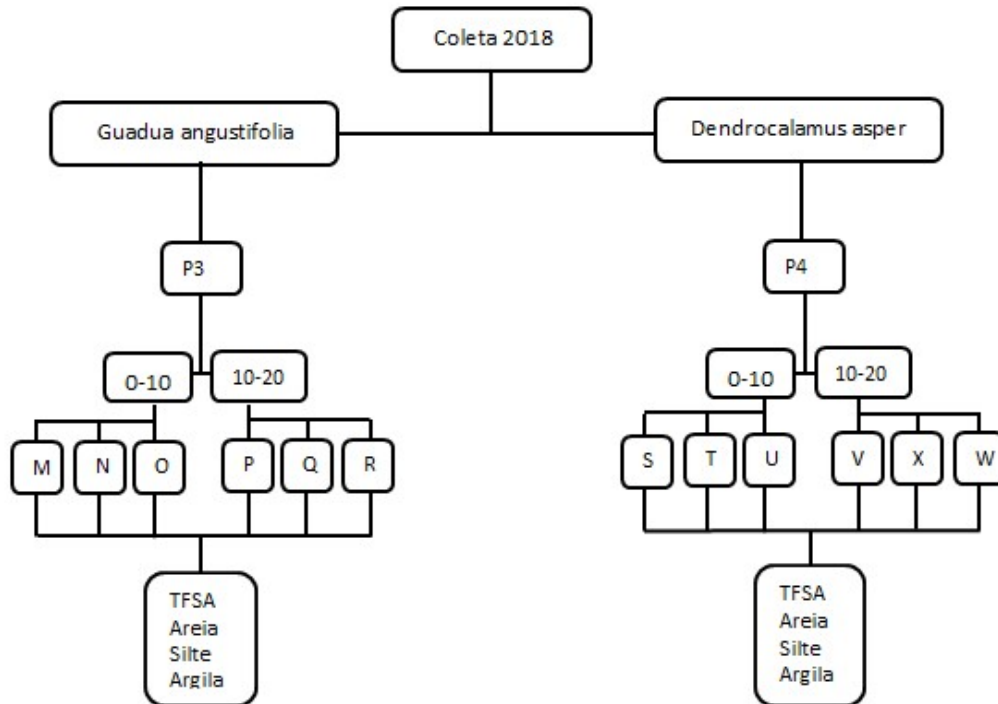
Nota: Informações cedida pela pesquisadora Vladia Correchel.

Figura 4. 2- Esquema das amostras obtidas a partir de um Gleissolo coletado em 2016, com cultura de bambu *Guadua angustifolia* e *Dendrocalamus asper*.



Fonte: O autor.

Figura 4. 3 - Esquema das amostras obtidas a partir de um Gleissolo coletado em 2018, com cultura de bambu *Guadua angustifolia* e *Dendrocalamus asper*.



Fonte: O autor.

4.2 DENSIDADE DE PARTÍCULA

Foram feitas medidas do volume de 80 g da TFSA em triplicata das profundidades de 0-10cm e 10-20 cm, amostras de A a W, utilizando o Multipicnômetro MVP-D160-E, Quantachrome Instruments, pertencente ao Laboratório de Caracterização Físico-Química do Grupo de Pesquisa em Materiais Estruturais e Funcionais da UEPG, mostrado na figura 4.4.

Figura 4. 4 - Picnômetro utilizado para obter a densidade de partícula.



Fonte: O autor.

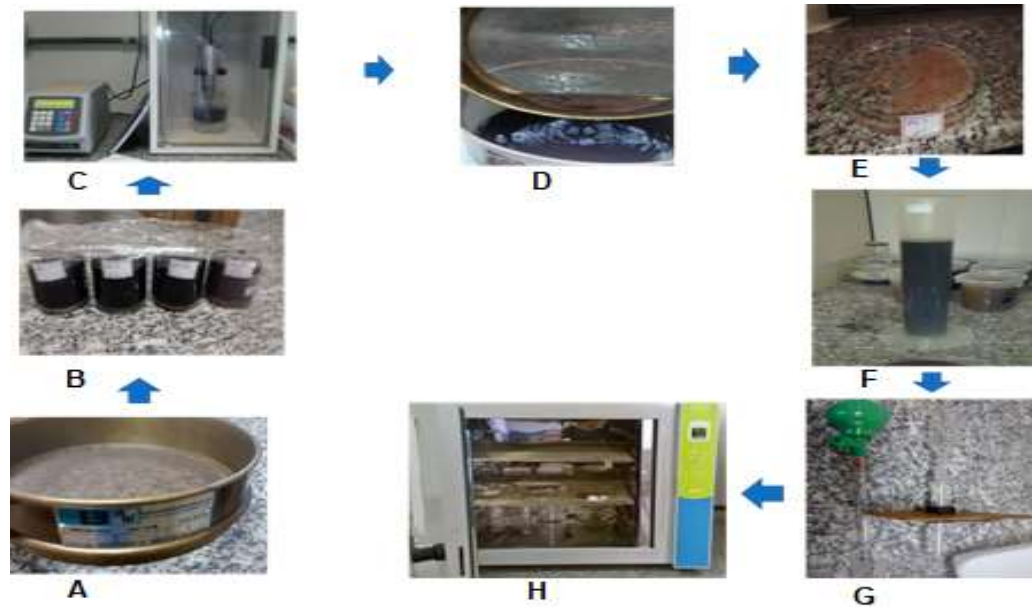
Para determinar o volume V_p da amostra foi utilizada a equação 3.8 deduzida na seção 3.1. Necessitando obter os valores da pressão inicial P1 e final P2, as quais eram registradas no transdutor digital mostrado na figura 4.3.

Para cada amostra, de mesma massa, foram realizadas dez medidas de seu volume. Para cada volume determinado da respectiva amostra se obteve valor de densidade. Para melhor aproximação, foi calculada a média dos dez valores encontrados de densidades, utilizando para o cálculo da densidade a equação 3.9 da seção 3.1. Para cada conjunto de triplicatas de cada ponto e profundidade foi determinado a densidade média e desvios.

4.3 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

O método empregado para obter a textura do solo foi o método da pipeta (FERREIRA, 2010; DONAGEMMA et al., 2017), o qual se baseia em separar as partículas menores que 2 mm consideradas como TFSA, como mostra a figura 4.5A. Em seguida, adicionou-se um composto para auxiliar na dispersão das partículas, neste caso utilizou-se 10 mL de NaOH, 100 mL de água destilada e 20 g de amostra que foram agitados com bastão de vidro e deixados em repouso por 24 horas, figura 4.5B. Após 24 horas, utilizou-se um agitador ultrassônico por 5 minutos para melhorar a dispersão, figura 4.5C, esta dispersão foi peneirada em malha 53 μm com auxílio de no máximo um litro de água, retendo assim a fração areia e deixando passar a fração silte e argila juntas, figura 4.5D. A areia retida foi colocada em uma placa de Petri, figura 4.5E, e levada para estufa para secar, que após a secagem foi pesada e forneceu de forma direta a massa da areia na TFSA. A dispersão restante foi completada até preencher uma proveta de um 1 L, figura 4.5F. Esta dispersão foi agitada e deixada em repouso até o tempo necessário de sedimentação das partículas de tamanho desejado, isto é, tempo de queda de uma da partícula imersa em um fluido, neste caso água destilada, calculado usando a lei de Stokes dada pela equação 3.17, deduzida na seção 3.2. Após o tempo de espera de sedimentação das partículas de tamanho desejado, 50 mL de suspensão foi coletada com auxílio de uma pipeta, a qual deveria conter apenas partículas da fração argila de diâmetro menores que 2 μm , figura 4.5G, e levada para secar na estufa figura 4.5H.

Figura 4. 5 - Etapas da análise granulométrica.



Fonte: O autor.

Para obter as porcentagens das frações argila, e silte são utilizadas as equações a seguir conforme (FERREIRA, 2010; DONAGEMMA et al., 2017),

$$T_{\text{areia}} = (m_{\text{areia}}) \times 5, \quad (4.1)$$

$$T_{\text{argila}} = (m_{\text{argila}} + m_{\text{dispersante}} - m_{\text{dispersante}}) \times 20, \quad (4.2)$$

$$T_{\text{silte}} = 100 - T_{\text{argila}} - T_{\text{areia}}. \quad (4.3)$$

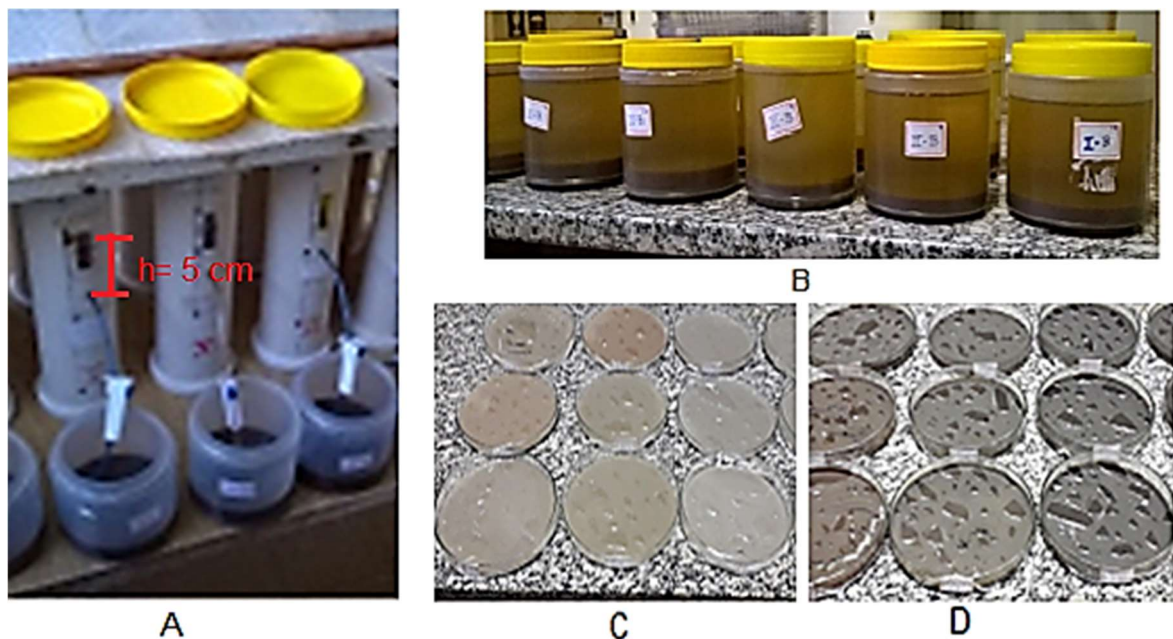
O resultado dos teores dessas frações fornece uma das propriedades físicas do solo que é a sua textura.

4.4 FRACIONAMENTO FÍSICO

O processo de fracionamento é utilizado com objetivo de obtenção de maiores quantidades das frações granulométricas separadas. O processo e os princípios envolvidos são os mesmos na análise textural, diferindo apenas na quantidade de suspensão coletada, passando de 50 mL para 200 mL por coleta, o que implicou em um intervalo maior entre as coletas, pois a altura de queda h aumenta de 1,6 cm para 5 cm, no caso do dispositivo usado no trabalho, como mostrado na figura 4.6A. Após três coletas de suspensão, aproximadamente 600 mL, foi

adicionado 5 mL flocculante CaCl_2 , na concentração de 1mol/L, figura 4.6B. Este o procedimento foi repetido até que a suspensão estivesse transparente, ou seja, com a menor quantidade de amostra possível. Após a decantação da argila, foi retirado o excesso de água e levado para secagem na estufa a 40 °C. Após a separação e coleta da fração argila, nos tubos restaram apenas a fração silte, dos quais foram também retirados os excessos de água e levados para secagem na estufa.

Figura 4. 6 - Procedimento para o fracionamento físico, A tubos de pvc utilizados para agitar a solução contendo argila e silte, B Argila coletada e com adição de flocculante, C silte após secagem e D argila após secagem.



Fonte: O autor.

4.5 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO DE COMPRIMENTO DE ONDA E DISPERSÃO DE ENERGIA

As frações areia, silte e argila e TFSA das amostras de A a W totalizaram 96 amostras, foram maceradas e peneiradas em malha de 45 μm , então analisadas pelas técnicas de EDS e WDS.

Para a análise por EDS, o equipamento utilizado foi o Espectrômetro de Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia EDX-720, Shimadzu, pertencente ao Grupo FASCA – Depto. Física – UEPG, e as análises foram com as amostras em forma de pó, em atmosfera de Ar, e no modo semiquantitativo.

Para análise por WDS, o equipamento utilizado foi ZSX Primus II, Rigaku, no C-La-bmu – UEPG, e as análises foram em amostras em forma de pastilhas, em que 0,5 g de amostra

em pó foram prensadas e, quando necessário, foi feita a adição de H_3BO_3 como ligante nas proporções variando de 1:5 e 2:5, também no modo semiquantitativo.

Os valores percentuais dos elementos presentes para ambas as técnicas são mostrados posteriormente nos resultados, sendo que os valores médios são relativos à triplicata de cada profundidade, por exemplo, para a profundidade 0 -10 cm foram feitas médias das amostras A, B e C tanto para TFSA quanto para as frações areia, silte e argila. Também foram considerados somente valores acima de 1 %.

4.6 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER

Foram feitas pastilhas da TFSA, Areia, Silte e Argila, das amostras de A a W, preparadas com 2 mg de amostra com 100 mg de KBr, prensadas a 60 kN durante 1 minuto. E analisadas pelo equipamento IRPrestige-21 DRS-800, Shimadzu, As medidas foram feitas no modo absorvância, na resolução de 2 cm^{-1} , 128 varreduras no intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} . As intensidades, picos e bandas de absorção foram comparadas com os espectros de minerais apresentados na literatura (GADSDEN, 1975).

4.7 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Pelo método do pó, foram analisadas a TFSA, areia, silte e argila das amostras A, G, M e S de profundidade 0 - 10 cm, e das amostras D, J, P, e V de profundidade 0 - 20 cm. As medidas foram realizadas em um difratômetro Ultima IV, Rigaku, localizado no C-Labmu – UEPG, no modo passo a passo, com passo em 2θ de $0,02^\circ$, velocidade de 5 segundos/passo, na extensão 2θ de 3° a 100° e fenda de divergência horizontal 10 mm, de divergência $1,0^\circ$, espalhamento $1,0^\circ$ e recepção 0,15 mm, com radiação de $CuK\alpha$, tensão de 40 kV e corrente de 30 mA. As intensidades dos picos mais intensos presente nos difratogramas obtidos de cada amostra foram comparados com as intensidades de difratogramas de minerais fornecidos na literatura por meio do banco de dados Mineralogy Database (2021). O método de comparação foi por meio dos três picos mais intensos de cada mineral.

4.8 MÉTODO DE RIETVELD

Foram realizados os refinamentos por MR-DRX da TFSA, areia, silte e argila das amostras A, D, G e J, da coleta de 2016, empregando duas funções diferentes para a radiação

de fundo, dadas pelas equações 3.45 e 3.46, descritas na seção 3.7, utilizando os softwares GSAS desenvolvido por Larson e Drelee (2004) e a interface gráfica ExpGUI desenvolvido por Toby (2001), com os dados experimentais, difratogramas, ou perfil observado, de cada amostra, minerais, que foram identificados previamente com auxílio das técnicas de WDS, EDS, FTIR e DRX, quadro 4.1 e seus respectivos CIFs utilizados:

Caulinita (BISH; VON DRELLE, 1989),

Montmorilonita (VIANI; GUALTIERI; ARTIOLI, 2002),

Quartzo (ANTAO et al., 2008),

Goethita (GUALTIERI; VENTURELLI, 1999),

Rútilo (SWOPE; SMYTH; LARSON, 1995),

Calcita (GRAF, 1961),

Gibbsita (BALAN et al., 2006),

Anatásio (HORN; SCHWERDTFEGER; MEAGHER, 1972)

e Ilmenita (WECHSLER; PREWITT, 1984).

Quadro 4.1- Dados cristalográficos dos minerais utilizados como partida para o refinamento pelo método de Rietveld.

(continua)			
Mineral	Fórmula	Cela unitária	Grupo espacial
Caulinita	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	Triclínica a = 5.14, b = 8.93, c = 7.37 $\alpha = 91.8^\circ$, $\beta = 104.5^\circ$, $\gamma = 90.016^\circ$	C 1
Rútilo	TiO_2	Tetragonal a = b = 4,594, c = 2,958 $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	P 4/mmm
Montmorilonita	$\text{Na}_{0.2}\text{Ca}_{0.1}\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_{10}$	Monoclínica a = 5.17, b = 8.94, c = 9,95 $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 99,9^\circ$	C 2/ m
Anatásio	TiO_2	Tetragonal a = b = 3,793, c = 9,51 $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	I 4 ₁ /amd
Quartzo	SiO_2	Hexagonal a = b = 4,913, c = 5,40 $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$	P 3 ₁ 21, P 3 ₂ 2
Goethita	$\text{FeO}(\text{OH})$	Ortorrômico a = 4,596, b = 9,957, c = 3,021 $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Pbnm

Quadro 4.1- Dados cristalográficos dos minerais utilizados como partida para o refinamento pelo método de Rietveld.

(conclusão)

Mineral	Fórmula	Cela unitária	Grupo espacial
Calcita	CaCO ₃	Hexagonal a = b = 4,989, c = 17,062 $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	R $\bar{3}c$
Ilmenita	FeTiO ₃	Trigonal a = b = 5,093, c = 14,06 $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	R $\bar{3}$
Gibbsita	Al(OH) ₃	Monoclínico a = 8,641, b = 5,07, c = 9,719 $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	P 2 ₁ /n

Fonte: Mineralogy Database (2021).

De forma geral, os parâmetros refinados para todas as amostras foram, fator de escala, parâmetros de rede, coordenadas atômicas, deslocamento térmico, rugosidade, absorção, termos da função perfil GW, GP, LX, ptec, sfec, eta e os termos Ss, radiação de fundo e orientação preferencial. E seguidos alguns passos para os refinamentos, conforme o protocolo descrito na sequência, com algumas variações.

- I. Adição dos dados de DRX, instrumental e CIF;
- II. Refinamento dos fatores de escala Sp individuais;
- III. Refinamento dos parâmetros da função perfil ϕ : *GW, GP, LX, ptec, shft e trns*;
- IV. Refinamento dos parâmetros de rede, *refine cell* : a, b, c, α , β e γ ;
- V. Refinamento das posições atômicas X, com exceção dos átomos de H e O;
- VI. Refinamento do fator de deslocamento atômico U;
- VII. Refinamento do fator de rugosidade;
- VIII. Refinamento do fator de absorção;
- IX. Refinamento do fator de escala Sp geral;
- X. Refinamento da radiação de fundo y_{bi} ;
- XI. Refinamento da orientação preferencial utilizando a função March-Dollase;
- XII. Refinamento da orientação preferencial por harmônicos esféricos.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Serão apresentados a seguir os resultados, das densidades, análise textural, análise elementar, composição e quantificação mineralógica.

5.1 DENSIDADE DE PARTÍCULA

Nas tabelas 5.1 e 5.2, são apresentados os resultados das densidades de partícula dos solos coletados em 2016 e 2018 respectivamente, obtidas pela técnica de picnometria a gás.

Tabela 5. 1- Densidade de partícula obtida com Picnômetro a Gás Hélio para o Gleissolo, coletado em 2016, com vegetação de bambu *Guadua angustifolia* (P1) e *Dendrocalamus asper* (P2).

Ponto	Profundidade (cm)	Amostras	Densidade (g/cm ³)	Densidade média (g/cm ³)
P1	0 -10	TFSA-A	2,516(3)	2,49(2)
		TFSA-B	2,477(3)	
		TFSA-C	2,489(3)	
	10 -20	TFSA-D	2,538(3)	2,50(3)
		TFSA-E	2,501(6)	
		TFSA-F	2,458(4)	
P2	0 -10	TFSA-G	2,482(6)	2,49(0)
		TFSA-H	2,487(5)	
		TFSA-I	2,490(2)	
	10 - 20	TFSA-J	2,512(6)	2,51(0)
		TFSA-K	2,494(6)	
		TFSA-L	2,517(4)	

Fonte: O autor.

Nota: Os desvios, entre parênteses, se aplicam à última casa decimal.

Tabela 5. 2- Densidade de partícula obtida com Picnômetro a Gás Hélio para o Gleissolo, coletado em 2018, com vegetação de *Guadua angustifolia* (P3) e *Dendrocalamus asper* (P4).

Ponto	Profundidade (cm)	Amostras	Densidade (g/cm ³)	Densidade média (g/cm ³)
P3	0-10	TFSA-M	2,595(7)	2,60(0)
		TFSA-N	2,604(3)	
		TFSA-O	2,610(4)	
	10- 20	TFSA-P	2,613(5)	2,61(1)
		TFSA-Q	2,622(7)	
		TFSA-R	2,601(1)	
P4	0-10	TFSA-S	2,500(7)	2,53(4)
		TFSA-T	2,529(8)	
		TFSA-U	2,584(6)	
	10- 20	TFSA-V	2,55(1)	2,54(1)
		TFSA-X	2,53(1)	
		TFSA-W	2,555(8)	

Fonte: O autor.

Nota: Os desvios, entre parênteses, se aplicam à última casa decimal.

Os resultados de densidade da coleta de 2016 apresentaram média para a profundidade de 0-10 cm de 2,49 g/cm³ e para 10-20 cm de 2,50 g/cm³, e tendência de aumento com a profundidade. Tanto do solo com vegetação de bambu *Guadua angustifolia* como com *Dendrocalamus asper*. No entanto, não houve variação significativa devido aos diferentes cultivos de bambu.

As densidades dos solos coletados em 2018 apresentaram média para a profundidade de 0 – 10 cm do solo com vegetação de *Guadua angustifolia* de 2,60 g/cm³ e na profundidade de 10 -20 g/cm³ de 2,61 g/cm³. Por outro lado, o solo com vegetação de *Dendrocalamus asper* apresentou uma de densidade de 2,53 g/cm³ na profundidade de 0 – 10 cm e 2,54 g/cm³ na profundidade de 10 – 20 cm, foi possível observar a mesma tendência do aumento da densidade com a profundidade, mas diferente da coleta de 2016, houve variação entre os diferentes tipos de vegetação, o solo com vegetação de *Guadua angustifolia* apresentou maior densidade que o solo com vegetação de *Dendrocalamus asper*.

Outro aspecto que deve ser ressaltado é que houve um aumento da densidade de forma geral entre os períodos de coleta. Isso pode ser atribuído ao fato de que ao longo desse intervalo entre as coletas ocorreram várias queimadas no local, o que pode ter diminuído a vegetação subterrânea, a qual faz com que o solo tenha uma menor densidade média (SOUZA JÚNIOR, V.S et al, 2001).

Os resultados das densidades dos Gleissolos, tanto da coleta de 2016 quanto de 2018, foram semelhantes aos encontrados por Souza Júnior et al. (2001) e Guimaraes et al. (2013), em que foram analisados diferentes tipos de Gleissolos.

5.2 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

A seguir são apresentados os resultados das médias das repetições das texturas obtidas pela análise granulométrica, utilizando o método da pipeta, em que os dados das tabelas 5.3 e 5.4, são dados das coletas de 2016 e 2018, respectivamente.

Tabela 5. 3- Análise granulométrica Gleissolo, coletado em 2016, com vegetação de Bambu *Guadua angustifolia* (P1) e *Dendrocalamus asper* (P2).

Ponto	Amostra	Profundidade (cm)	Argila (%)	Areia (%)	Silte (%)	Classe Textural
P1	TFSA-ABC	0 – 10	22(7)	42,1(2)	35,4(2)	Franco
	TFSA-DEF	10 – 20	24,8(7)	42,9(7)	32,4(1)	Franco
P2	TFSA-GHI	0 – 10	24,4(3)	45,5(1)	30,1(2)	Franco
	TFSA-JKL	10 – 20	23,1(9)	46,0(5)	31,0(7)	Franco

Fonte: O autor.

Nota: Os desvios, entre parênteses, se aplicam à última casa decimal.

Tabela 5. 4- Análise granulométrica Gleissolo, coletado em 2018, com vegetação de Bambu *Guadua angustifolia* (P3) e *Dendrocalamus asper* (P4).

Ponto	Amostra	Profundidade (cm)	Argila (%)	Areia (%)	Silte (%)	Classe Textural
P3	TFSA-MNO	0 – 10	21(1)	53,9(1)	25,2(3)	Franco argilo arenoso
	TFSA-PQR	10 – 20	21,7(9)	51,4(5)	26,9(6)	Franco argilo arenoso
P4	TFSA-STU	0 – 10	21,4(2)	49,9(2)	28,8(1)	Franco
	TFSA-VXW	10 – 20	24,2(3)	47,8(7)	28(2)	Franco

Fonte: O autor.

Nota: Os desvios, entre parênteses, se aplicam à última casa decimal.

Embora a literatura apresente uma tendência no aumento de argila com a profundidade (VELBE, 1994), tanto as amostras coletas em 2016 quanto as de 2018 não apresentaram variações significativas nas profundidades estudadas.

Contudo ocorreu redução de silte e argila entre os períodos de coleta, um fator que pode explicar a redução de argila e silte na coleta de 2018 pode ser atribuído a redução de matéria orgânica devido as constantes queimadas, uma vez que a matéria orgânica auxilia na decomposição dos minerais primários (KER, 2012), essa decomposição contribuiria para a formação de minerais que compõem a fração silte e argila. Outro fator que se relaciona ao anterior, seria a facilidade com que as partículas menores como argilas e silte possuem de ser deslocadas e infiltradas no solo por meios aquosos (VELBE, 1992).

Os solos coletados em 2016 foram classificados como Franco, com média de 24 % de argila, 44 % areia e 32 % de silte. E os coletados em 2018 foram classificados como Franco a Franco-argilo-arenoso, com média de 22 % argila, 50 % areia e 28 % silte. Para a classificação utilizou-se o diagrama textural apresentado na seção 2.1.2. As classificações encontradas foram semelhantes as apresentadas por Melo (2006) para um Gleissolo Háplico Tb distrófico.

5.3 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO DE COMPRIMENTO DE ONDA E DISPERSÃO DE ENERGIA

Os resultados da composição elementar por fluorescência de raios X pela técnica WDS são apresentados a seguir, nas tabelas 5.5 e 5.6 das coletas de 2016 e 2018, respectivamente. Da mesma forma, as tabelas 5.7 e 5.8 apresentam os dados pela técnica de EDS, coletas de 2016 e 2018, respectivamente.

Tabela 5. 5- Dados de WDS, Gleissolo coletado em 2016, com vegetação de bambu *Guadua angustifolia* (P1) e *Dendrocalamus asper* (P2).

Ponto	Profundidade	Amostra	Elemento (%)							
			Si	Al	Fe	Ti	Ca	K	Cl	Na
P1	0 -10	TFSA-ABC	59(1)	18,9(7)	10(2)	8,5(1)	0,5(2)	0,8(1)	-	0,04(7)
		Areia-ABC	70(3)	2,2(1)	12(1)	15(2)	0,14(3)	0,4(1)	-	0,2(2)
		Silte-ABC	76(2)	4,8(4)	7(1)	9,6(4)	0,405(3)	1,1(1)	-	-
		Argila-ABC	42(3)	29,7(6)	12(2)	4,1(2)	6,0(6)	0,45(5)	3(1)	1,0(1)
	10 - 20	TFSA-DEF	60(2)	19(1)	10(1)	8,2(2)	0,39(5)	0,74(6)	-	-
		Areia-DEF	71(2)	2,4(2)	12(2)	13,8(6)	0,16(3)	0,42(5)	-	0,1(2)
		Silte-DEF	75,5(6)	4,5(2)	6,7(9)	10,9(3)	0,39(6)	1,097(6)	-	-
		Argila-DEF	43,2(3)	30,5(6)	12(1)	4,0(3)	6,2(8)	0,52(3)	1,8(7)	0,5(3)
P2	0 -10	TFSA-GHI	58,4(3)	19,4(1)	11,1(1)	8,0(4)	0,51(2)	0,7(1)	-	-
		Areia-GHI	70,4(1)	2,4(3)	12,5(4)	12,8(2)	0,17(2)	0,51(9)	0,02(4)	0,2(2)
		Silte-GHI	75,5(6)	4,7(2)	7,0(2)	10,2(5)	0,41(3)	1,09(2)	-	0,05(9)
		Argila-GHI	42,2(5)	29,6(3)	13,0(2)	3,5(3)	6,6(4)	0,40(5)	2,6(7)	0,6(3)
	10 - 20	TFSA-JKL	58,1(2)	19,8(1)	11,6(1)	7,8(4)	0,48(4)	0,74(7)	-	0,03(5)
		Areia-JKL	71(1)	2,0(2)	11,2(5)	13,8(7)	0,10(9)	0,552(7)	-	0,1(1)
		Silte-JKL	74(1)	5,5(4)	7,2(2)	10,3(4)	0,36(2)	1,31(9)	-	0,051(9)
		Argila-JKL	42,2(4)	30,4(4)	13,5(2)	4,14(9)	5,9(2)	0,41(2)	1,51(3)	0,3(2)

Fonte: O autor.

Nota: Os desvios, entre parênteses, se aplicam à última casa decimal.

Tabela 5. 6- Dados de WDS, Gleissolo, coletado em 2018, com vegetação de bambu *Guadua angustifolia* (P3) e *Dendrocalamus asper* (P4).

Ponto	Profundidade	Amostra	Elemento (%)							
			Si	Al	Fe	Ti	Ca	K	Cl	Na
P3	0 -10	TFSA-MNO	55(5)	18(3)	15(3)	9,0(8)	0,50(5)	0,8(1)	-	-
		Areia-MNO	70,0(9)	2,1(1)	12,5(7)	13,9(1)	0,14(1)	0,42(3)	-	0,1(1)
		Silte-MNO	69(2)	4,9(8)	10(1)	12,5(6)	0,40(7)	1,24(8)	0,1(1)	-
		Argila-MNO	34,0(6)	28,7(5)	18,3(5)	3,7(2)	8,2(5)	0,37(3)	5,2(4)	0,1(1)
	10 - 20	TFSA-PQR	56(6)	18(4)	14(3)	9(1)	0,37(8)	0,790(5)	0,02(3)	0,03(5)
		Areia PQR	70(3)	2(1)	12(2)	14,6(9)	0,12(2)	0,57(5)	-	0,05(2)
		Silte PQR	68(3)	5(2)	10(2)	14(1)	0,34(3)	1,23(8)	0,1(1)	0,05(8)
		Argila PQR	36(2)	27(2)	15(3)	4,2(4)	10(2)	0,38(4)	5,8(6)	0,2(1)
P4	0 -10	TFSA-STU	60(2)	17(2)	11,4(1)	8,8(7)	0,55(8)	0,78(8)	-	-
		Areia-STU	70(4)	2,0(1)	12(1)	15(2)	0,16(2)	0,51(6)	-	0,25(1)
		Silte-STU	72,4(6)	4,4(6)	8,3(6)	12(1)	0,5(1)	1,25(6)	0,1(1)	0,1(2)
		Argila-STU	39,0(2)	27,3(1)	13,3(4)	4,0(2)	8,9(4)	0,37(4)	5,50(3)	0,1(1)
	10 - 20	TFSA-VXW	59,1(8)	19(1)	10,7(5)	8,8(7)	0,39(6)	0,67(3)	-	-
		Areia-VXW	72(2)	1,9(1)	11,1(4)	13,8(7)	0,12(3)	0,6(1)	-	0,1(1)
		Silte-VXW	73(1)	4,6(5)	7,5(4)	13(1)	0,36(7)	1,12(8)	-	0,1(1)
		Argila VXW	39,5(3)	28,1(5)	12,5(6)	4,1(2)	8,5(5)	0,37(3)	5,5(3)	0,14(4)

Fonte: O autor.

Nota: Os desvios, entre parênteses, se aplicam à última casa decimal.

Tabela 5. 7- Dados de EDS, Gleissolo coletado em 2016, com vegetação de bambu *Guadua angustifolia* (P1) e *Dendrocalamus asper* (P2).

Ponto	Profundidade	Amostra	Elemento (%)							
			Si	Al	Fe	Ti	Ca	K	Cl	Na
P1	0 - 10	TFSA-ABC	58,2(8)	25,1(7)	8(1)	6,9(6)	0,2(2)	0,4(1)	-	-
		Areia-ABC	72(2)	3(5)	11(2)	13(2)	0,18(3)	0,25(2)	-	-
		Silte-ABC	75(1)	9(1)	5(1)	8,7(5)	0,30(2)	0,6(5)	-	-
		Argila-ABC	43(2)	37,6(1)	9(1)	3,3(3)	5,0(6)	0,38(2)	-	-
	10 - 20	TFSA-DEF	57,6(9)	25,9(9)	8(1)	6,9(1)	0,29(5)	0,6(1)	-	-
		Areia-DEF	71(3)	6(5)	10(2)	12,0(1)	0,16(3)	0,15(3)	-	-
		Silte-DEF	75(1)	8,9(3)	5,1(5)	8,7(5)	0,2(2)	0,5(5)	-	-
		Argila-DEF	43,5(3)	37,3(4)	9(1)	3,6(5)	5,3(7)	0,37(3)	-	-
P2	0 - 10	TFSA-GHI	57(1)	25(2)	8,8(3)	6,7(4)	0,43(5)	0,57(2)	-	-
		Areia-GHI	71(2)	3(5)	12(2)	13(2)	0,3(1)	0,2(1)	-	-
		Silte-GHI	73,3(3)	11,1(8)	5,3(3)	8,4(3)	0,30(1)	0,80(2)	-	-
		Argila-GHI	42,0(4)	38,0(3)	9,9(5)	2,9(2)	5,3(2)	0,31(2)	-	-
	10 - 20	TFSA-JKL	57,1(8)	26(2)	8,6(3)	6,4(2)	0(0)	0,50(4)	-	-
		Areia-JKL	73(2)	2(4)	11(1)	12,6(8)	0,1(1)	0,3(1)	-	-
		Silte-JKL	73(2)	11,7(9)	5,3(1)	8,2(1)	0,1(1)	0,3(4)	-	-
		Argila-JKL	42,3(3)	38(1)	10(1)	2,6(3)	4,4(9)	0,27(5)	-	-

Fonte: O autor.

Nota: Os desvios, entre parênteses, se aplicam à última casa decimal.

Tabela 5. 8- Dados de EDS, Gleissolo coletado em 2018, com vegetação de bambu *Guadua angustifolia* (P3) e *Dendrocalamus asper* (P4).

Ponto	Profundidade	Amostra	Elemento (%)							
			Si	Al	Fe	Ti	Ca	K	Cl	Na
P3	0 - 10	TFSA-MNO	52(6)	27(4)	12(3)	7,1(9)	0,2(2)	0,5(1)	-	-
		Areia-MNO	69(2)	6(5)	11(1)	12(2)	0,1(1)	0,3(1)	-	-
		Silte-MNO	67(2)	12(1)	8(1)	10,5(4)	0,2(2)	0,6(5)	-	-
		Argila-MNO	35,8(7)	39(2)	14,4(4)	2,9(2)	6,6(4)	0,30(2)	-	-
	10 - 20	TFSA-PQR	53(5)	28(3)	10(3)	7,0(9)	0,28(5)	0,52(6)	-	-
		Areia PQR	69(3)	8(2)	10(2)	12,0(5)	0,09(9)	0,57(5)	-	-
		Silte PQR	67(5)	12(5)	8(1)	11(2)	0,28(5)	0,60(5)	-	-
		Argila PQR	39(3)	36(2)	13(3)	3,3(4)	8(1)	0,292(5)	-	-
P4	0 - 10	TFSA-STU	57(2)	26(1)	8,6(6)	7,0(8)	0,3(3)	0,53(6)	-	-
		Areia-STU	69(2)	8(1)	10(3)	12(1)	0,10(9)	0,39(4)	-	-
		Silte-STU	69,9(8)	11(0)	6,4(3)	10,4(6)	0,41(9)	0,90(4)	-	-
		Argila-STU	42(2)	34(1)	11,1(3)	3,37(6)	7,5(2)	0,31(4)	-	-
	10 - 20	TFSA-VXW	55,4(2)	27(1)	8,3(6)	6,5(6)	0,2(2)	0,53(7)	-	-
		Areia-VXW	72(3)	5(5)	9(2)	12(1)	0,04(7)	0,2(2)	-	-
		Silte-VXW	71,2(6)	10(2)	6,1(8)	10(1)	0,32(4)	0,85(4)	-	-
		Argila-VXW	41,5(5)	37(1)	9,7(9)	3,0(3)	7,0(4)	0,27(2)	-	-

Fonte: O autor.

Nota: Os desvios, entre parênteses, se aplicam à última casa decimal.

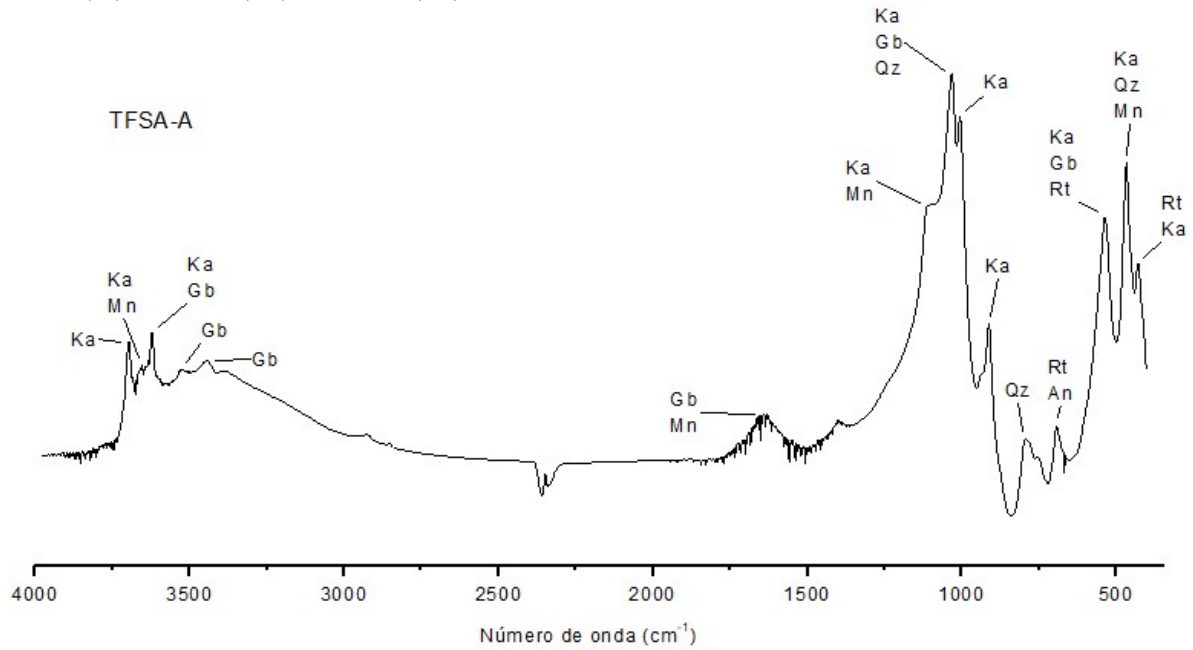
Os resultados de fluorescência por WDS dos solos coletados em 2016 e 2018 apresentaram a predominância dos elementos em ordem decrescente de Si, Al, Fe e Ti constituindo de aproximadamente 97% do total, não foram verificadas variações expressivas da quantidade de elementos em relação a profundidade, aos diferentes cultivos de bambus ou entre os intervalos de coleta. Outro dado a ser destacado é a diminuição de Si na fração argila, sendo isso devido a composição predominante de quartzo na fração areia e silte, uma vez que o quartzo é constituído por silício. No entanto, a proporção de Si e Al na argila ficaram próximas, o que será discutido com os resultados do refinamento. Em todas as frações de argila foram identificados a presença elevada dos elementos Ca, Cl e Na, em que a maioria do Ca e Cl pode ser atribuída ao floculante CaCl_2 , uma vez que apenas nesta fração foi adicionado à solução floculante, analogamente, parte do Na presente nas frações, areia, silte e argila pode deve ser atribuído ao dispersante NaOH, entretanto, a análise da TFSA foi realizada sem adição do dispersante.

Os resultados de fluorescência por EDS apresentaram as mesmas tendências observadas por WDS, contudo, os valores de Fe e Ti foram menores, enquanto que os do Al aumentaram. Além disso, a presença de Cl e Na não foi detectada por EDS, o que pode estar relacionado à calibração e ao limite de detecção do aparelho.

5.4 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER

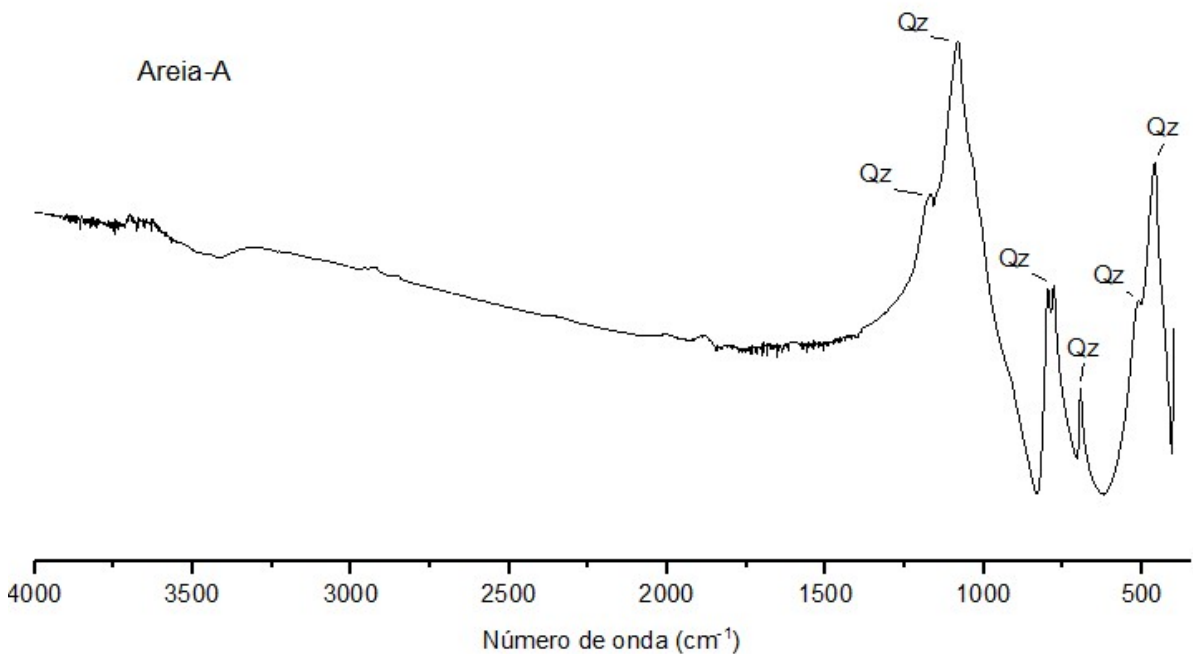
Os minerais identificados tanto na TFSA quanto na fração argila foram caulinita, gibbsita e montmorillonita, entre $3750\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$ e $1200\text{-}400\text{ cm}^{-1}$, outros como rutilo, anatásio e quartzo apenas em $1200\text{-}400\text{ cm}^{-1}$. Nas frações areia e silte as bandas de quartzo entre $1200\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ se destacaram, no entanto, em algumas amostras da fração silte foi possível notar com menos intensidade bandas de absorção entre $3750\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$ correspondentes aos minerais caulinita, gibbsita, montmorillonita. Estes resultados estão destacados nas figuras 5.1 a 5.4 da coleta de 2016, que traz os espectros de FTIR da amostra A, e nas figuras 5.5 a 5.8 da coleta de 2018, que traz os espectros de FTIR da amostra M. Apenas estas análises são apresentadas em destaque devido ao fato da semelhança entre os espectros de FTIR das demais amostras analisadas, as quais se encontram no apêndice A.

Figura 5. 1 - Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra TFSA-A de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2016. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An) e Gibbsita (Gb).



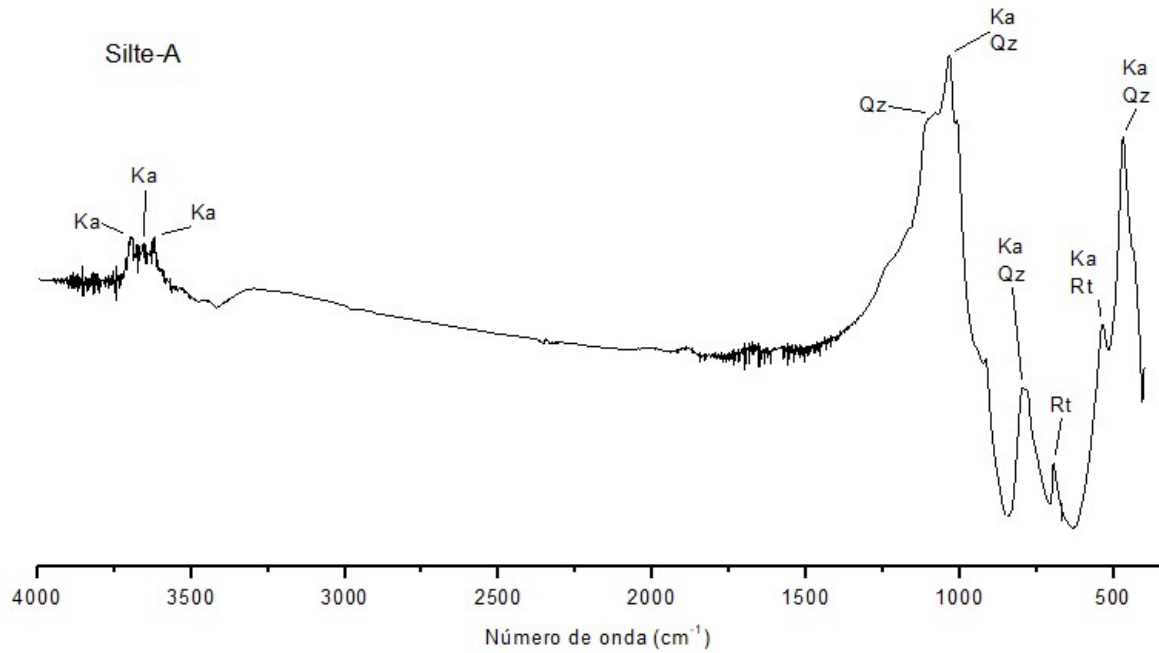
Fonte: O autor.

Figura 5. 2 - Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra areia-A, de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia* coletado em 2016. Quartzo (Qz).



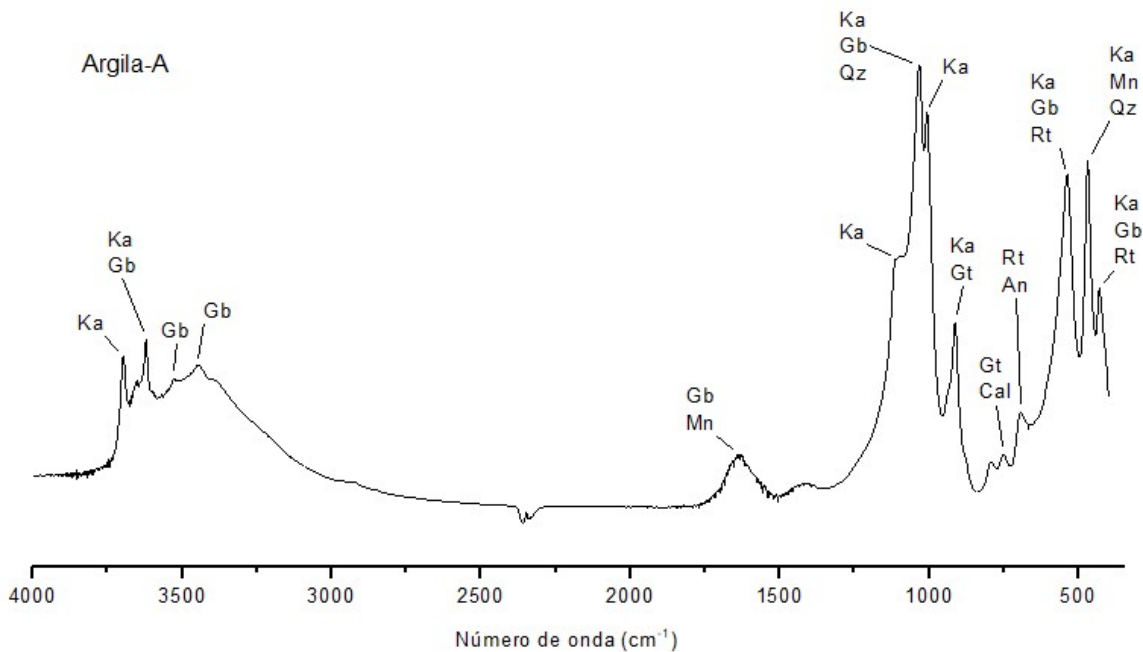
Fonte: O autor.

Figura 5. 3 - Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra silte-A de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2016. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz) e Rutilo (Rt).



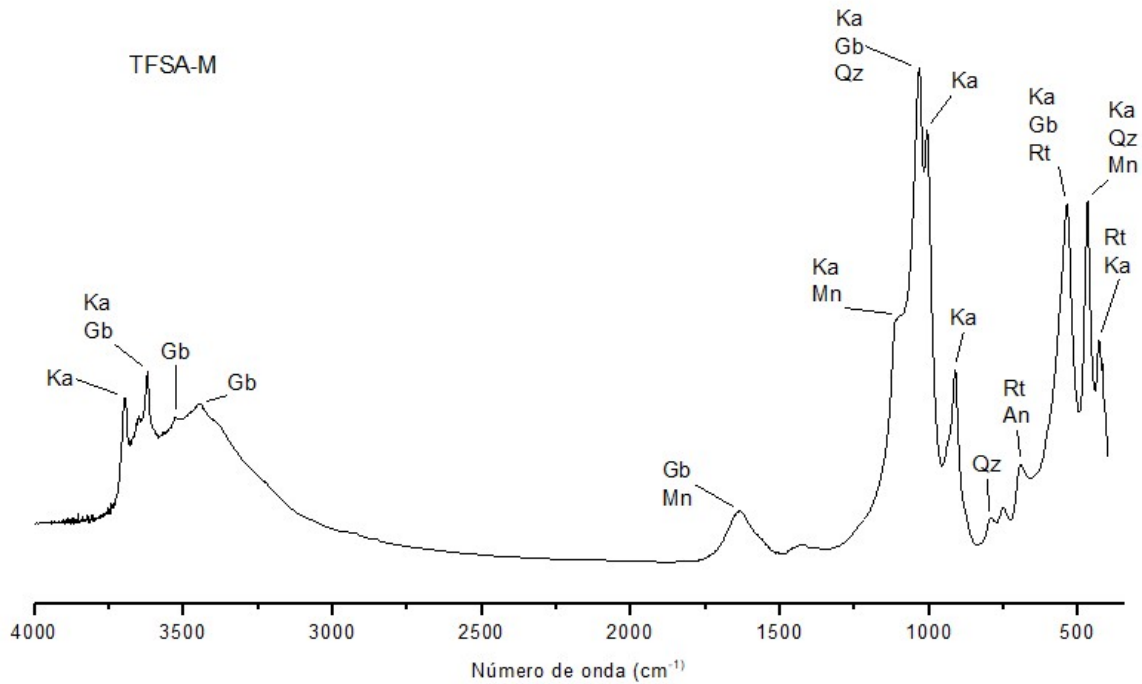
Fonte: O autor.

Figura 5. 4 - Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra argila-A de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2016. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita e Gibbsita (Gb).



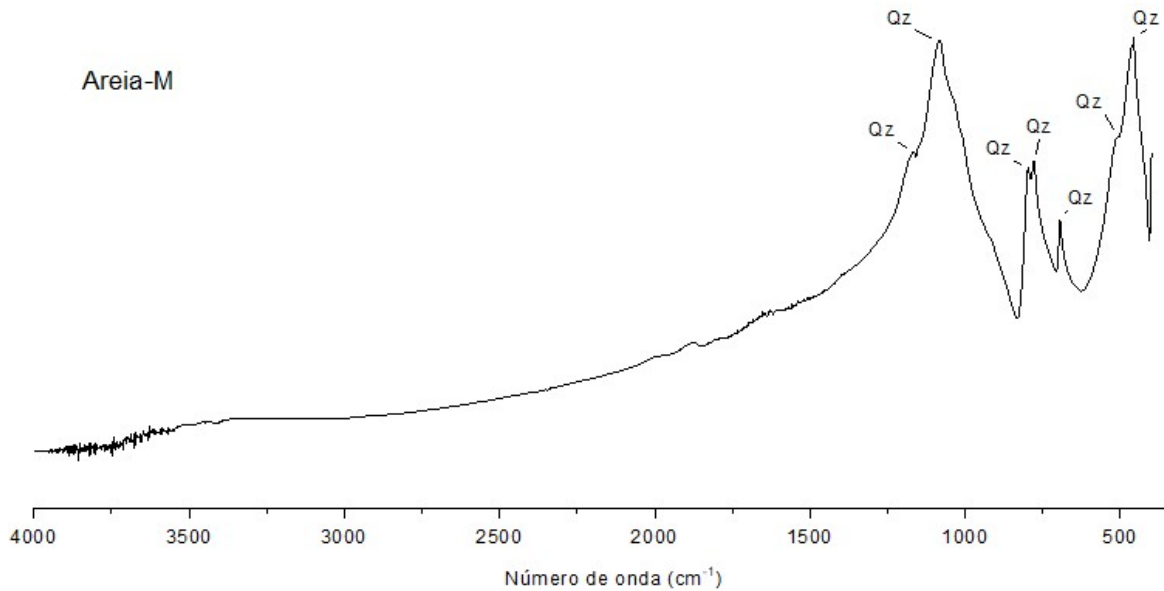
Fonte: O autor.

Figura 5. 5 - Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra TFSA-M de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2018. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anátasio (An) e Gibbsita (Gb).



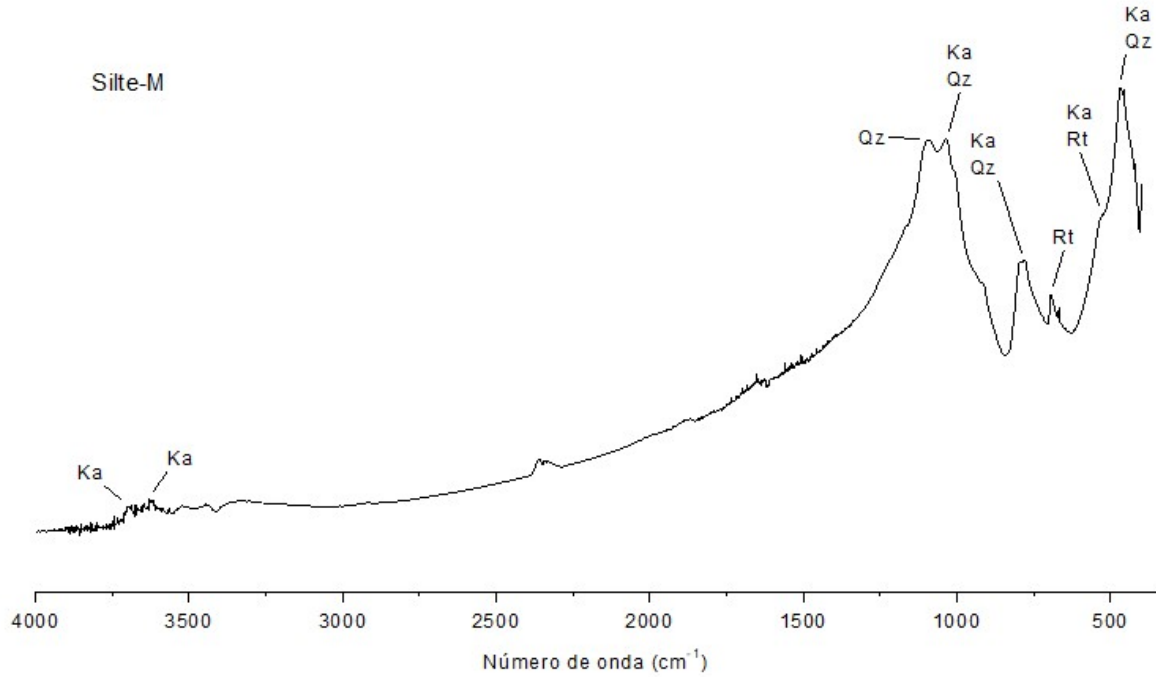
Fonte: O autor.

Figura 5. 6 - Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra areia-M, de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2018. Quartzo (Qz).



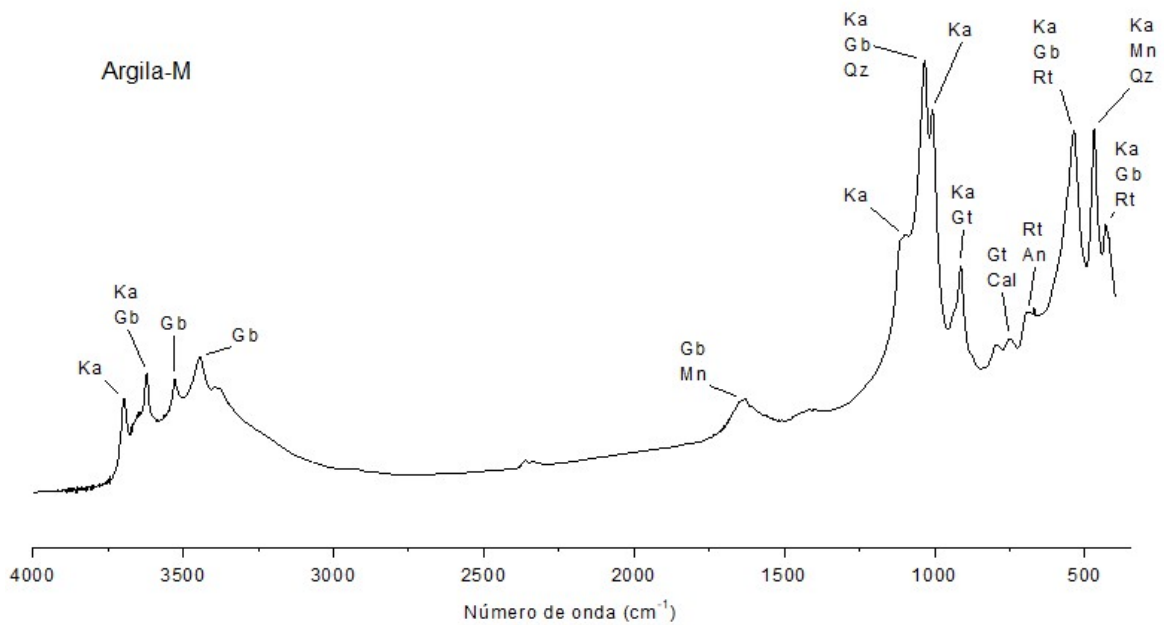
Fonte: O autor.

Figura 5. 7 - Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra silte-M de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2018. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz) e Rutilo (Rt).



Fonte: O autor.

Figura 5. 8 - Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra argila-M de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2018. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



Fonte: O autor

Considerando os solos coletados em 2016 e 2018, nas amostras de TFSA não foram identificadas diferenças entre os minerais presentes no solo sob cultivo do Bambu *Guadua angustifolia* e no solo sob cultivo do Bambu *Dendrocalamus asper*, isto também ocorreu para as frações areia, silte e argila. Os tipos de minerais apenas variaram entre as frações, que ocorre devido à tendência de minerais primários comporem as frações areia e silte, e na fração argila a predominância ser de minerais secundários (MELO et al. 2009). As análises quantitativas dos minerais presentes serão apresentadas nos resultados do refinamento pelo MR.

5.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Os minerais identificados nas amostras A, D, G, J, M, P, S e V, único conjunto de amostras analisadas por DRX, foram com base nas análises de FRX, FTIR e trabalhos anteriores sobre Gleissolos, contudo, cada solo possui suas características particulares devido a diversos fatores ambientais e climáticos.

Na TFSA e argila, por meio dos três picos mais intensos nas respectivas posições em 2θ , foram identificados os minerais: Caulinita em $12,3^\circ$, $24,7^\circ$ e $20,3^\circ$ (BISH; VON DRELLE, 1989); Montmorilonita em $5,8^\circ$, $17,7^\circ$ e $19,7^\circ$ (VIANI; GUALTIERI; ARTIOLI, 2002); Quartzo em $26,6^\circ$, $20,84^\circ$ e $50,12^\circ$ (ANTAO et al., 2008); Goethita em $21,3^\circ$, $36,9^\circ$ e $33,5^\circ$ (GUALTIERI; VENTURELLI, 1999); Rútilo em $27,5^\circ$, $54,4^\circ$ e $36,2^\circ$ (SWOPE; SMYTH; LARSON, 1995); Calcita em $29,4^\circ$, $39,4^\circ$ e $48,5^\circ$ (GRAF, 1961); Gibbsita em $18,2^\circ$, $20,1^\circ$ e $37,4^\circ$ (BALAN et al., 2006); Anatásio em $25,3^\circ$, 48° e $37,8^\circ$ (HORN; SCHWERDTFEGER; MEAGHER, 1972); e Ilmenita em $32,5^\circ$, $35,2^\circ$ e $48,7^\circ$ (WECHSLER; PREWITT, 1984).

Na fração silte foi possível identificar os minerais, Rútilo, Quartzo, Caulinita, Calcita e Ilmenita. Na fração areia foram identificados Quartzo, Rútilo, Caulinita e Ilmenita.

A relação entre as intensidades dos três picos mais intensos referentes aos minerais na TFSA, areia, silte e argila estão representadas na figura 5.9, que mostra a tendência observada de forma geral nas amostras analisadas.

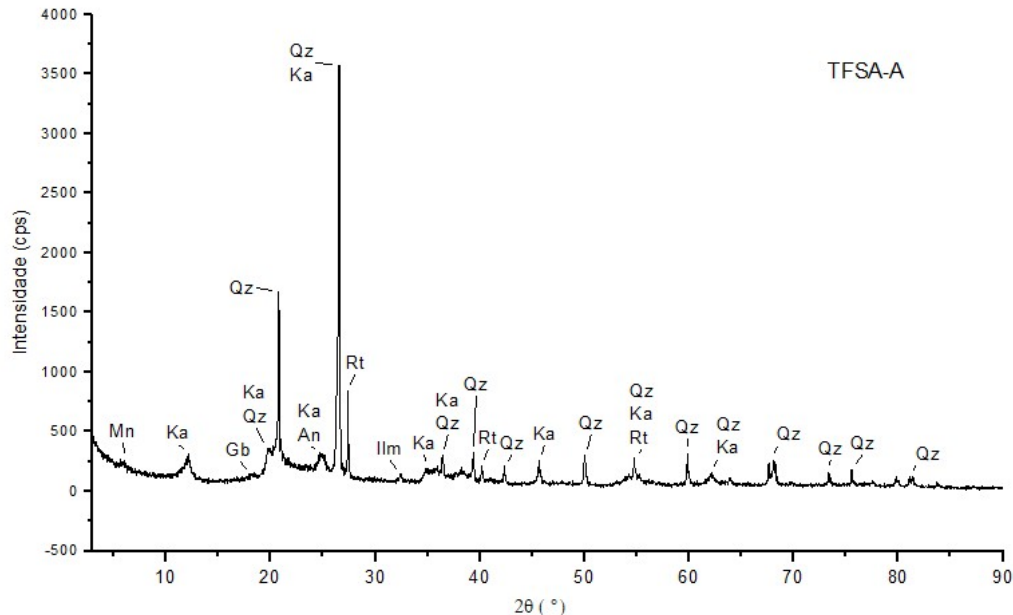
Figura 5. 9 - Tendência observada nas intensidades dos três picos de difração mais intensos nos minerais presentes na TFSA e nas frações areia, silte e argila, a seta indica o aumento de intensidade. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).

Amostra	Intensidade dos picos →							
	Minerais							
TFSA	-	Mn	Ilm	Gb	An	Rt	Ka	Qz
Areia	-	-	-	-	Ilm	Rt	Ka	Qz
Silte	-	-	-	Cal	Ilm	Rt	Ka	Qz
Argila	Mn	Gt	Qz	Rt	Cal	Gb	An	Ka

Fonte: O autor.

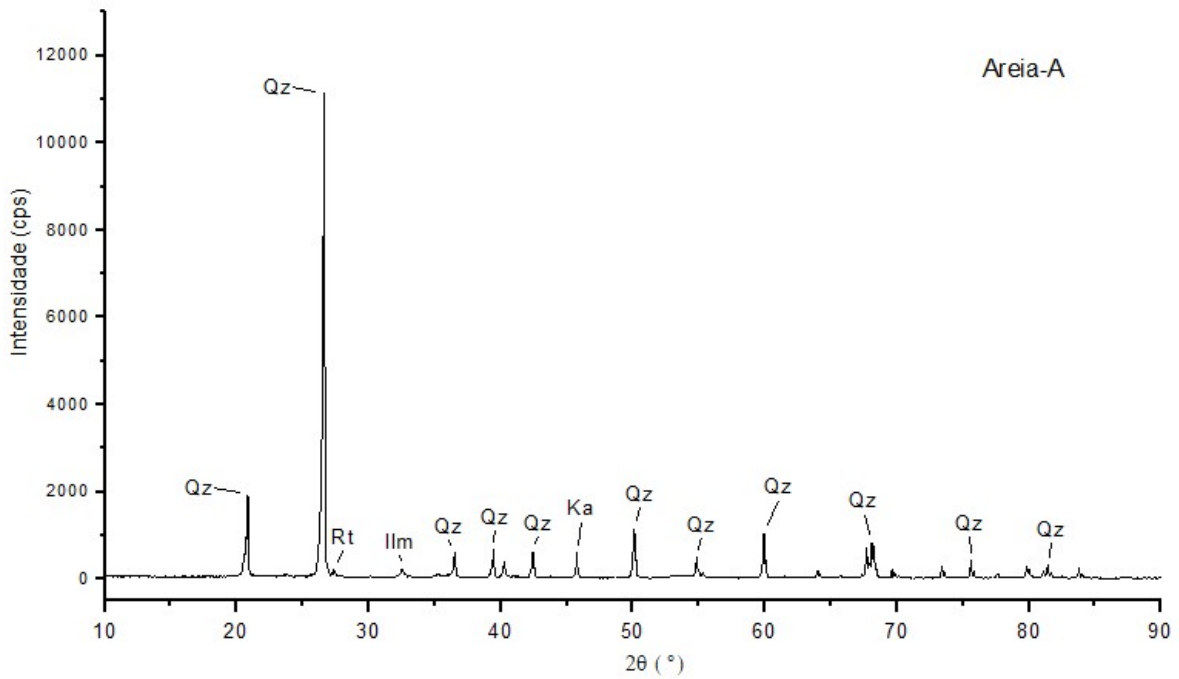
A seguir são apresentados os difratogramas das análises preliminares qualitativas da amostra A coletada em 2016, figuras 5.10 a 5.13, e amostra M coletada em 2018, figura 5.14 a 5.17, tanto da TFSA quanto das frações areia, silte e argila. Apenas estas análises são apresentadas em destaque devido ao fato da semelhança entre os difratogramas das demais amostras analisadas, os quais são apresentados no apêndice B.

Figura 5. 10 - Análise de DRX da amostra TFSA-A de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).



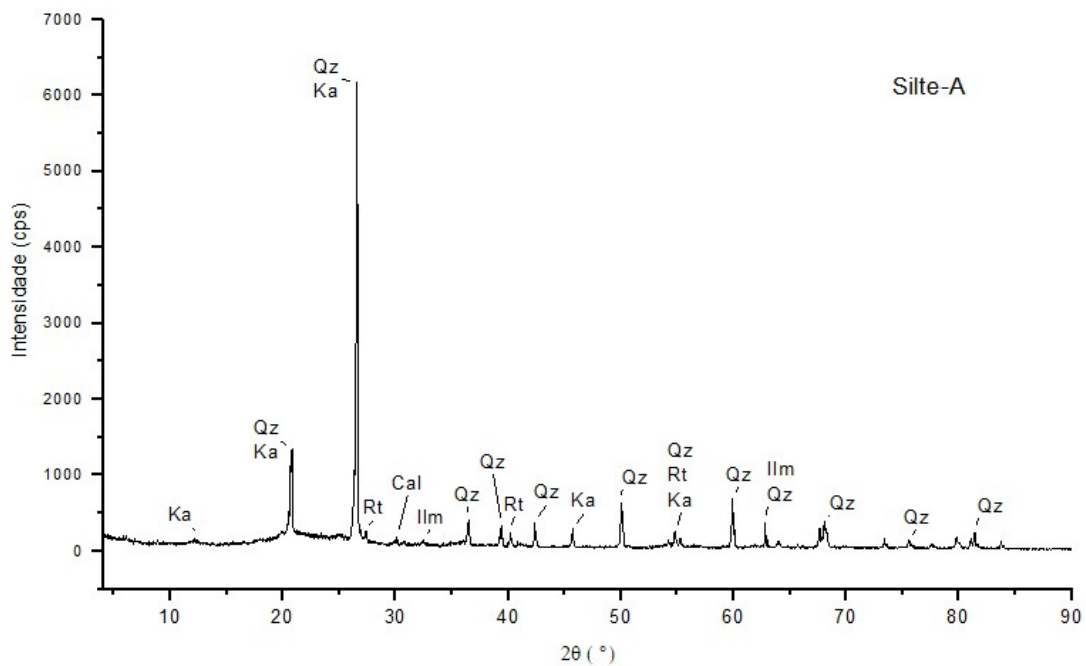
Fonte: O autor.

Figura 5. 11 - Análise de DRX da amostra areia-A de profundidade 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm).



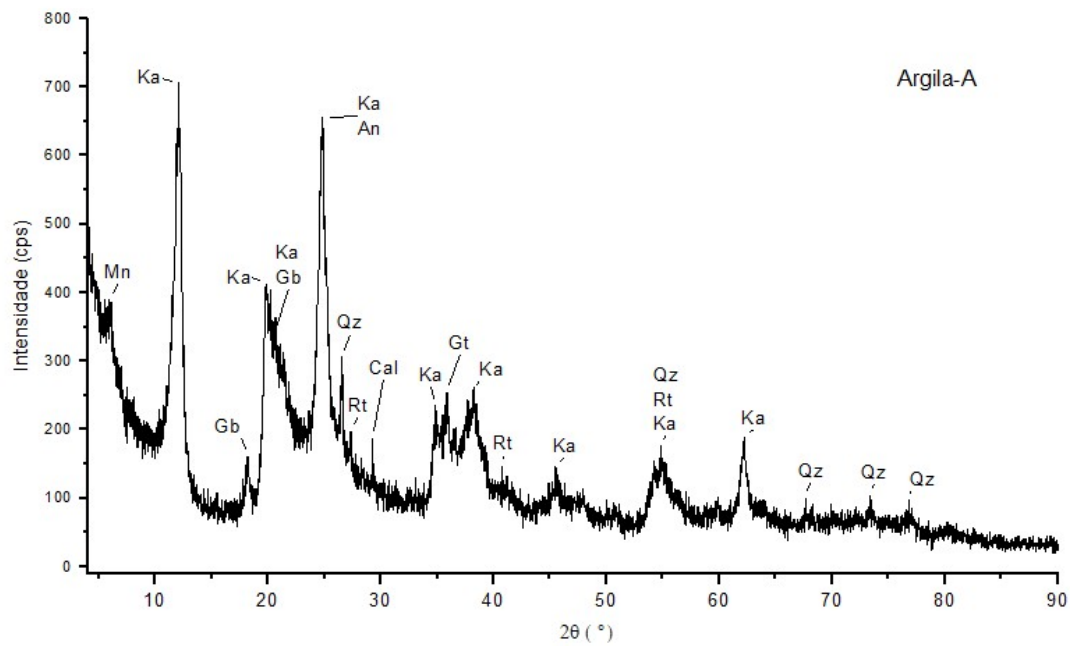
Fonte: O autor.

Figura 5. 12 - Análise de DRX da amostra Silte-A de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Calcita (Cal) e Ilmenita (Ilm).



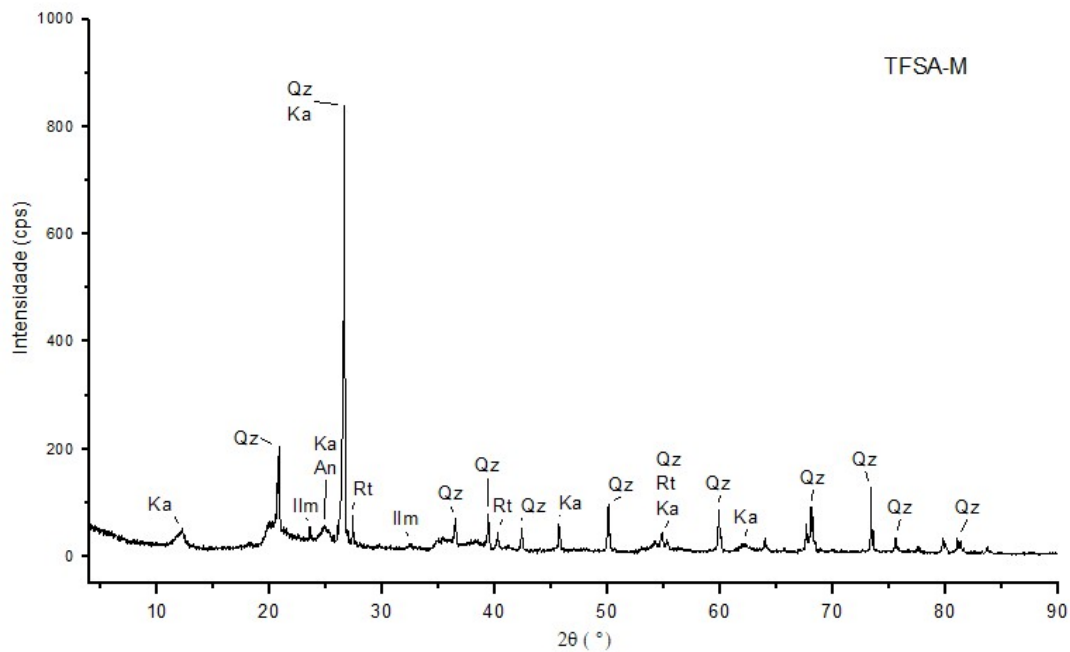
Fonte: O autor.

Figura 5. 13 - Análise de DRX da amostra argila-A de profundidade 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Ca) e Gibbsita (Gb).



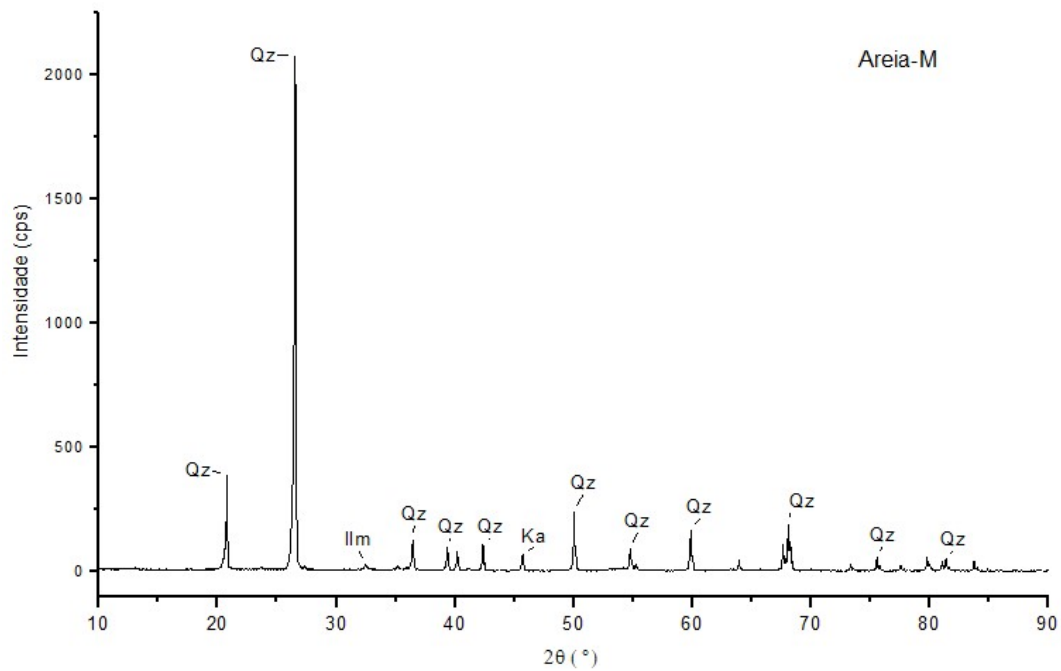
Fonte: O autor.

Figura 5. 14 - Análise de DRX da amostra TFSA-M de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Ca), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).



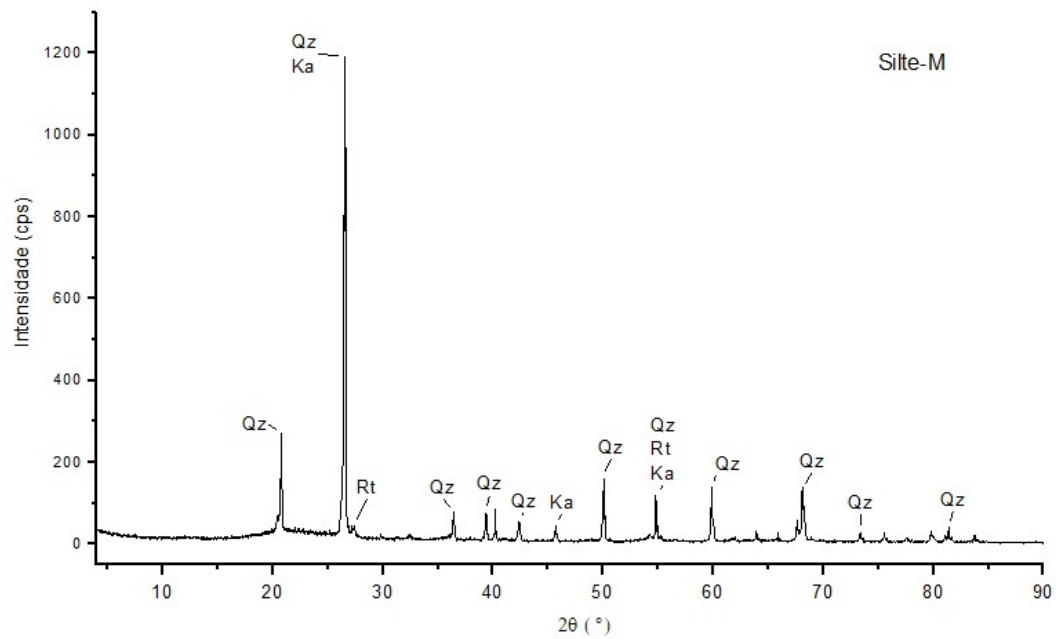
Fonte: O autor.

Figura 5. 15 - Análise de DRX da amostra areia-M de profundidade 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm).



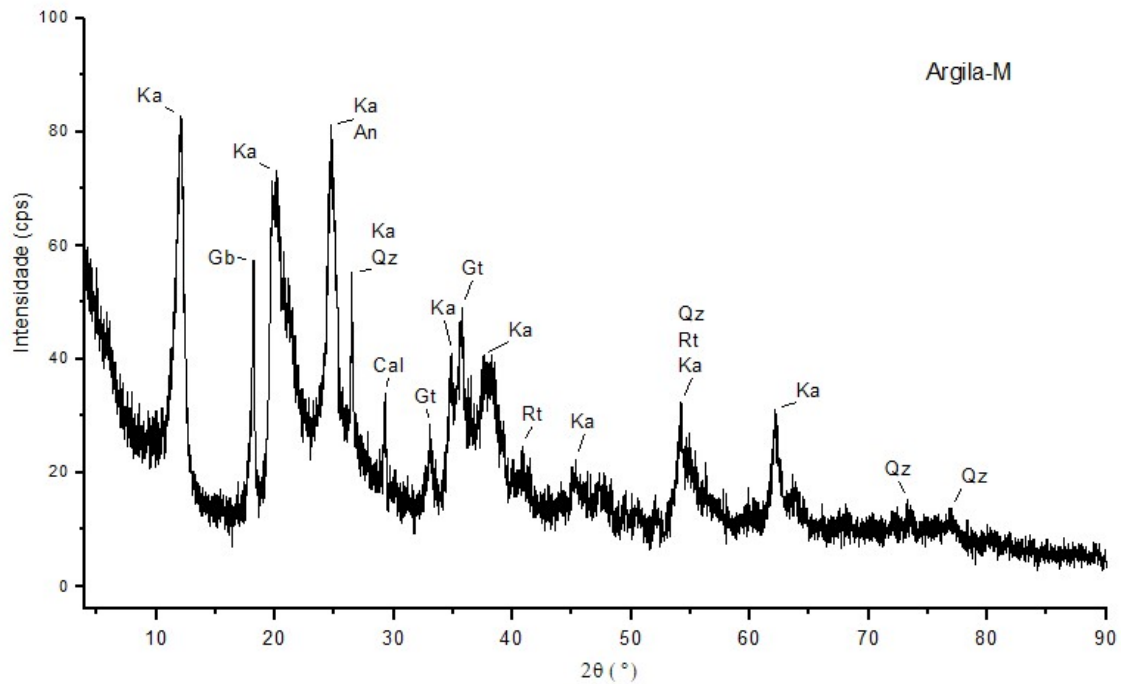
Fonte: O autor.

Figura 5. 16 - Análise de DRX da amostra silte-M de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Calcita (Ca) e Ilmenita (Ilm).



Fonte: O autor.

Figura 5. 17 - Análise de DRX da amostra argila-M de profundidade 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Ca) e Gibbsita (Gb).

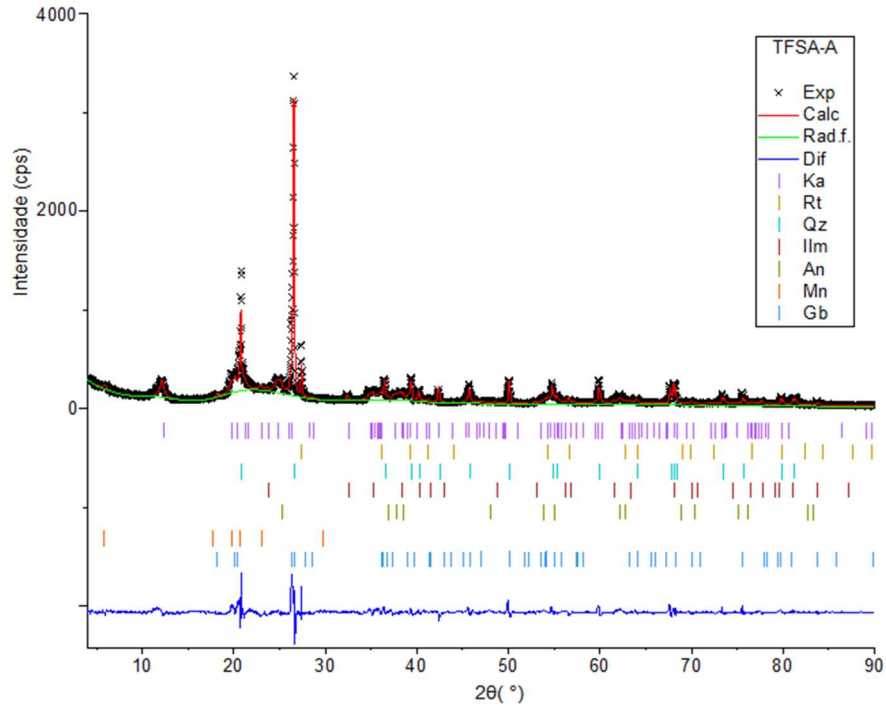


Fonte: O autor.

5.6 MÉTODO DE RIETVELD

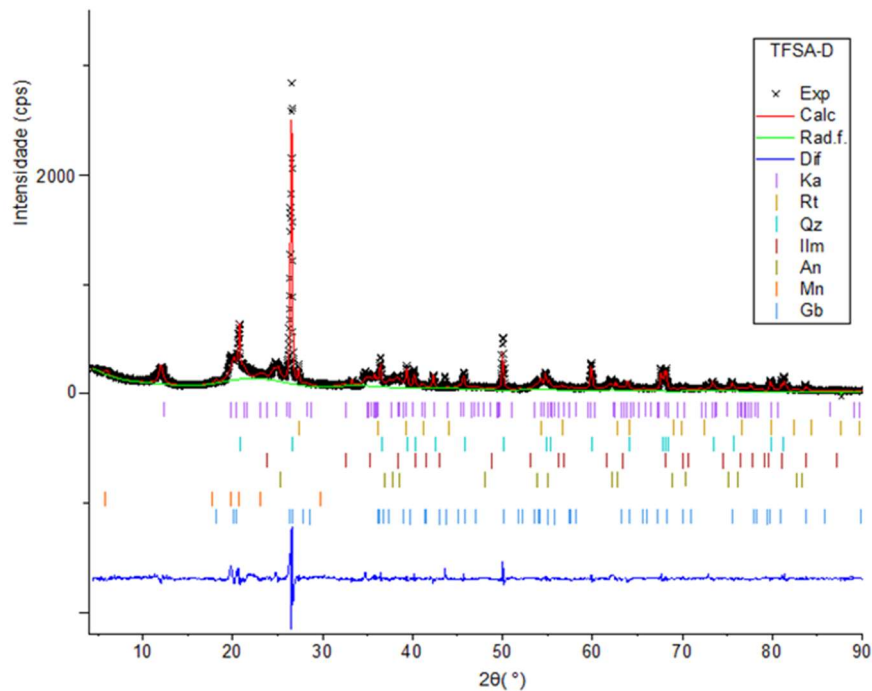
A quantificação pelo MR foi realizada para as amostras de TFSA, argila, areia e silte, apenas para o solo coletado em 2016, sendo estes repetidos, empregando duas funções diferentes para a radiação de fundo, dadas pelas equações 3.45 e 3.46, deduzidas na seção 3.7, com o intuito de investigar a influência no refinamento utilizando as duas funções. A seguir são mostrados os gráficos dos refinamentos utilizando a função 3.45 da radiação de fundo, da TFSA, areia, silte e argila, nas figuras 5.18 a 5.33, respectivamente.

Figura 5. 18 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença, e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



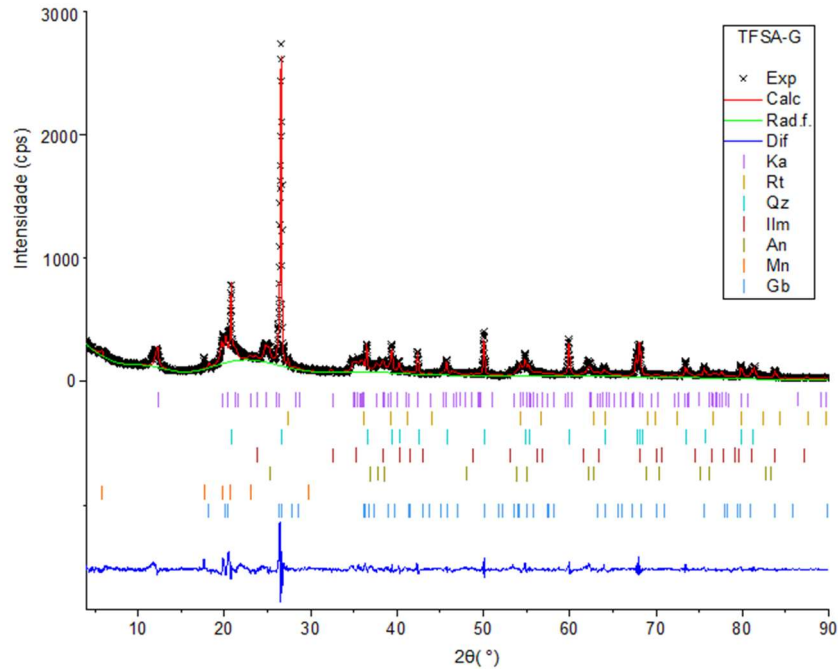
Fonte: O autor

Figura 5. 19 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



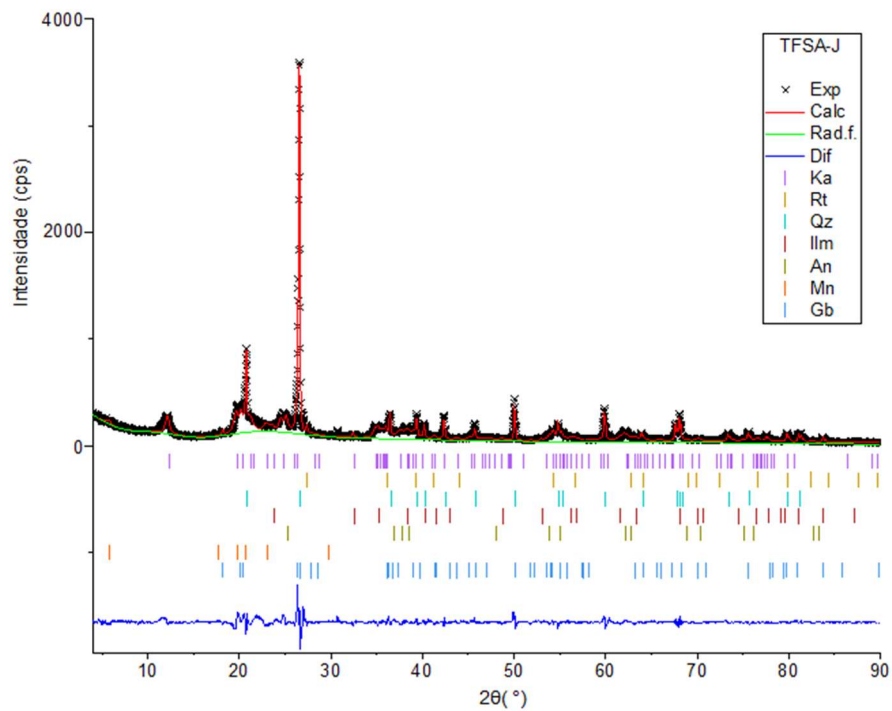
Fonte: O autor.

Figura 5. 20 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



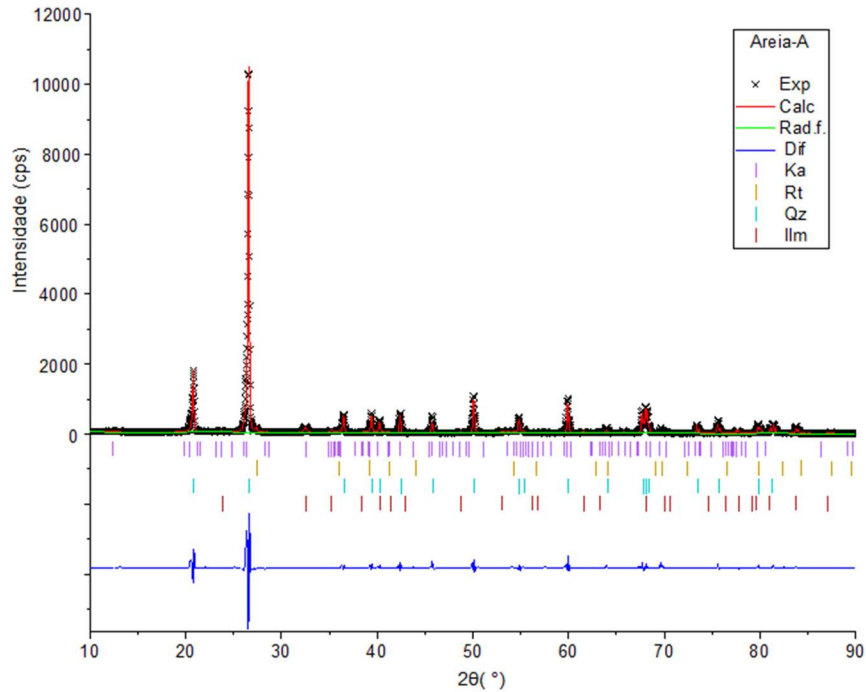
Fonte: O autor.

Figura 5. 21 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



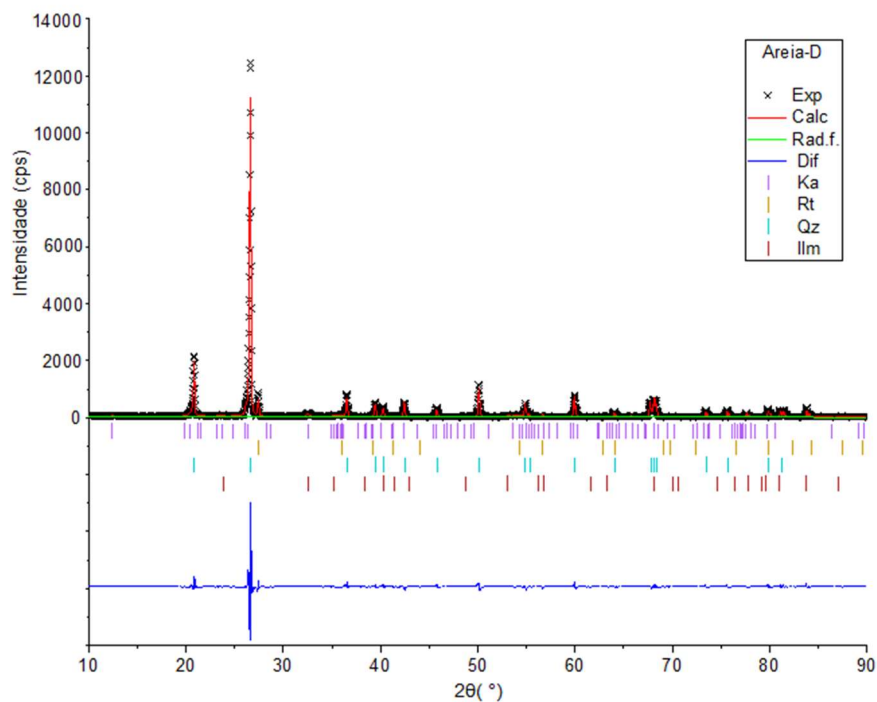
Fonte: O autor.

Figura 5. 22 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



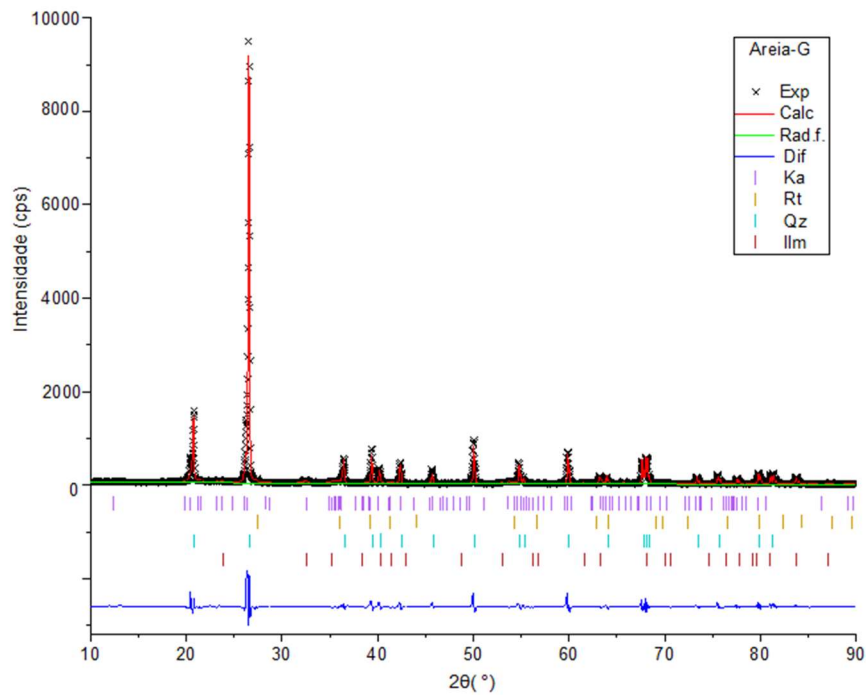
Fonte: O autor.

Figura 5. 23 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



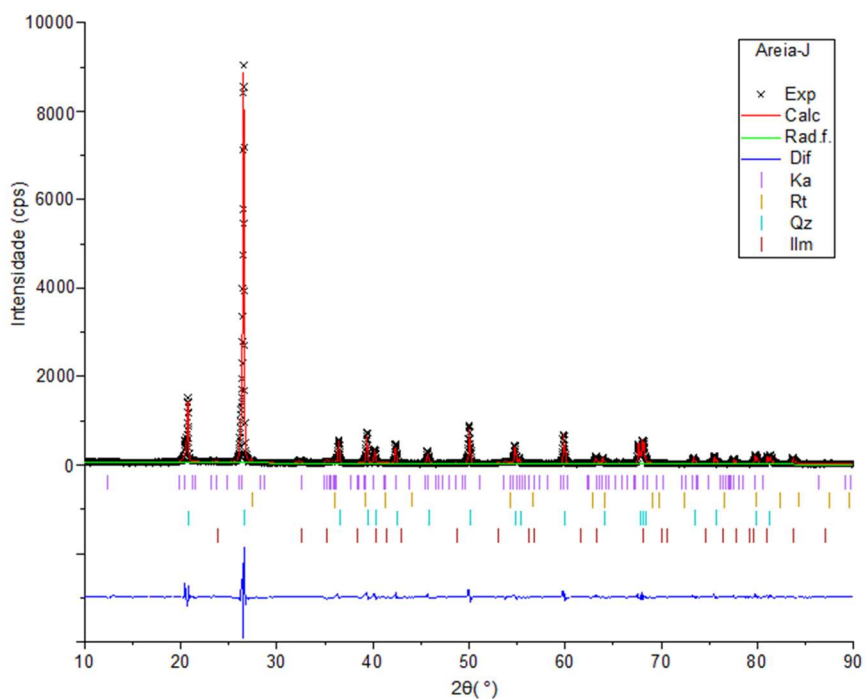
Fonte: O autor.

Figura 5. 24 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia - G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



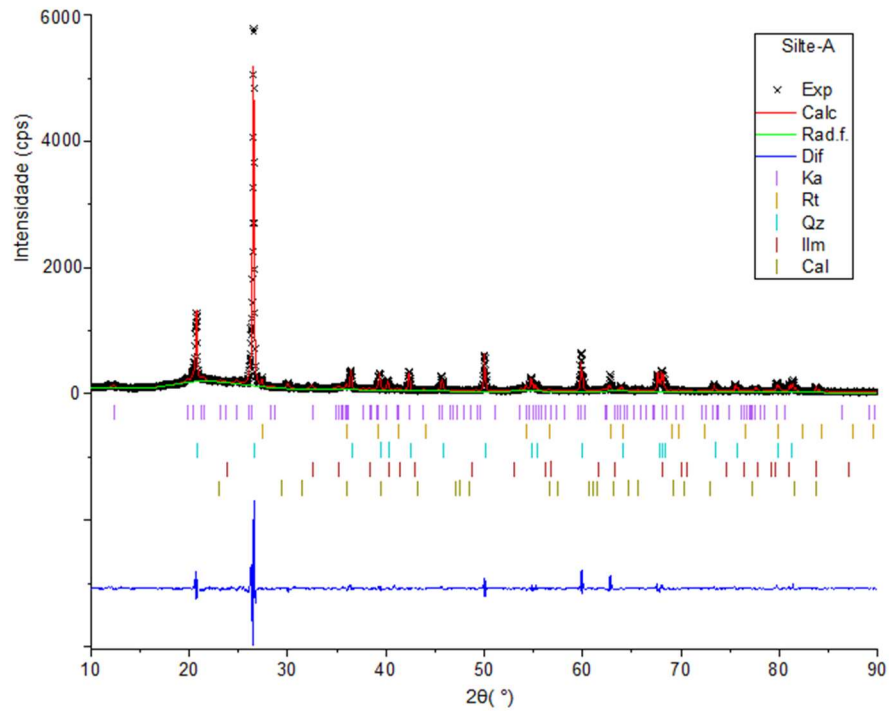
Fonte: O autor.

Figura 5. 25 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



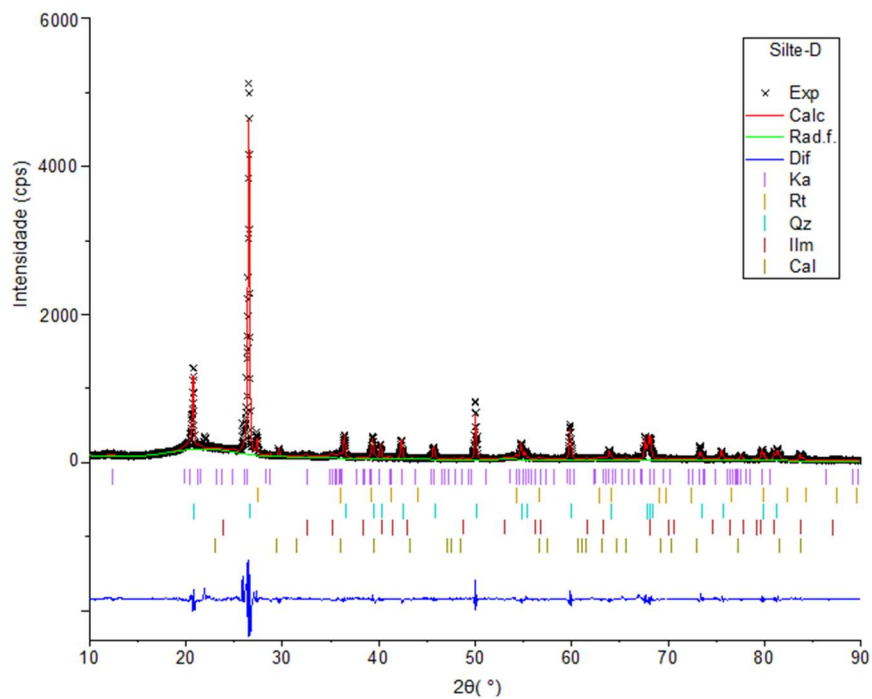
Fonte: O autor.

Figura 5. 26 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



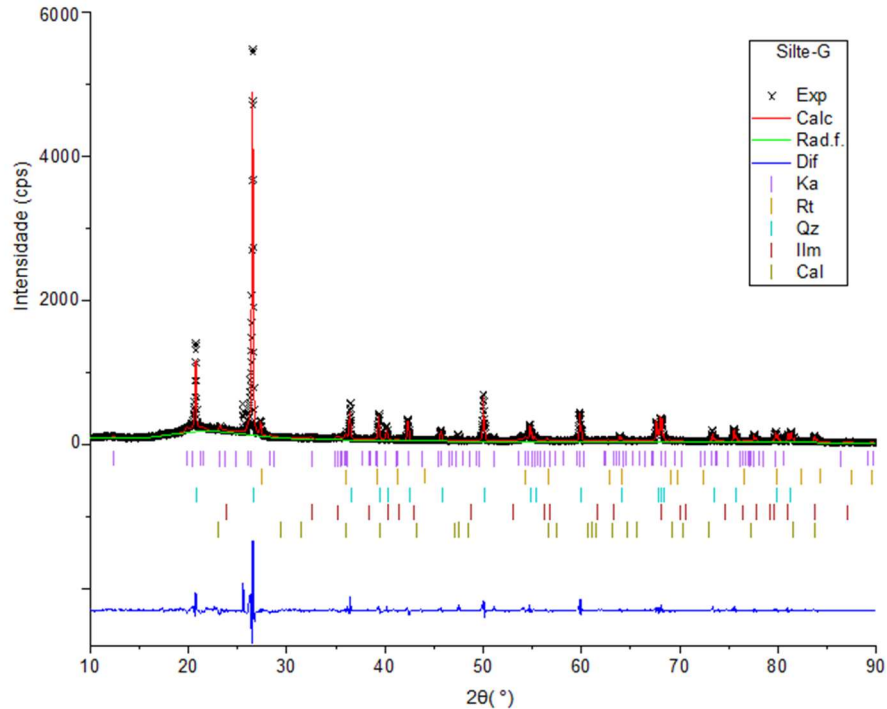
Fonte: O autor.

Figura 5. 27 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



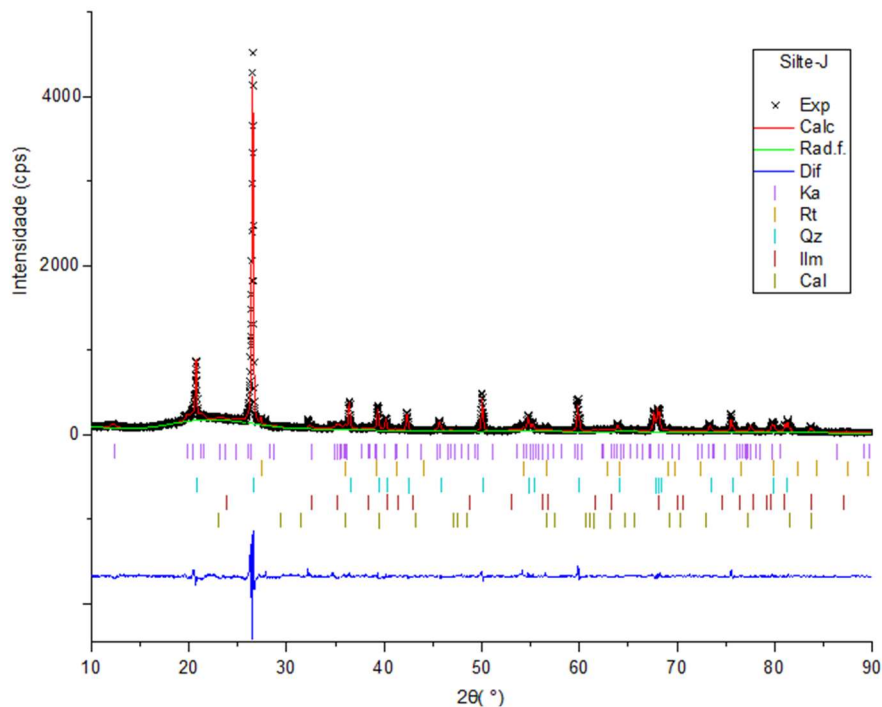
Fonte: O autor.

Figura 5. 28 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Fração Silte- G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



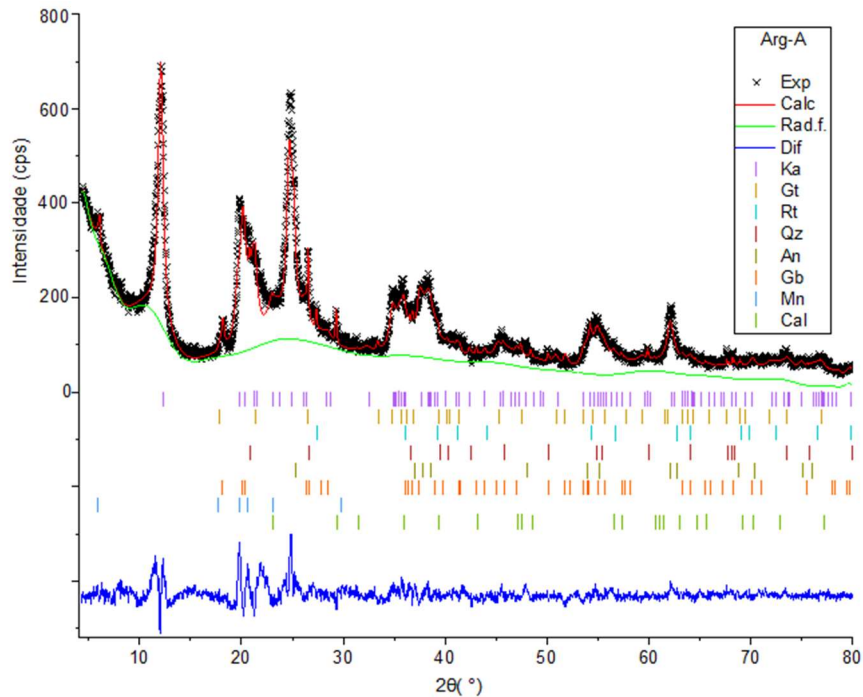
Fonte: O autor.

Figura 5. 29 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



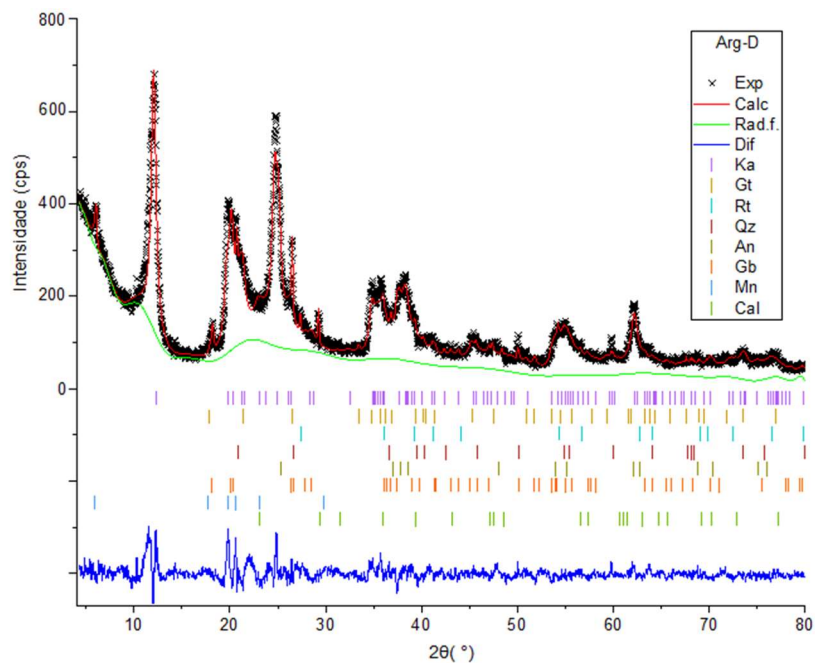
Fonte: O autor.

Figura 5. 30 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatósio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



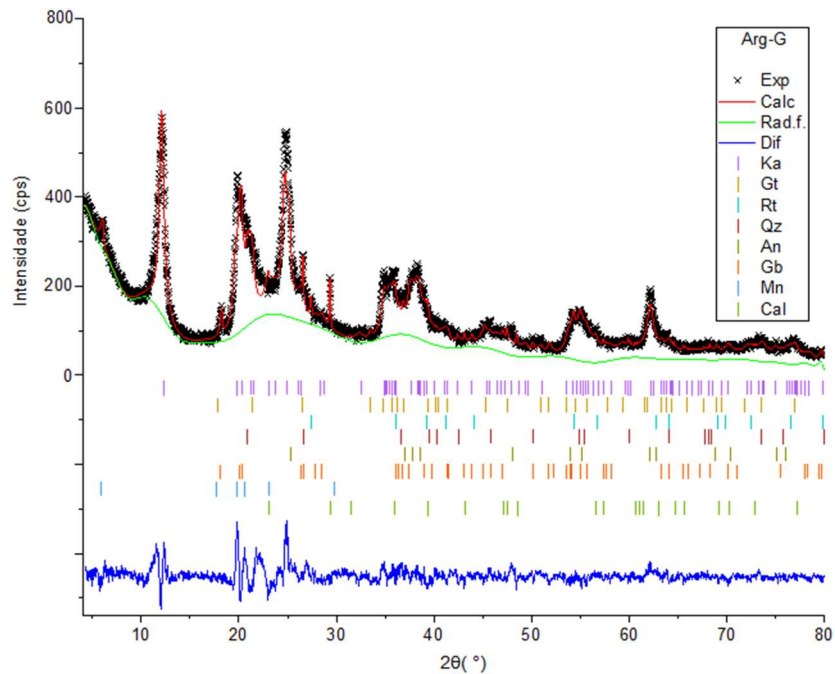
Fonte: O autor.

Figura 5. 31 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatósio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



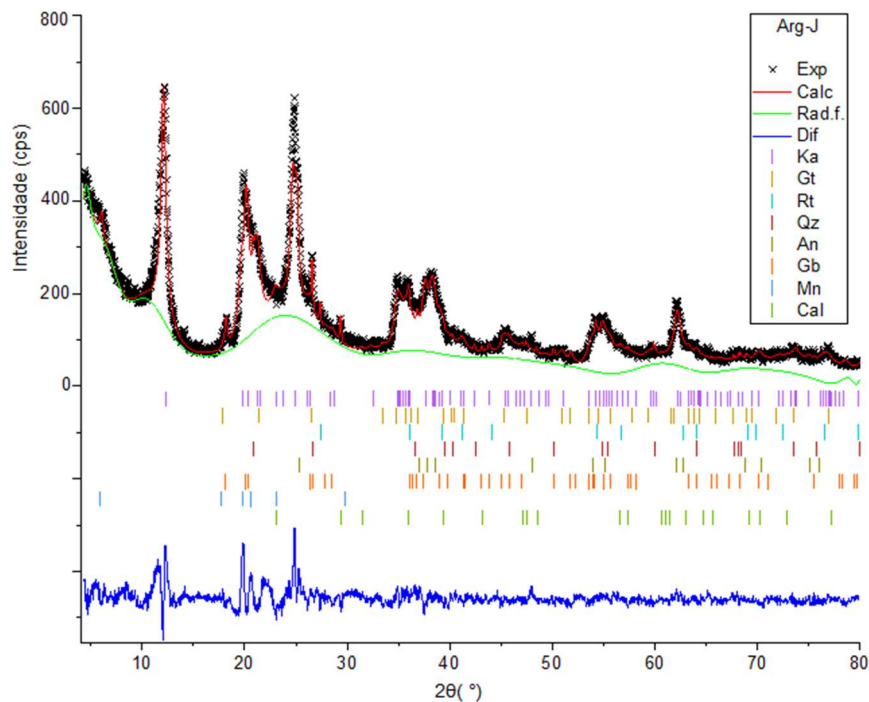
Fonte: O autor.

Figura 5. 32 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila- G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



Fonte: O autor.

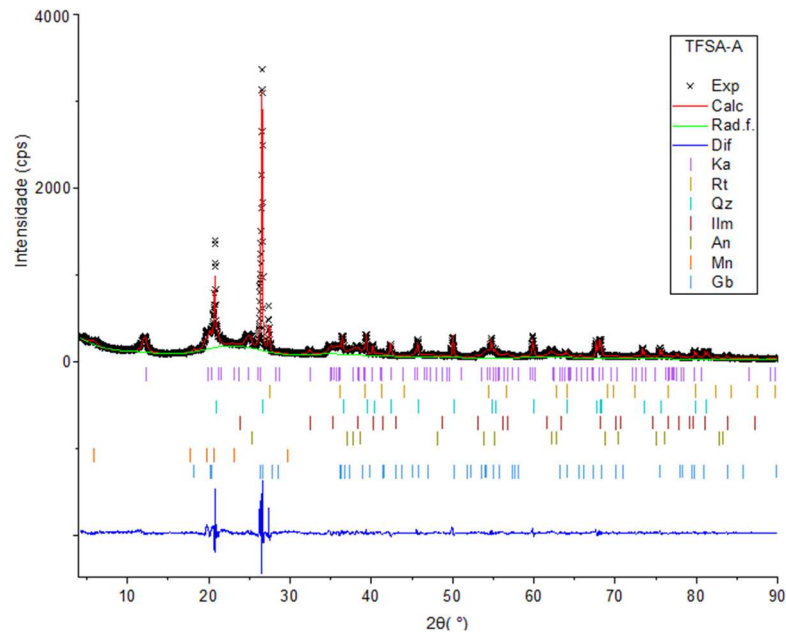
Figura 5. 33 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.45 da radiação de fundo.



Fonte: O autor.

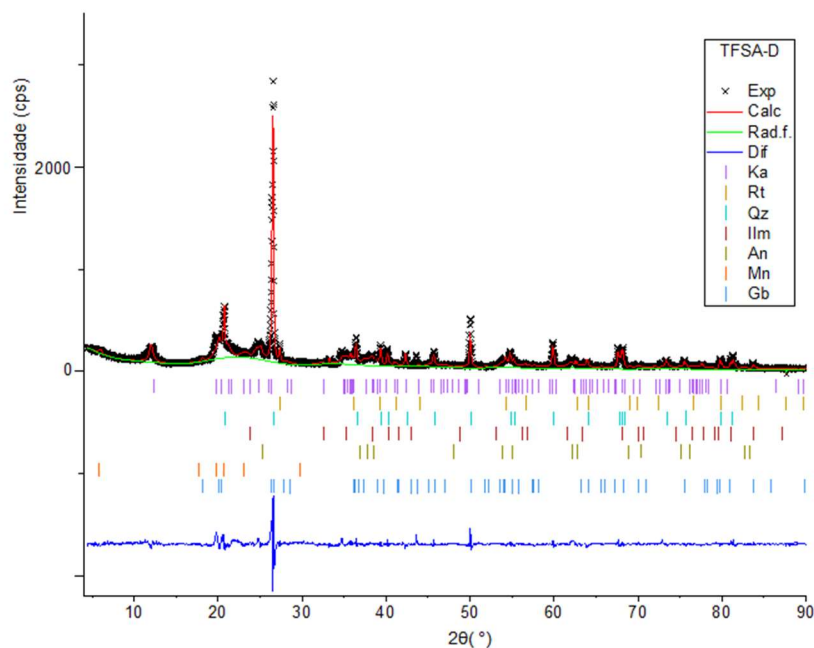
A seguir, são mostrados os gráficos dos refinamentos utilizando a função 3.46 da radiação de fundo, da TFSA, areia, silte e argila, figuras 5.34 a 5.49, respectivamente.

Figura 5. 34 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



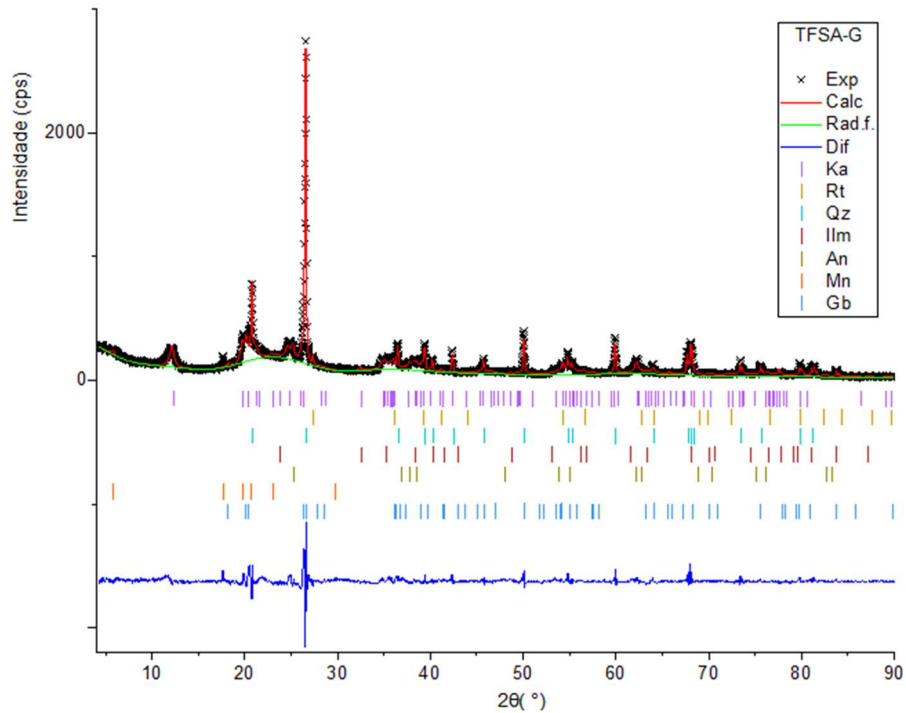
Fonte: O autor.

Figura 5. 35 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



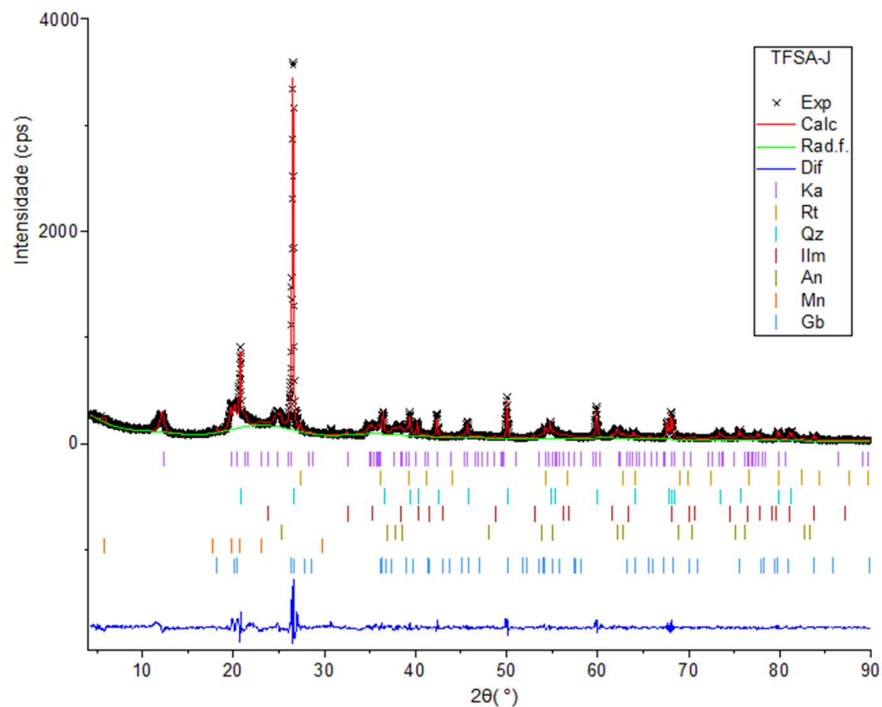
Fonte: O autor.

Figura 5. 36 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



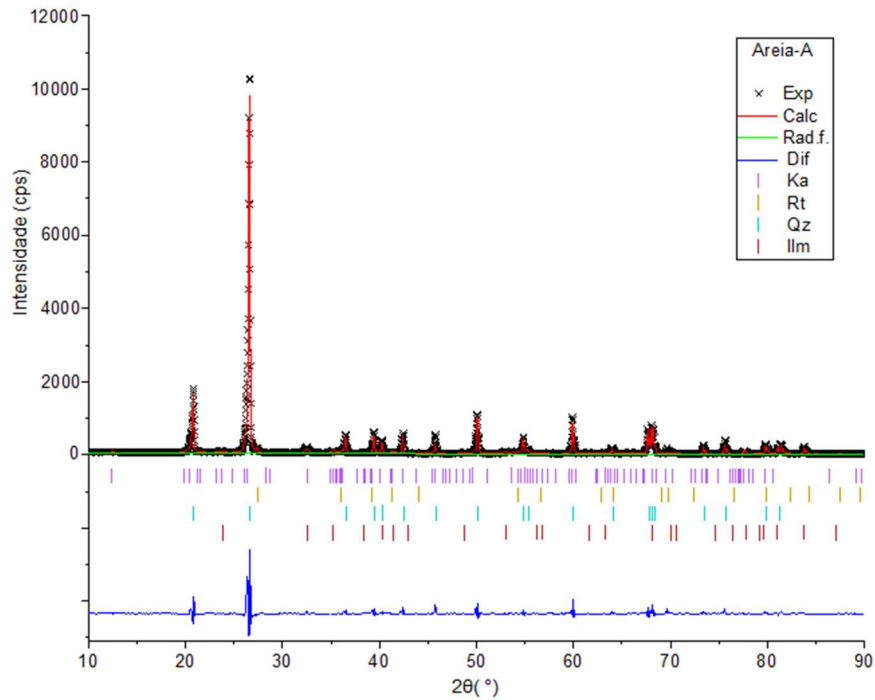
Fonte: O autor.

Figura 5. 37 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da TFSA- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



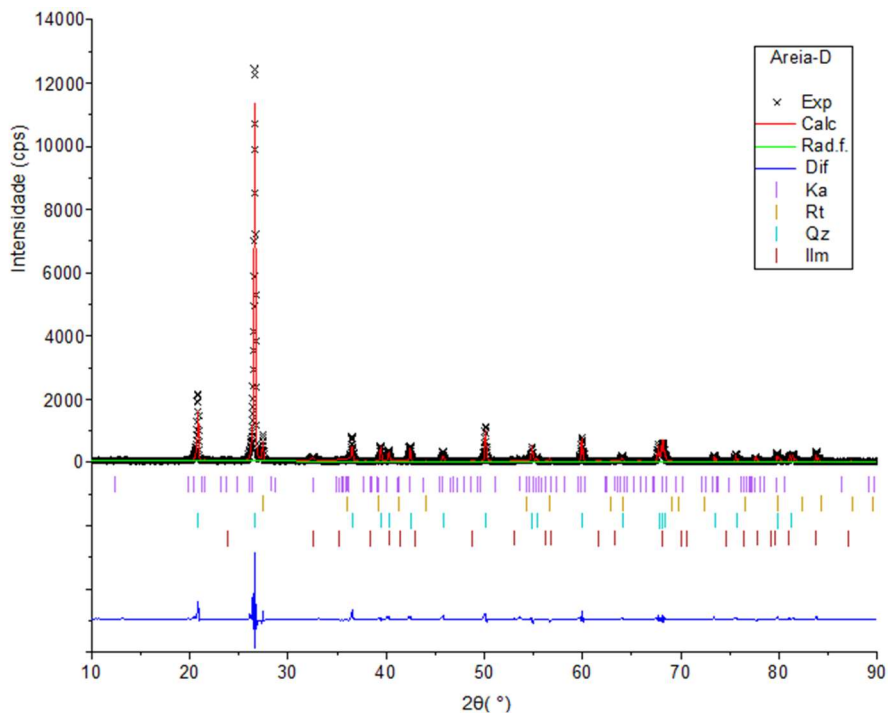
Fonte: O autor.

Figura 5. 38 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm) Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



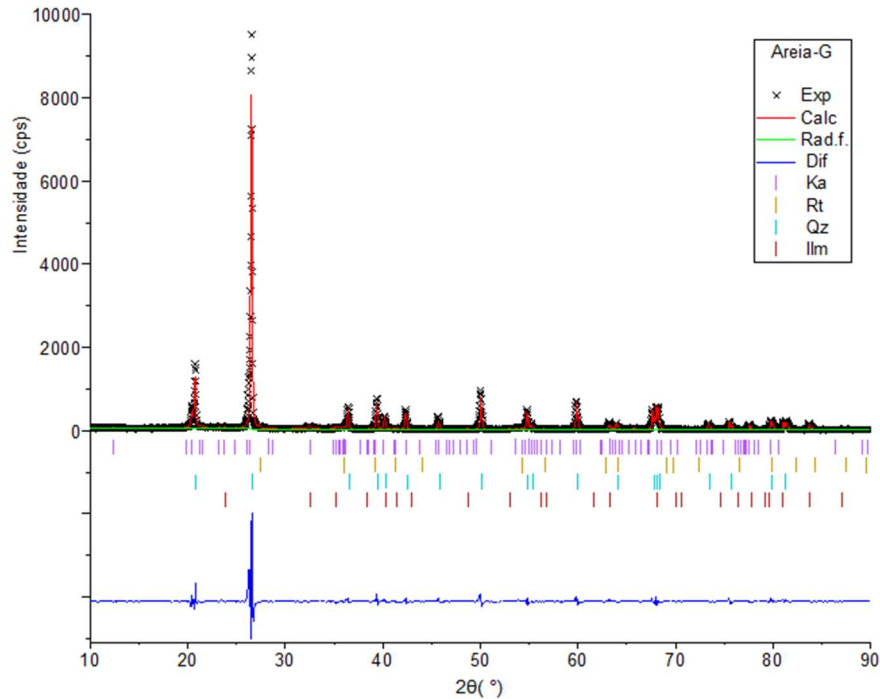
Fonte: O autor.

Figura 5. 39 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



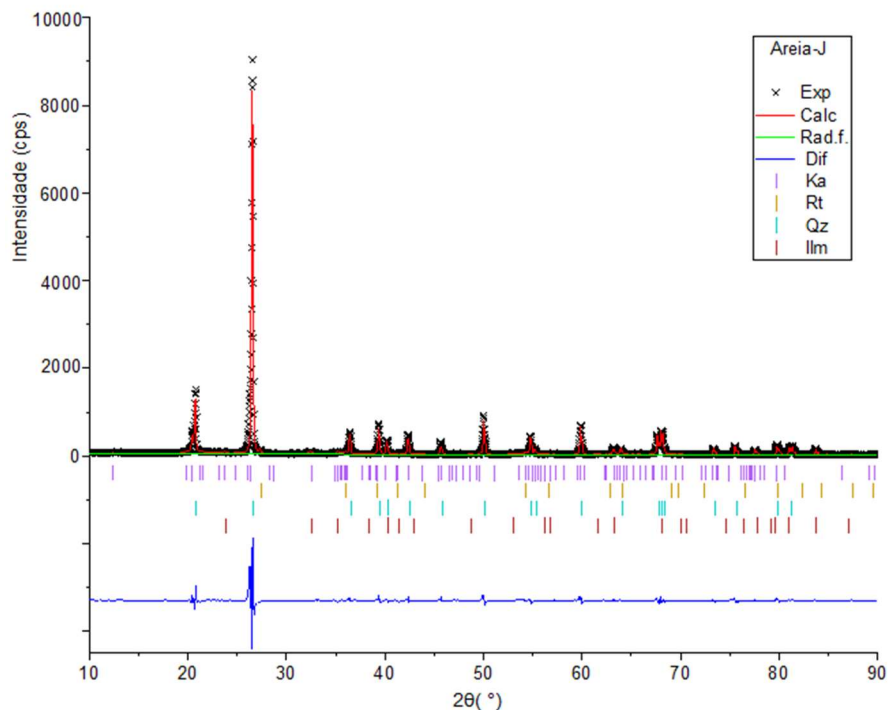
Fonte: O autor.

Figura 5. 40 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



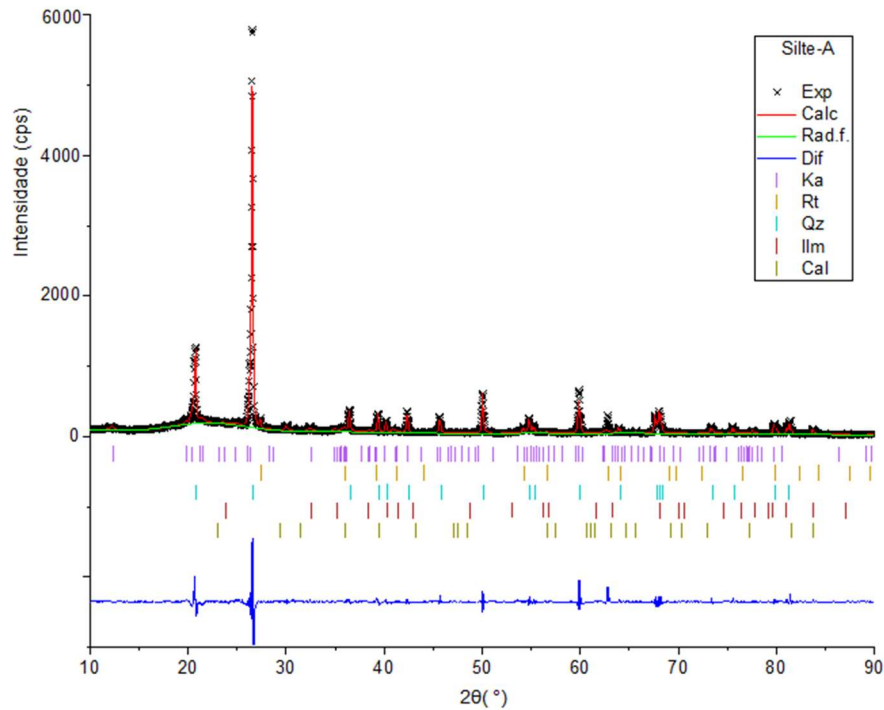
Fonte: O autor.

Figura 5. 41 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da Areia- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



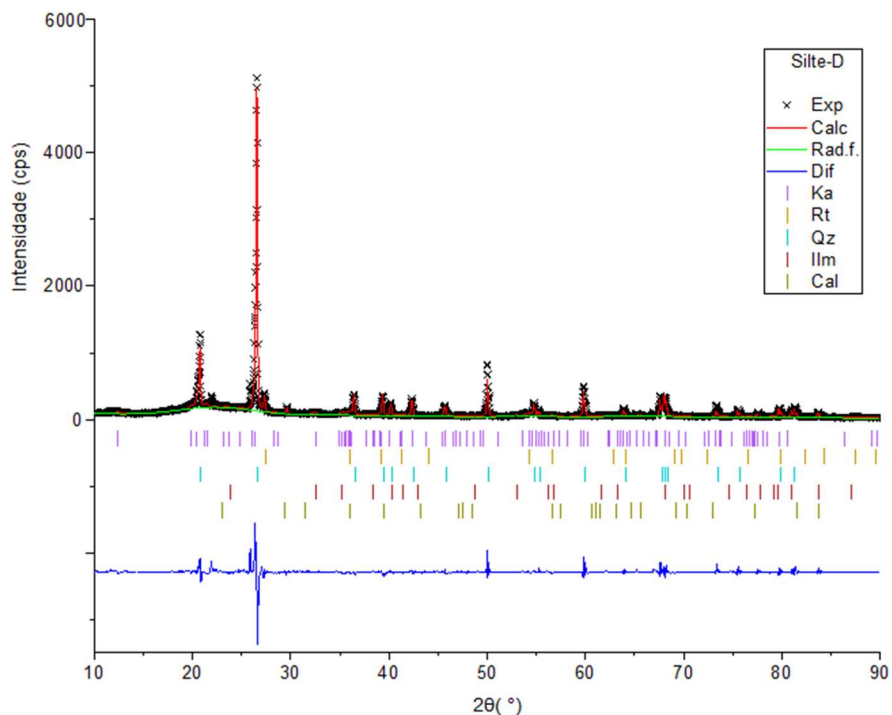
Fonte: O autor.

Figura 5. 42 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



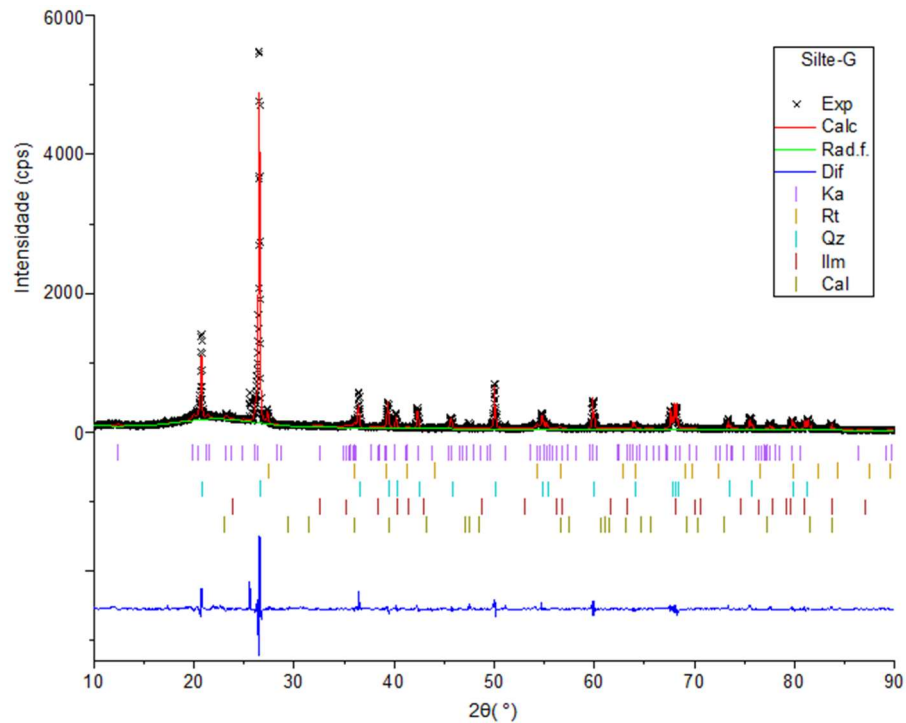
Fonte: O autor.

Figura 5. 43 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



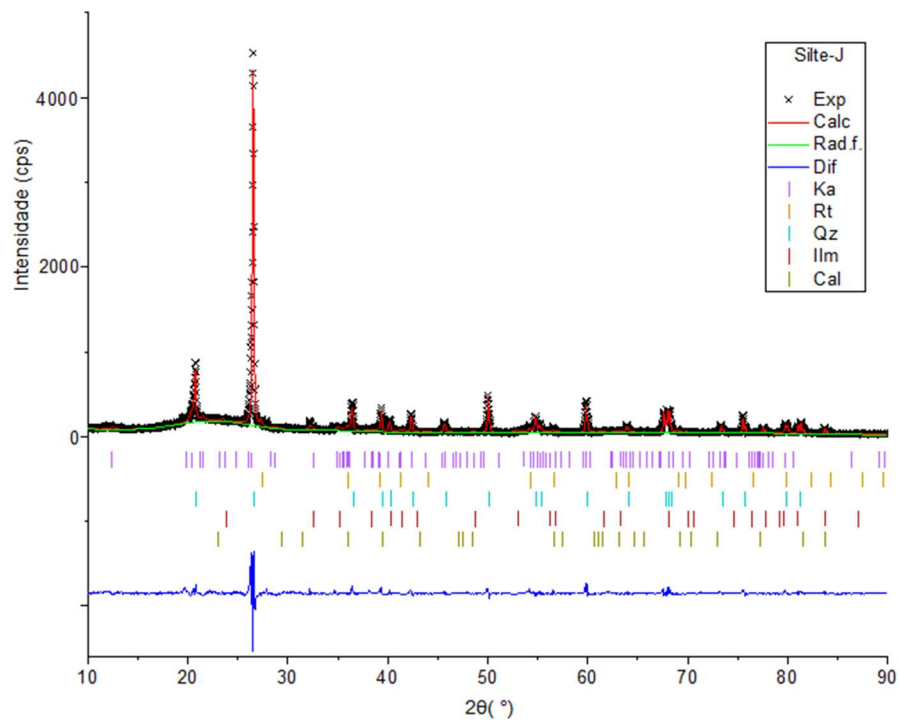
Fonte: O autor.

Figura 5. 44 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a função 3.46 da radiação de fundo.



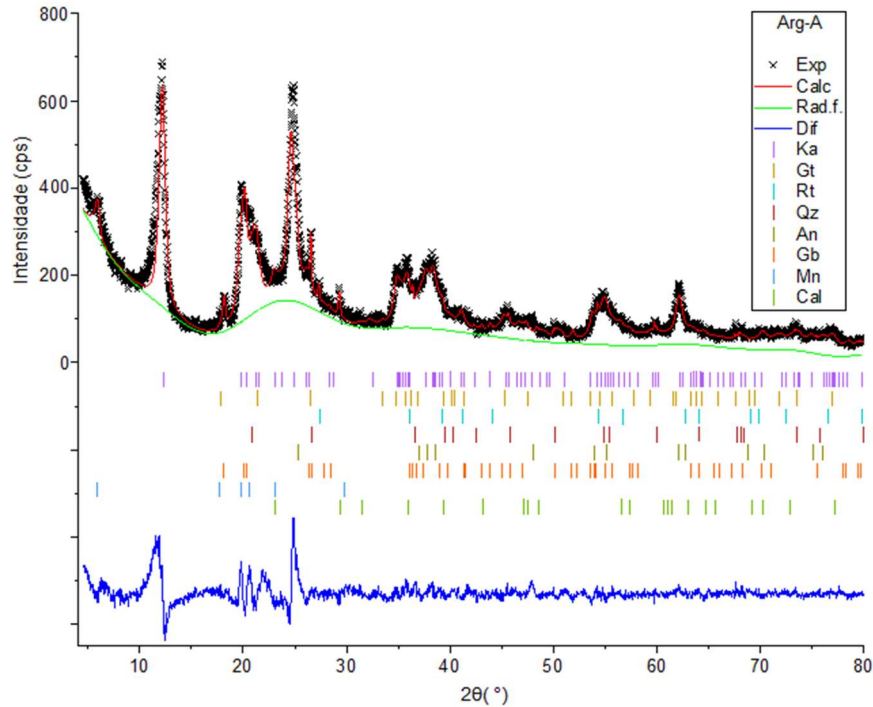
Fonte: O autor.

Figura 5. 45 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Silte- J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm) e Calcita (Cal). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



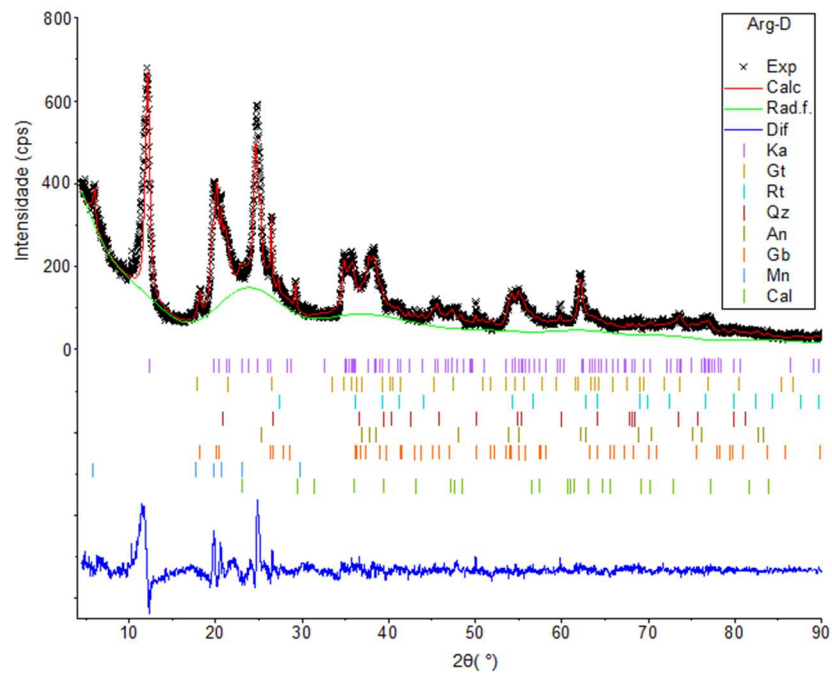
Fonte: O autor.

Figura 5. 46 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila - A, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



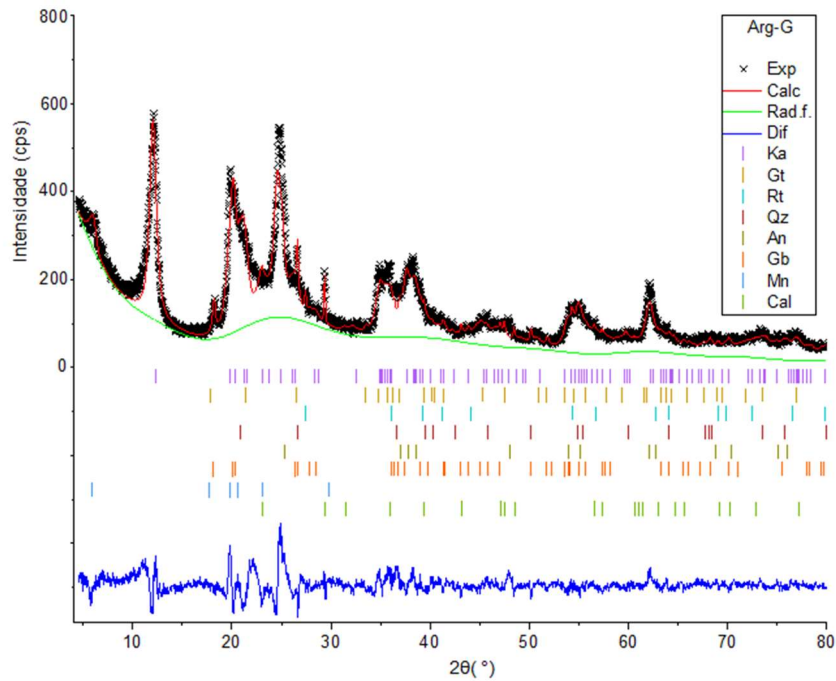
Fonte: O autor.

Figura 5. 47 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila - D, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



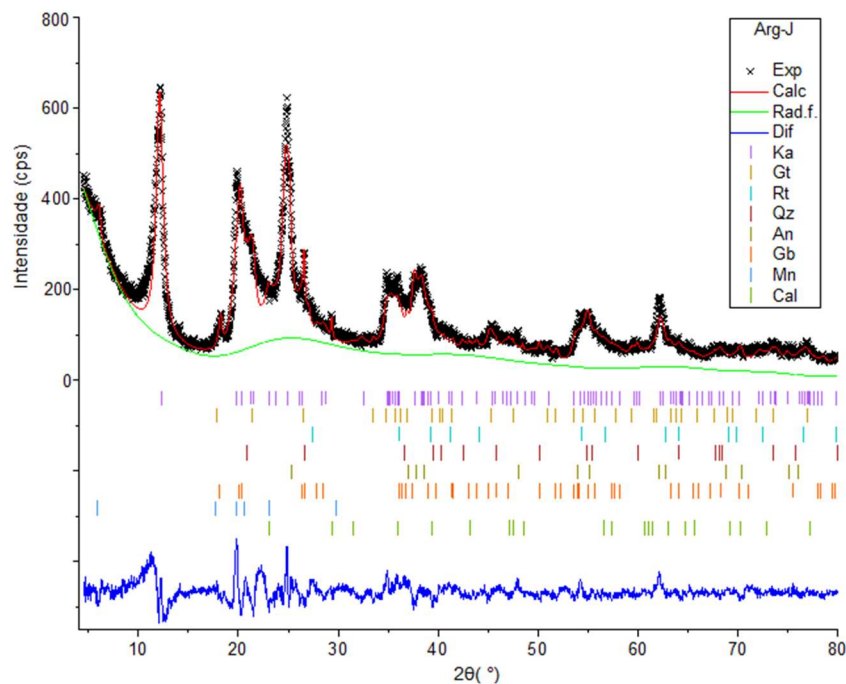
Fonte: O autor.

Figura 5. 48 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila - G, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



Fonte: O autor.

Figura 5. 49 - Gráfico do refinamento pelo método de Rietveld da fração Argila - J, em que Exp é a curva experimental, Calc a curva calculada, Rad.f é a radiação de fundo, Dif é a diferença e os traços ao longo do eixo 2θ representam as posições das reflexões das fases cristalinas. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), e Gibbsita (Gb). Utilizando a Função 3.46 da radiação de fundo.



Fonte: O autor.

As tabelas 5.9 e 5.10 apresentam os dados da quantificação mineral obtidos pelo método de Rietveld com uso do GSAS, das amostras A, D, G e J, utilizando a função 3.45 e função 3.46 da radiação de fundo, respectivamente.

Tabela 5. 9- Quantificação das fases minerais pelo método de Rietveld utilizando a função 3.45 da radiação de fundo. Gleissolo coletado em 2016, com vegetação de bambu *Guadua angustifolia* amostras A e D, de profundidade 0–10 cm e 10-20cm respectivamente, e *Dendrocalamus asper* amostras G e J de profundidade 0 -10 cm e 10-20 cm respectivamente. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).

Amostra	Minerais (%)								
	Ka	Gt	Rt	Qz	Ilm	An	Gb	Mn	Cal
TFSA-A	41,34(3)	-	5,17(1)	42,26(1)	2,15(1)	6,05(2)	2,39(3)	0,607(7)	-
TFSA-D	46,63(2)	-	3,873(7)	39,31(1)	2,06(1)	4,55(1)	1,88(2)	0,415(4)	-
TFSA-G	45,91(2)	-	1,44(8)	42,281(6)	0,72(5)	6,75(8)	2,33(3)	0,60(8)	-
TFSA-J	54,87(1)	-	1,48(3)	34,673(3)	1,13(6)	5,43(2)	2,11(5)	0,47(2)	-
Areia-A	17,18(2)	-	1,93(1)	75,67(2)	5,21(2)	-	-	-	-
Areia-D	17,11(3)	-	3,83(7)	74,72(1)	4,34(2)	-	-	-	-
Areia-G	25,25(3)	-	1,75(1)	69,36(1)	3,62(1)	-	-	-	-
Areia-J	16,94(8)	-	0,97(1)	77,03(6)	5,11(5)	-	-	-	-
Silte-A	21,10(8)	-	2,77(3)	70,65(2)	2,32(5)	-	-	-	3,12(7)
Silte-D	22,68(2)	-	2,97(3)	69,32(2)	3,01(2)	-	-	-	2,06(4)
Silte-G	21,17(4)	-	4,05(5)	69,44(1)	5,40(7)	-	-	-	-
Silte-J	31,07(1)	-	1,43(4)	63,32(3)	4,20(8)	-	-	-	-
Arg-A	80,136(7)	1,89(1)	0,9271(7)	1,039(6)	-	9,14(1)	5,10(2)	0,435(4)	1,316(7)
Arg-D	80,012(6)	1,92(5)	0,82(3)	1,66(1)	-	9,80(2)	4,02(4)	0,64(7)	1,09(3)
Arg-G	82,336(6)	2,14(2)	0,964(7)	1,237(7)	-	7,33(1)	3,73(2)	0,67(5)	1,568(7)
Arg-J	84,77(9)	2,41(2)	0,90(2)	1,06(3)	-	6,09(2)	3,44(3)	0,58(1)	0,93(2)

Fonte: O autor.

Nota: Os desvios estão entre parênteses e correspondem à última casa decimal.

Tabela 5. 10- Quantificação das fases minerais pelo método de Rietveld utilizando a função 3.46 da radiação de fundo. Gleissolo coletado em 2016, com vegetação de bambu *Guadua angustifolia* amostras A e D, de profundidade 0–10 cm e 10-20cm respectivamente, e *Dendrocalamus asper* amostras G e J de profundidade 0 -10 cm e 10-20 cm respectivamente. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).

Amostra	Minerais (%)								
	Ka	Gt	Rt	Qz	Ilm	An	Gb	Mn	Cal
TFSA-A	38,32(4)	-	9,11(5)	42,612(4)	1,91(7)	4,61(2)	2,23(1)	1,0(8)	-
TFSA-D	39,55(9)	-	8,77(2)	41,64(8)	2,31(4)	4,91(1)	1,92(3)	0,61(2)	-
TFSA-G	48,13(2)	-	2,01(6)	42,51(7)	0,71(8)	4,4(8)	1,63(6)	0,59(1)	-
TFSA-J	45,17(7)	-	1,30(1)	45,524(5)	0,73(2)	4,91(1)	1,71(3)	0,61(8)	-
Areia-A	11,92(8)	-	2,02(3)	79,08(1)	6,98(2)	-	-	-	-
Areia-D	9,68(2)	-	6,76(1)	77,450(8)	6,09(1)	-	-	-	-
Areia-G	21,77(2)	-	1,06(4)	73,27(6)	4,33(3)	-	-	-	-
Areia-J	12,68(1)	-	1,09(6)	80,80(1)	5,45(7)	-	-	-	-
Silte-A	12,11(1)	-	1,73(4)	79,81(8)	3,44(1)	-	-	-	2,90(2)
Silte-D	12,60(4)	-	4,71(1)	78,30(4)	3,01(9)	-	-	-	1,41(7)
Silte-G	17,08(1)	-	3,21(3)	75,9(1)	3,72(3)	-	-	-	-
Silte-J	24,92(5)	-	3,01(9)	65,79(2)	6,21(1)	-	-	-	-
Arg-A	79,50(1)	2,52(2)	0,76(5)	1,41(1)	-	6,78(1)	5,80(6)	1,22(3)	1,92(5)
Arg-D	73,88(4)	5,41(6)	1,56(2)	2,33(1)	-	6,34(2)	6,71(9)	1,01(5)	2,76(2)
Arg-G	82,91(3)	2,01(7)	0,98(7)	2,15(9)	-	3,79(1)	5,03(4)	1,39(1)	1,74(9)
Arg-J	84,31(5)	1,90(2)	1,18(1)	1,82(6)	-	4,60(1)	4,94(7)	0,75(9)	0,61(2)

Fonte O autor.

Nota: Os desvios estão entre parênteses e correspondem à última casa decimal.

As tabelas 5.11 e 5.12 mostram os resultados dos índices de qualidade obtidos para os refinamentos das amostras A, D, G e J, utilizando as funções 3.45 e 3.46 da radiação de fundo, respectivamente.

Tabela 5. 11- Índices de qualidade R_{wp} que é o teor ponderado, R_{F^2} o termo de estrutura, R_p de discordância de perfil e o termo de convergência S , do refinamento pelo método de Rietveld, utilizando a função 3.45 da radiação de fundo. Gleissolo coletado em 2016, com vegetação de bambu *Guadua angustifolia* amostras A e D, de profundidade 0–10 cm e 10-20cm respectivamente, e *Dendrocalamus asper* amostras G e J de profundidade 0 -10 cm e 10- 20 cm respectivamente.

Amostra	Índices (%)			S
	R_{wp}	R_{F^2}	R_p	
TFSA-A	13	16	9	1,41
TFSA-D	12	8	9	1,22
TFSA-G	12	15	9	1,22
TFSA-J	11	8	9	1,18
Areia-A	20	11	15	1,97
Areia-D	20	19	16	1,92
Areia-G	20	16	14	1,89
Areia-J	17	17	13	1,61
Silte-A	14	17	11	1,48
Silte-D	15	16	10	1,51
Silte-G	13	14	12	1,37
Silte-J	12	18	9	1,18
Arg-A	9	7	7	1,09
Arg-D	9	16	7	1,005
Arg-G	9	13	7	1,06
Arg-J	9	8	7	1,09

Fonte: O autor.

Tabela 5.12- Índices de qualidade R_{wp} que é o teor ponderado, R_{F^2} o termo de estrutura, R_p de discordância de perfil e o termo de convergência S , do refinamento pelo método de Rietveld, utilizando a função 3.46 da radiação de fundo. Gleissolo coletado em 2016, com vegetação de bambu *Guadua angustifolia* amostras A e D, de profundidade 0–10 cm e 10-20cm respectivamente, e *Dendrocalamus asper* amostras G e J de profundidade 0 -10 cm e 10- 20 cm respectivamente.

Amostra	Índices (%)			S
	R_{wp}	R_{F^2}	R_p	
TFSA-A	11	18	9	1,22
TFSA-D	15	18	12	1,48
TFSA-G	12	16	9	1,22
TFSA-J	11	15	8	1,14
Areia-A	20	15	15	1,97
Areia-D	20	18	16	1,92
Areia-G	21	19	15	1,94
Areia-J	19	14	14	1,76
Silte-A	16	19	11	1,61
Silte-D	18	17	12	1,81
Silte-G	14	17	11	1,48
Silte-J	13	15	10	1,34
Arg-A	11	13	8	1,26
Arg-D	11	14	8	1,18
Arg-G	10	13	9	1,22
Arg-J	11	12	8	1,26

Fonte: O autor.

O refinamento utilizando a função 3.45 da radiação de fundo, tabela 5.9, apresentou os seguintes resultados.

Na TFSA foram encontrados pelo refinamento valores entre 41,3 % e 54,8 % de Caulinita; Quartzo, entre 34,6 % e 42,1 %; Rutilo, entre 1,4 % e 5,1 %; Ilmenita, entre 0,7 % e 2,1 %; Anatásio, entre 4,6 % e 6,7 %; Gibbsita, entre 1,8 % e 2,3 % , e Montmorilonita, entre 0,4 % e 0,6 %.

Na fração areia foram encontrados pelo refinamento valores entre 17,1 % e 25,2 % de Caulinita; rutilo, entre 0,9 % e 3,8 %; Quartzo, entre 69,3 % e 77,0 %; Ilmenita, entre 3,6 % e 5,2 %.

Na fração silte foram encontrados valores entre 21,1 % e 31,0 % de Caulinita; entre 1,4 % e 4,0 % de Rutilo; entre 63,3 % e 70,6 % de Quartzo; entre 2,3 % e 5,4 % de Ilmenita; e apenas nas amostras Silte-A e Silte-D foram identificados entre 3,1 % e 2,0 % de Calcita, respectivamente.

Na fração argila foram encontrados entre 80,0 % e 84,7 % de Caulinita; entre 1,8 % e 2,4 % de Goethita; entre 0,8 % a 0,9 % de Rutilo; entre 1,0 % e 1,6 % de Quartzo; entre 6,0 % e 9,8 % de Anatásio; entre 3,4 % e 5,1 % de Gibbsita; entre 0,4 % a 0,6 % de Montmorilonita, e entre 0,9 % e 1,5 % de Calcita.

Os minerais predominantes na TFSA, assim como nas frações areia, silte e argila, foram Caulinita e Quartzo.

O refinamento utilizando a função 3.46 da radiação de fundo, tabela 5.10, apresentou os seguintes resultados.

Na TFSA foram encontrados pelo refinamento valores entre 38,3 % e 48,1 % de Caulinita; Quartzo, entre 41,6 % e 45,5 %; Rutilo, entre 1,3 % e 9,1 %; Ilmenita, entre 0,7 % e 2,3 %; Anatásio, entre 4,4 % e 4,9 %; Gibbsita, entre 1,6 % e 2,2 %; e entre 0,6 % a 1,0 % de Montmorilonita.

Na fração areia foram encontrados pelo refinamento valores entre 9,6 % e 21,7 % de Caulinita; rutilo, entre 1,0 % e 6,7 %; Quartzo, entre 73,2 % e 80,8 %; ilmenita, entre 4,3 % e 6,9 %.

Na fração silte foram encontrados valores entre 12,1 % e 24,9 % de Caulinita; entre 1,7 % e 4,7 % de Rutilo; entre 65,7 % e 79,8 % de Quartzo; entre 3,0 % e 6,2 % de ilmenita; e apenas nas amostras Silte-A e Silte-D foram identificados entre 2,9 % e 1,4 % de Calcita, respectivamente.

Na fração argila foram encontrados entre 73,8 % e 84,3 % de Caulinita; entre 1,9 % e 5,4 % de Goethita; entre 0,7 % e 1,5 % de Rutilo; entre 1,4 % e 2,3 % de Quartzo; entre 3,7 %

e 6,7 % de Anatásio; entre 4,9 % e 6,7 % de Gibbsita; entre 0,7 % a 1,3 % de Montmorilonita, e entre 0,6 % e 2,7 % de Calcita.

Os minerais predominantes na TFSA, assim como nas frações areia, silte e argila, foram Caulinita e Quartzo.

Portanto, os resultados utilizando a função 3.45 da radiação de fundo foram semelhantes aos resultados com o uso da função 3.46, não ocorrendo variações nas tendências observadas. Demonstrando que mesmo com a complexidade de múltiplas fases cristalinas presente em solos, ambas as funções podem ser utilizadas para o refinamento dessas estruturas.

Os resultados de quantificação estão condizentes com os dados de FRX tanto por WDS quanto por EDS, com exceção dos valores para os óxidos de ferro que não foram identificados em grandes quantidades, assim a presença significativa de ferro na FRX em parte pode ser atribuída a possíveis substituições isomórficas e também a material amorfo. Sendo comum a substituição isomórfica como identificado em Silva e Silva (2013) em que foram estudadas propriedades físico-químicas da caulinita com diferentes tamanhos de partículas.

Tanto nas amostras de TFSA quanto nas frações, observa-se, de forma geral, uma tendência da quantidade do mineral Caulinita aumentar com a profundidade. E apenas para TFSA e Silte uma diminuição de Quartzo com a profundidade. Isso pode estar relacionado ao processo de lixiviação, em que os minerais secundários seriam carregados pela solução formada por água e minerais Melo et al. (2009).

Em relação aos diferentes tipos de vegetação, notou-se aumento de caulinita, diminuição de rutilo e ilmenita no solo com vegetação de bambu *Dendrocalamus asper*. Embora as coletas das amostras de solo tenham sido muito próximas, as amostras sob cultivo de *Dendrocalamus asper* estavam mais próximas de uma região com maiores quantidades de bambus, com maiores quantidades de matéria orgânica, ou serrapilheira, depositada. O que segundo Cunha et al. (1993) pode influenciar na disponibilização de macronutrientes para o solo, além do aumento da acidez no solo, contribuindo para o intemperismo dos minerais. No entanto, o teor de matéria orgânica será determinado apenas em trabalhos futuros, assim, está hipótese poderá ser testada posteriormente.

6 CONCLUSÃO E TRABALHOS FUTUROS

6.1 CONCLUSÃO

A composição elementar obtida por FRX e mineral por FTIR e MR-DRX do solo nas profundidades estudadas não apresentaram variações expressivas em relação às diferentes espécies de bambu, e mantiveram-se inalteradas entre os períodos de coleta, em que as técnicas preliminares como EDS e WDS, em ambas as coletas, apresentaram predominância em ordem decrescente dos elementos Si, Al, Fe e Ti, constituindo 97% do total, e outros em menores quantidades como Ca, Na, K, Cl.

As técnicas de FTIR e DRX possibilitaram identificar no Gleissolo, os minerais Caulinita, Montmorilonita, Quartzo, Goethita, Rutilo, Anatásio, Calcita, Ilmenita e Gibbsita, tanto no solo coletado em 2016 quanto no solo coletado em 2018.

A utilização tanto da função polinômio Chebyshev do primeiro tipo, quanto a função série cosseno de Fourier com um termo constante, para radiação de fundo empregadas no MR-DRX, apresentaram resultados semelhantes e os índices de qualidades bons e compatíveis com os encontrados na literatura, demonstrando que ambas podem ser utilizadas para o refinamento de solos. O MR-DRX utilizando ambas as funções, possibilitou a quantificação das fases dos minerais, do solo coletado em 2016. Sendo a TFSA composta predominantemente por 45% de Caulinita e 45% de Quartzo, Areia em média 17% Caulinita e 75% Quartzo, Silte em média 22% Caulinita e 70% Quartzo, e a Argila em média 80% Caulinita, 9% Anatásio, 1,5% Quartzo.

Em relação aos diferentes tipos de vegetação, notou-se aumento de Caulinita, diminuição de Rutilo e Ilmenita no solo com vegetação de bambu *Dendrocalamus asper*. Essa variação poderá ser melhor investigada ao determinar o teor de matéria orgânica em ambos os solos.

6.2 TRABALHOS FUTUROS

- Determinar o teor de matéria orgânica em ambos os solos e analisar possíveis variações na densidade de partícula.
- Classificar os solos estudados segundo suas profundidades e seus respectivos horizontes.

- Aplicar o método de Rietveld para quantificação dos minerais presentes no solo coletado em 2018 e comparar com os dados do solo coletado em 2016.
- Investigar o ferro em material amorfo e em suas possíveis substituições isomórficas.
- Utilizar técnica de análise multivariada para correlacionar as os dados obtidos.

REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, W. L. de. **Quantificação mineral das fases cristalinas de um Argissolo Amarelo pelo Método de Rietveld**. 2015. Dissertação (Mestrado em Ciências – Área de concentração: Física), Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ponta Grossa, 2015.
- ANTAO S M, HASSAN I, WANG J, LEE P L, TOBY B H. State-of-the-art high-resolution powder x-ray diffraction (HRPXR) illustrated with Rietveld structure refinement of quartz, sodalite, tremolite, and meionite. **The Canadian Mineralogist**, v. 46, 1501-1509, 2008.
- BALAN, et al. First-principles study of the OH stretching modes of gibbsite. **American Mineralogist**, v. 91, p. 115-119, 2006.
- BARBOSA, G. S. **Uso de atributos do solo na identificação de limites para preservação de Veredas no Mato Grosso do Sul**. 2016 (Dissertação de Mestrado) - Faculdade de Engenharia – UNESP, Ilha Solteira – SP, 2016.
- BERNINI, T. A. **Caracterização mineralógica, identificação das substâncias húmicas e quantificação do alumínio em solos da formação Solimões- Acre**. 2010 (Dissertação de Mestrado) - Universidade federal rural do rio de janeiro, Seropédica, 2010.
- BERTONI, J.; LOMBARDI-NETO, F. **Conservação do solo**. São Paulo: Ícone, 1990. 368p.
- BISH, D. L.; VON DREELE, R. B. Rietveld refinement of Non-Hydrogen Atomic positions in Kaolinite. **Clays and Clay Minerals**, v. 37. p. 289-296, Keokuk, Iowa, USA. 1989.
- BLAKE R L, HESSEVICK R E, ZOLTAI T, FINGER L W. Refinement of the hematite structure. Elba, Italy: **American Mineralogist**, v. 51, p.123-129, 1966.
- BRINATTI, A. M. et al. Mineralogical characterization of a highly-weathered soil by the Rietveld Method. **Scientia Agricola**, v. 67, n. 4,p.454-464,2010.
- CASTILHOS, R.M. et al. Mineralogia e fontes de potássio em solos no rio grande do sul cultivados com arroz irrigado. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 26, p.579-587, 2002.
- CORINGA, E. A. O. et al. Atributos de solos hidromórficos no Pantanal Norte Matogrossense. **Acta Amazonica**. v. 42, p. 19-28, 2012.
- CULLITY, B. D. **Elements of X-Ray**. Massachusetts: Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 1978. 555 p.
- CUNHA, G. C. et al. Dinâmica nutricional em floresta estacional decidual com ênfase aos minerais provenientes da deposição da serapilheira. **Ciência Florestal**, Santa Maria, v. 3, n. 1, p. 35-64, 1993.
- DONAGEMMA, G. K. Análise Granulométrica. In: **Manual de Métodos de Análise de Solo**. 3. ed. rev. e aum. Brasília, DF: Embrapa, 2017.

DRITS, V. A., ZVIAGINA, B. B.; MCCARTY, D. K.; SALYN, A. L. Factors responsible for crystal-chemical variations in the solid solutions from illite to aluminoceladonite and from glauconite to celadonite. **American Mineralogist**. v. 95, p. 348-361, 2010.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. 2. ed. Rio de Janeiro, Brasília, DF: Embrapa, 2006.

FERREIRA, M. M. **Caracterização física do solo**. In: Física do Solo. Editor Lier, Q. de J. van.1 ed. Viçosa. MG: Sociedade Brasileira de Ciências do Solo, 2010.

FORATO, L. A. et al. **A Espectroscopia na região do Infravermelho e algumas aplicações**, São Carlos: Embrapa Instrumentação Agropecuária, 2010.

FRAGA, T. I. et al. Suprimento de potássio e mineralogia de solos de várzea sob cultivos sucessivos de arroz irrigado. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 33, p.497-506, 2009.

GADSDEN, J. A. **Infrared Spectra of Minerals and Related Inorganic Compounds**. Chichester: Butterworth, 1975. 2. ed. 77 p.

GRAF D L. Crystallographic tables for the rhombohedral carbonates. **American Mineralogist**, v. 46, p.1283-1316, 1961.

GUALTIERI, A. F.; VENTURELLI, P. In situ study of the goethite-hematite phase transformation by real time synchrotron powder diffraction. **American mineralogist**, v.84, p.895-904, 1999.

GUIMARÃES, S. T. et al. Caracterização e classificação de Gleissolos da várzea do rio Solimões (Manacapuru e Iranduba), Amazonas, Brasil. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 37, p.317-326, 2013.

HAMMOND, C. **The basics of Crystallography and Diffraction**. New York: Oxford University Press, 1998. 249 p.

HILLEL, D. Soil Structure and Aggregation. In: **Introduction to Environmental Soil Physics**. Burlington, Massachusetts, USA: Elsevier Academic Press, 2004. p. 73–89.

HORN M, SCHWERDTFEGER C F, MEAGHER E P. Refinement of the structure of anatase at several temperatures. **Zeitschrift fur Kristallographie**, v. 136, p. 273-281, 1972.

KER. J. C. et al. **Pedologia: fundamentos**. 1. ed. Viçosa: SBCS, 2012.

LAL, R.;SHUKLA,M. K.**Principles of Soil Physics**. New York: Marcel Dekker, 2004. 682p.

LARSON, A. C.; DREELE, R. B. V. **GSAS – General Structure Analysis System**. Los Alamos: Los Alamos National Laboratory, 2004. 224 p.

LEITE, W. C. **Qualidade de Refinamento do Método de Rietveld em Amostras de Solo**. 2012. Dissertação (Mestrado em Ciências – Área de concentração: Física), Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ponta Grossa, 2012.

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

LIER, Q. J. V. **Física do solo**. 1. Ed. Viçosa: SBCS, 2010.

LOPES, E. L. N. et al. Características químicas de um Gleissolo sob diferentes sistemas de uso, nas margens do rio Guamá, Belém, Pará. **Boletim do Museu Paraense Emílio Goeldi, Ciências Naturais**, Belém, v. 1, n. 1, p. 127-137, 2006.

MARTINS, E. C. **Caracterização e quantificação mineralógica da fração argila do horizonte Bi de cambissolos da região de irati, Parana, pelo método de rietveld**. 2015. Dissertação (Mestrado em Química aplicada), Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ponta Grossa, 2010.

MASCARENHAS, Y. P. Crystallography before the Discovery of X-Ray Diffraction. **Rev. Bras. Ensino Fís.** [online]. 2020, vol.42. Epub 02-Mar-2020. ISSN 1806-9126.

MEHMEL, M. Uber die Struktur von Halloysit und Metahalloysit. **Zeitschrift Fur Kristallographie**, v. 90, p. 34 – 43, 1935.

MELO, F. V. et al. Caracterização física, química e mineralógica de solos da colônia agrícola do apiaú (roraima, amazônia), sob diferentes usos e após queima. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**. v. 30, p.1039-1050, 2006.

MELO, V.F.; MATTOS, J.M.S.M.; LIMA, V.C. Methods for concentration of minerals in the clay fraction 2:1 side seeking their identification by X-ray diffraction. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, 33: 527-539. 2009.

TOLEDO, M.C.M.; OLIVEIRA, S.M.B.; MELFI, A.J. Da rocha ao Solo – Intemperismo e pedogênese. In: TEIXEIRA, W.; FAIRCHILD, T.R.; TOLEDO, M.C.M.; TAIOLI, F. **Decifrando a Terra**. 2. ed. São Paulo: IBEP Editora Nacional-Conrad, 2009. p.128-239.

BARTHELMY, D. **Mineralogy database**. Disponível em: <http://www.webmineral.com>. Acesso em: 12 jan. 2021.

NASCIMENTO FILHO, V.F. **Técnicas analíticas nucleares de fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF) e por reflexão total (TXRF)**. Piracicaba: Depto. de Ciências Exatas; CENA, Laboratório de Instrumentação Nuclear, 1999.32p. Disponível em: http://www.cena.usp.br/apostilas/Virlio/CEN-5723/EDXRF_TXRF.doc. Acesso em: 25 mar. 2020.

PAVIA, D.L. et al., **Introdução à Espectroscopia**, Ed. Cengage Learning, 2010.

PECHARSKY, V. K.; ZAVALIJ, P. Y. **Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials**: New York: Springer, 2005. 713 p.

PRANDEL, L. V. **Integração de métodos de caracterização mineralógica de solos caulínicos**. 2015. Tese (Doutorado em Ciências – Área de concentração: Física), Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2015.

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

RICHARDSON, S. M.; RICHARDSON J. W. Crystal structure of a pink muscovite from Archer's Post, Kenya: Implications for reverse pleochroism in dioctahedral micas. **American Mineralogist**. v. 67, p. 69-75, 1982.

ROSOLEN, V. et al. On the link between soil hydromorphy and geomorphological development in the Cerrado (Brazil) wetlands. **Catena**, v.176, p.197-208, 2019.

RUSSEL, J. D.; FRASER, A. R. Infrared methods. In: WILSON, M. J. **Clay Mineralogy: Spectroscopic and Chemical Determinative Methods**. 1. ed. CHAPMAN & HALL, London. 1994, p. 11-64.

SILVA E SILVA, M. **propriedades físico-químicas de caulinita com diferentes tamanhos de partículas**. 2013 (Tese de Doutorado) Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2013.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, T. A. **Princípios de análise instrumental**. 5. ed. São Paulo: Bookman, 2002.

SOLOMONS, T. W. G.; FRYHLE, C. B.; **Química Orgânica**, 8. ed., LTC - Livros Técnicos e Científicos Editora S.A: Rio de Janeiro, 2005.

SOUZA JÚNIOR, V.S et al. Caracterização e classificação de solos tiomórficos da várzea do rio coruripe, no estado de alagoas. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**. v. 25, p. 977-986, 2001.

SURYANARAYANA, C.; GRANT NORTON, M. **X-Ray diffraction - a practical approach**: New York : Plenum Press, 1998. 273 p.

SWOPE R J, SMYTH J R, LARSON A C. Single-crystal neutron and X-ray diffraction study of H in rutile Sample: X-ray; synthetic, T = 300 K. **American Mineralogist**, v. 80, p. 448-453, 1995.

STEVENSON, M. **Manual ARL 9900 Intellipower Series, N° AA83654-02**, Waltham, Massachusetts, EUA. Thermo fisher scientific, 2007.

VELDE, B. (Ed.) **Origin and Mineralogy of Clay: Clays and the Environment**. Berlin: Springer, 1995. 334p.

VELDE, B. **Introduction to Clay Minerals: Chemistry, origins, uses and environmental significance**. Berlin: Springer, 1992. 198p.

VIANI, A.; GUALTIERI, A.; ARTIOLI, G. The nature of disorder in montmorillonite by simulation of X-ray powder patterns. **American Mineralogist**. v. 87, p. 966-975, 2002.

WECHSLER B A, PREWITT C T. Crystal structure of ilmenite (FeTiO₃) at high temperature and high pressure. **American Mineralogist**, v. 69, p. 176-185, 1984.

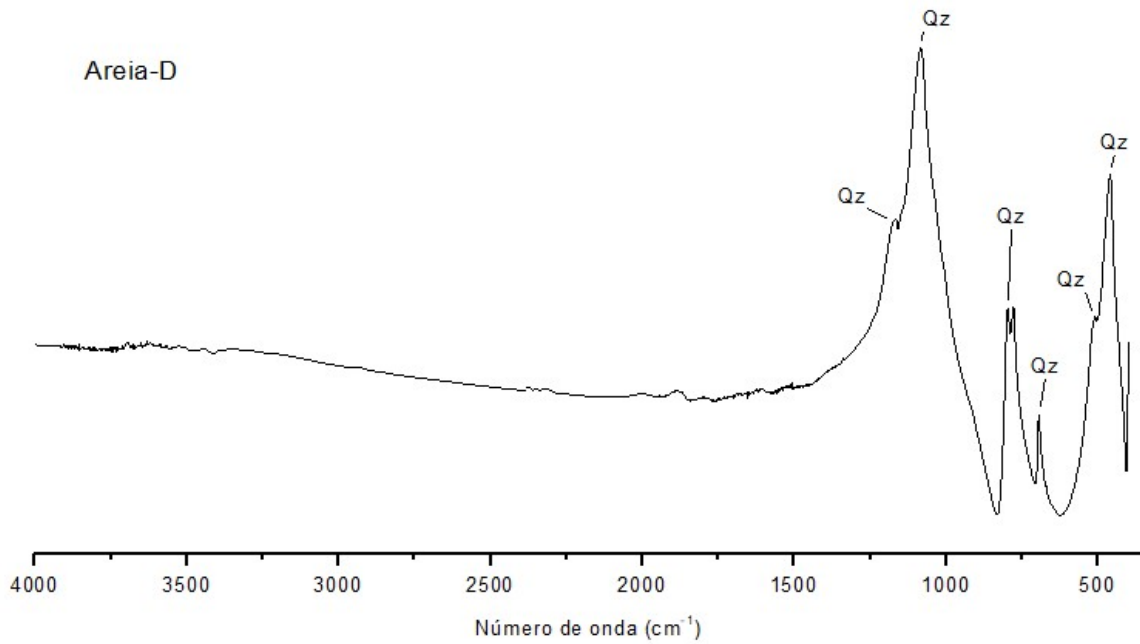
WECHSLER, B. A.; LINDSLEY, D. H.; PREWITT, C. T. Crystal structure and cation distribution in titanomagnetites ($\text{Fe}_{3-x}\text{Ti}_x\text{O}_4$). **American Mineralogist**. v. 69, p. 754-770, 1984.

WYCKOFF, R. W. G. Crystal Structures. **American Mineralogist**. p. 239-444, 1963.

YANAGUISAWA, V. A. **Caracterização mineralógica de um neossolo flúvico por técnicas de Espectroscopia, Microscopia e Difração de raios x**. 2019 (Dissertação de Mestrado) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2019.

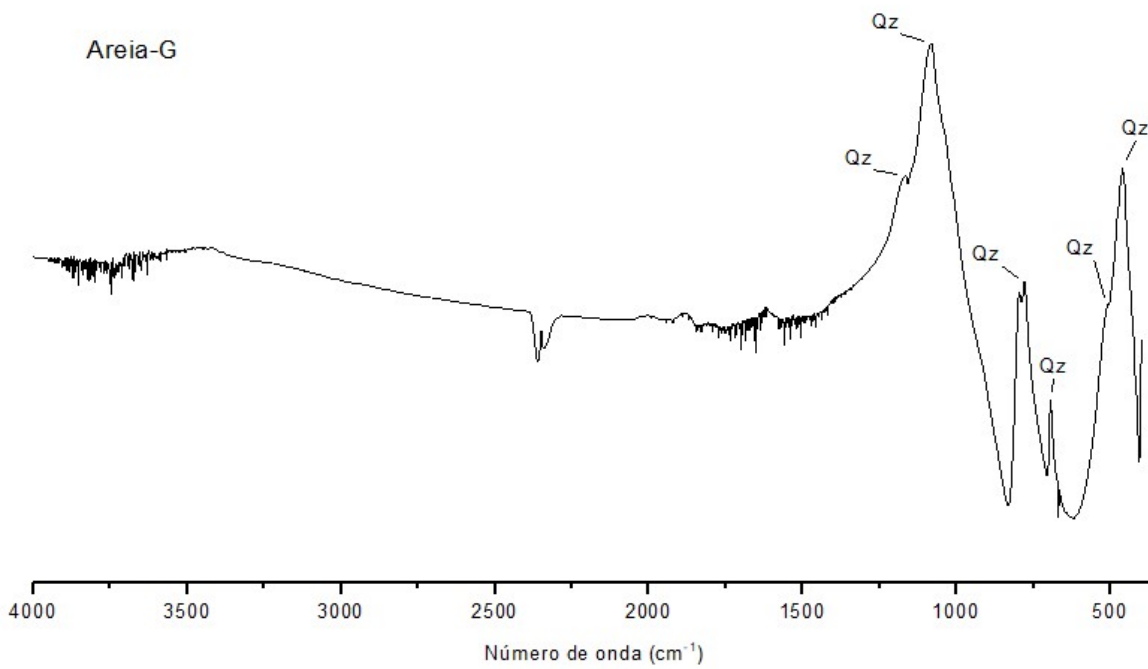
APÊNDICE A- GRÁFICOS DAS ANÁLISES DE FTIR

Figura A1- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra areia-D, de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2016. Quartzo (Qz).



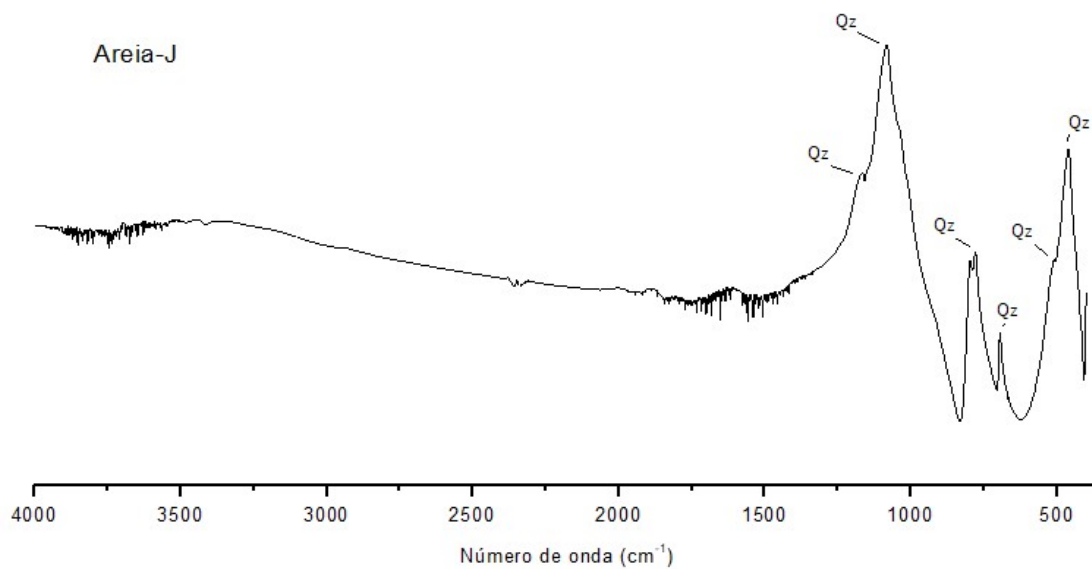
Fonte: O autor.

Figura A2- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra areia-G, de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2016. Quartzo (Qz).



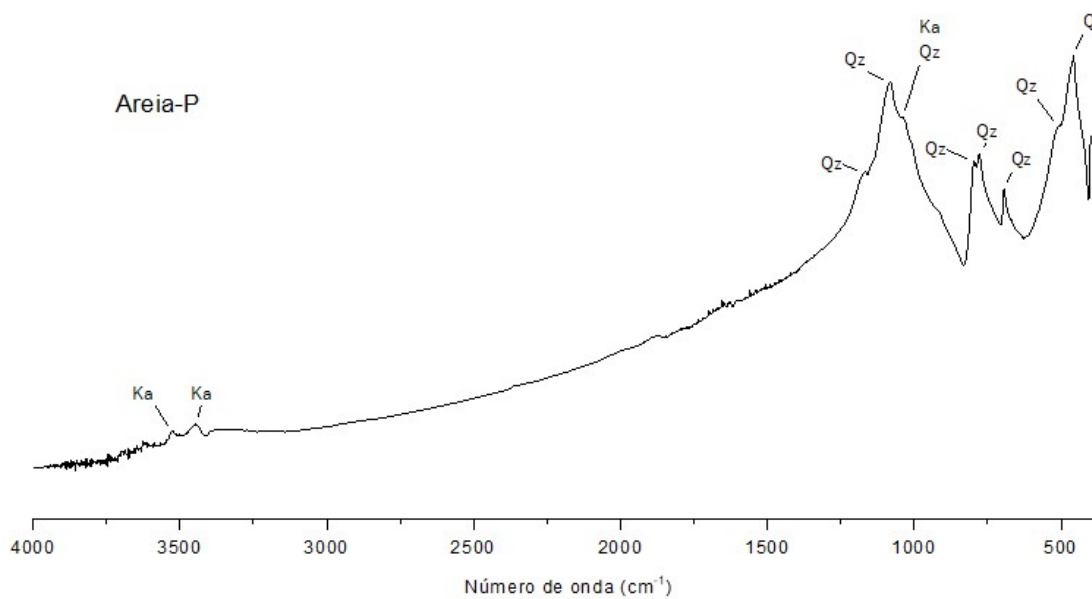
Fonte: O autor.

Figura A3- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra areia-J, de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2016. Quartzo (Qz).



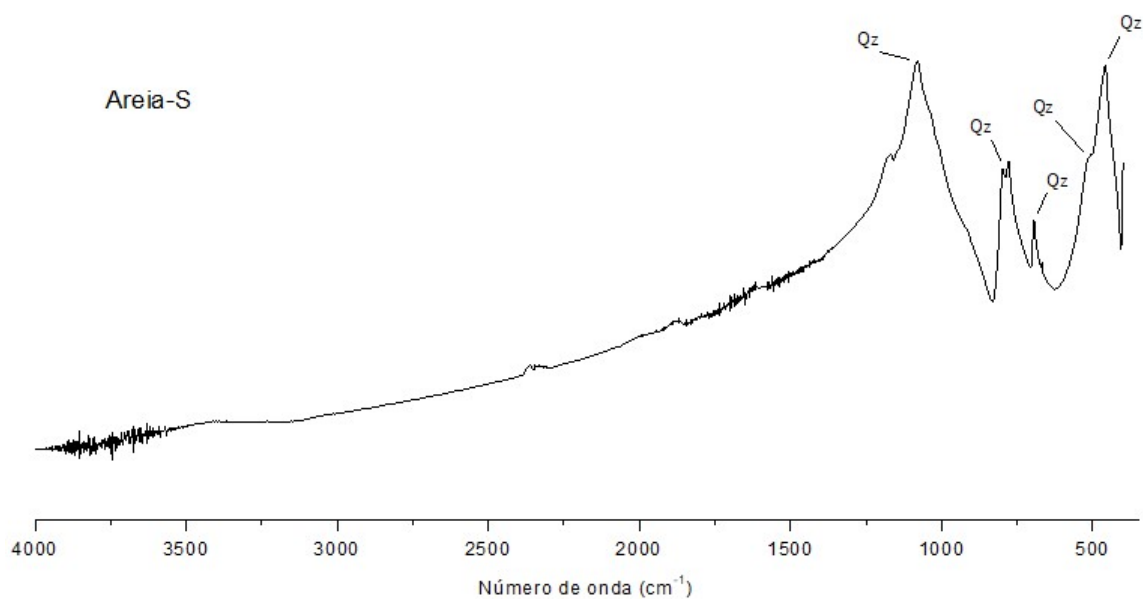
Fonte: O autor.

Figura A4- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra areia-P, de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2018. Quartzo (Qz) e Caulinita (Ka).



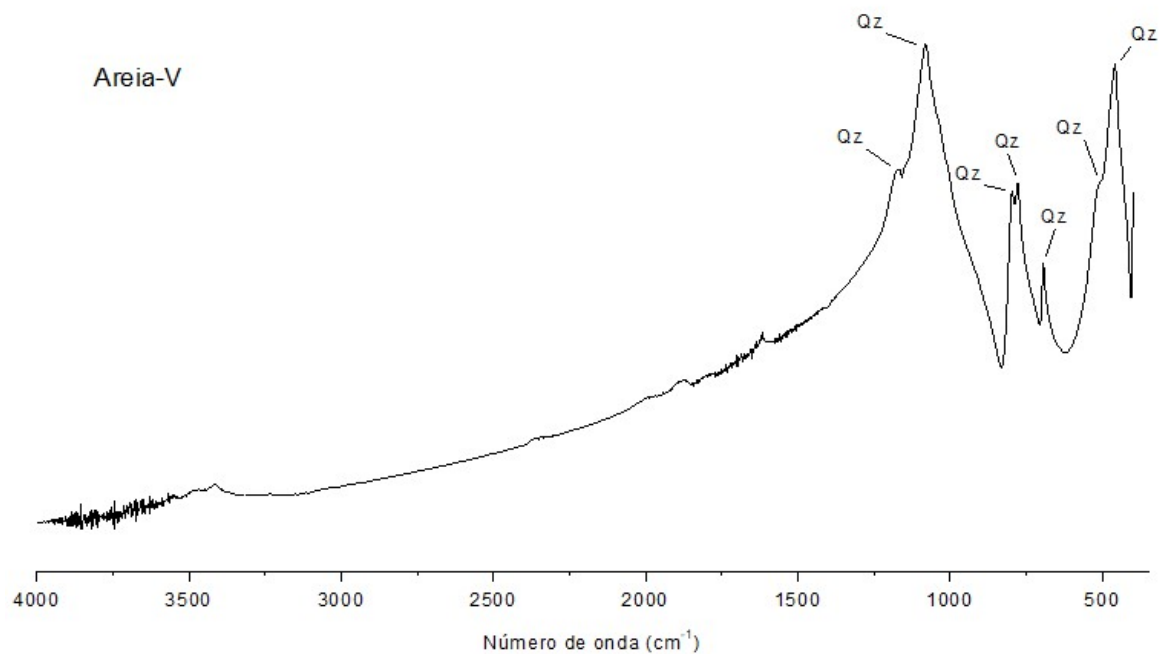
Fonte: O autor.

Figura A5- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra areia-S, de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2018. Quartzo (Qz).



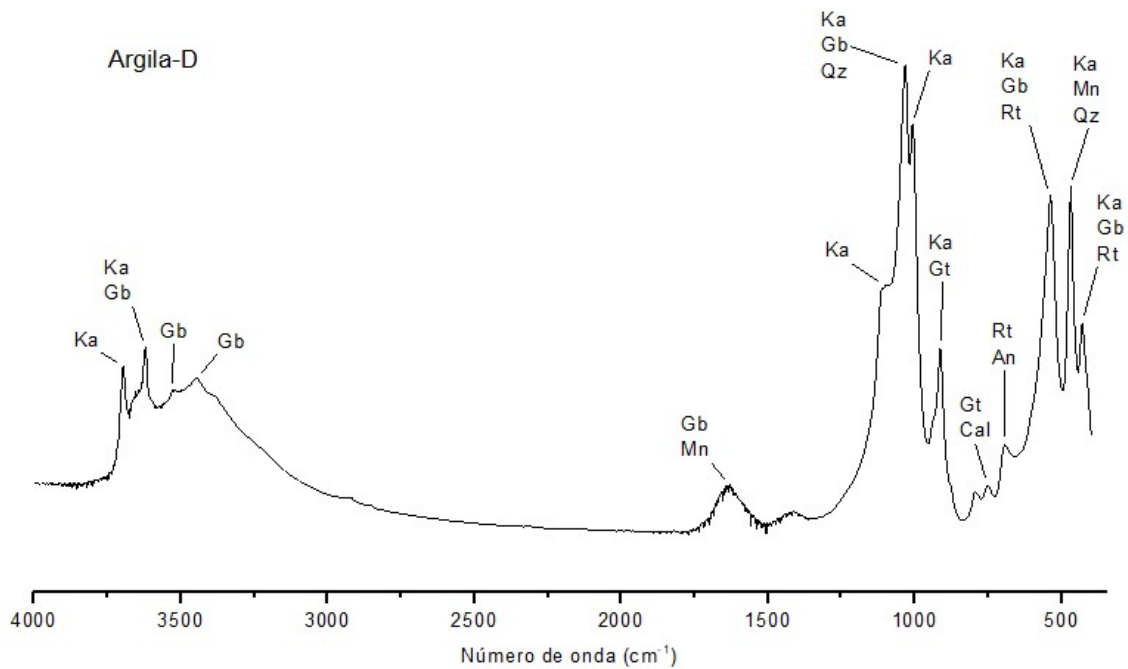
Fonte: O autor.

Figura A6- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra areia-V, de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2018. Quartzo (Qz).



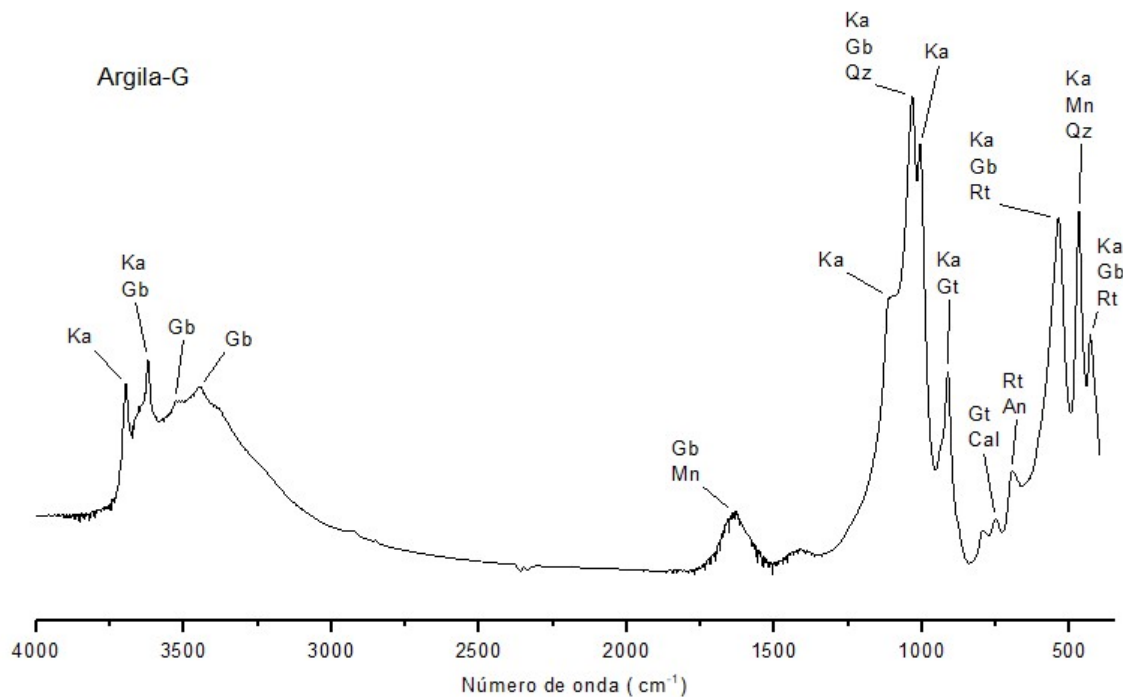
Fonte: O autor.

Figura A7- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra argila-D de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia* coletado em 2016. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



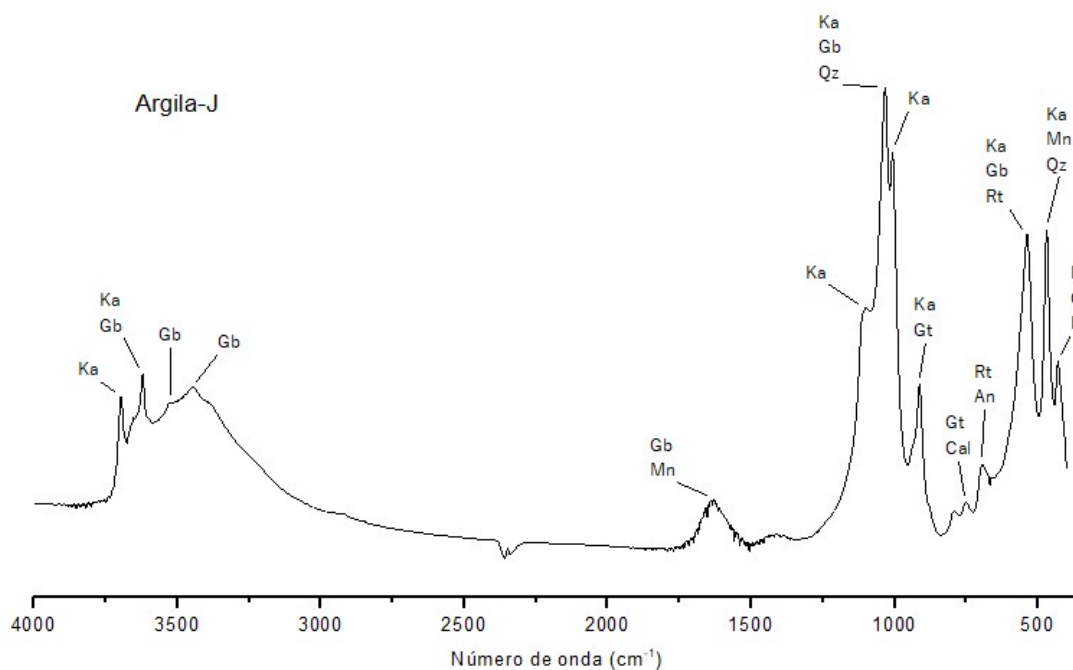
Fonte: O autor.

Figura A8- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra argila-G de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2016. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



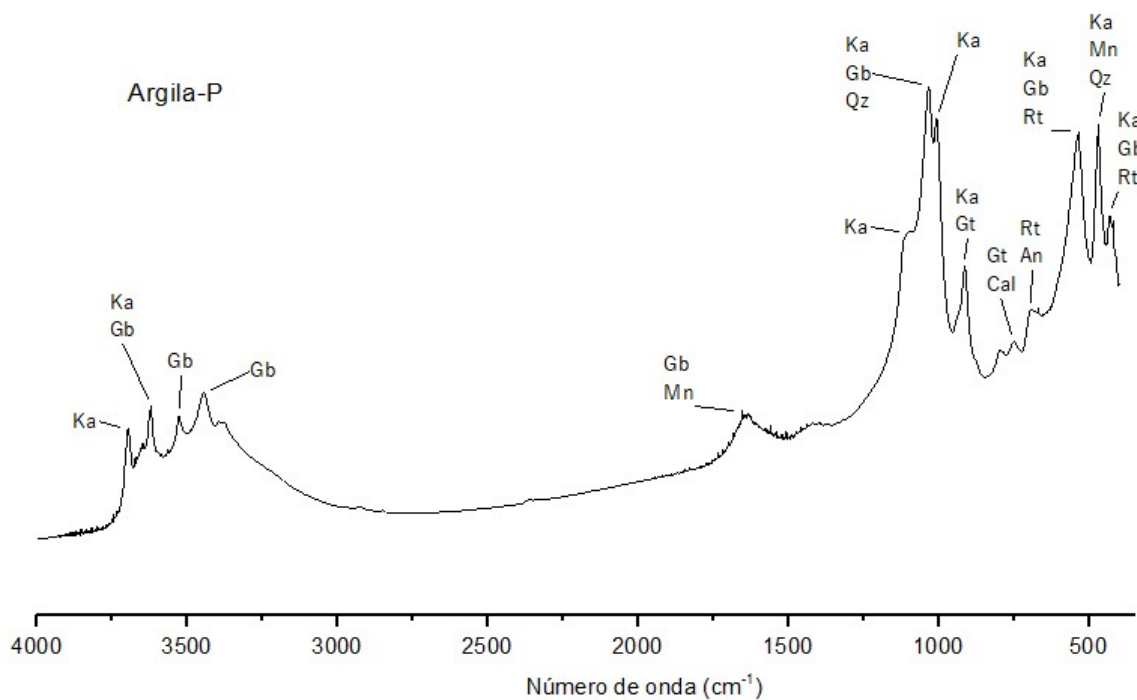
Fonte: O autor.

Figura A9- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra argila-J de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2016. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



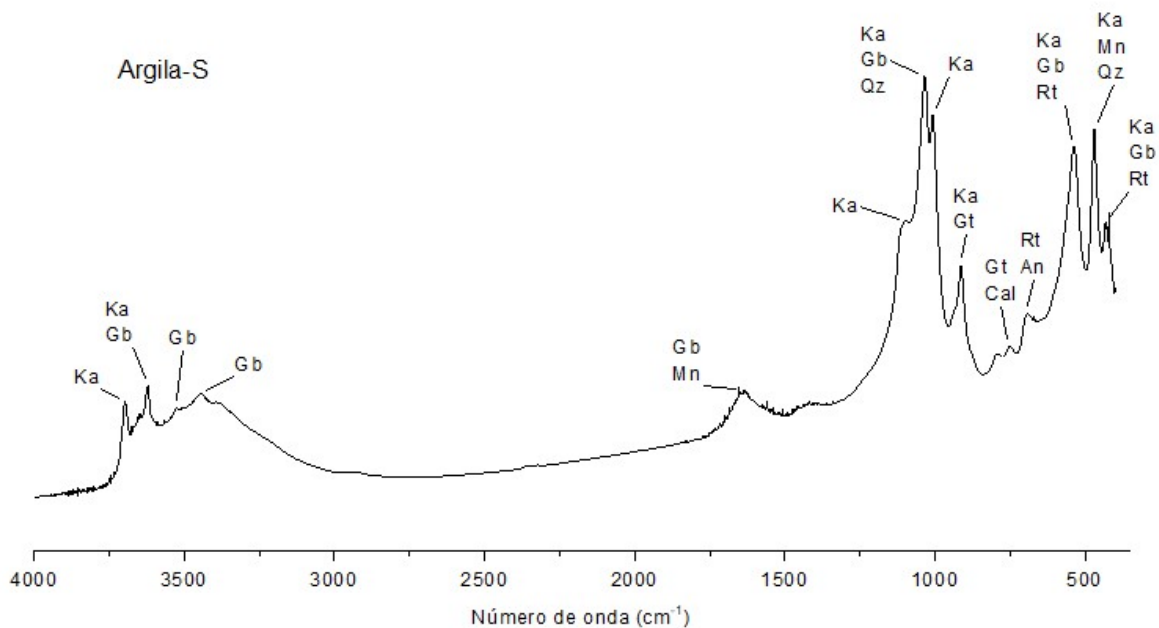
Fonte: O autor.

Figura A10- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra argila-M de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2018. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



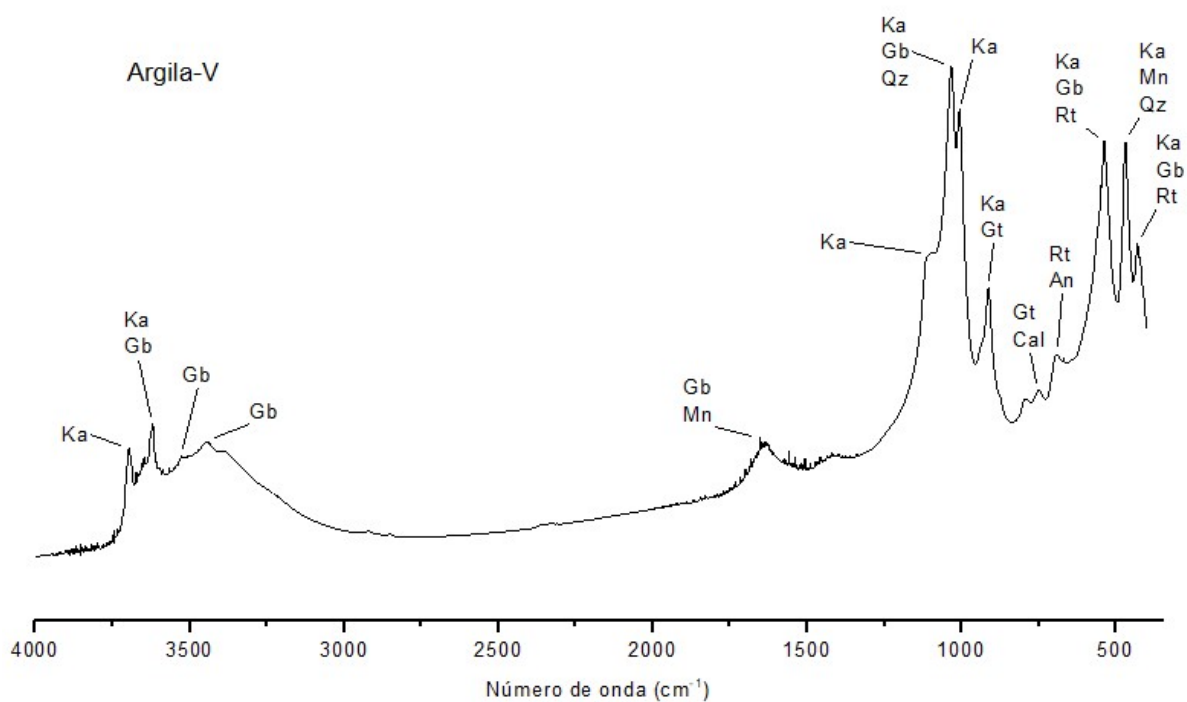
Fonte: O autor.

Figura A11- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra argila-S de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2018. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



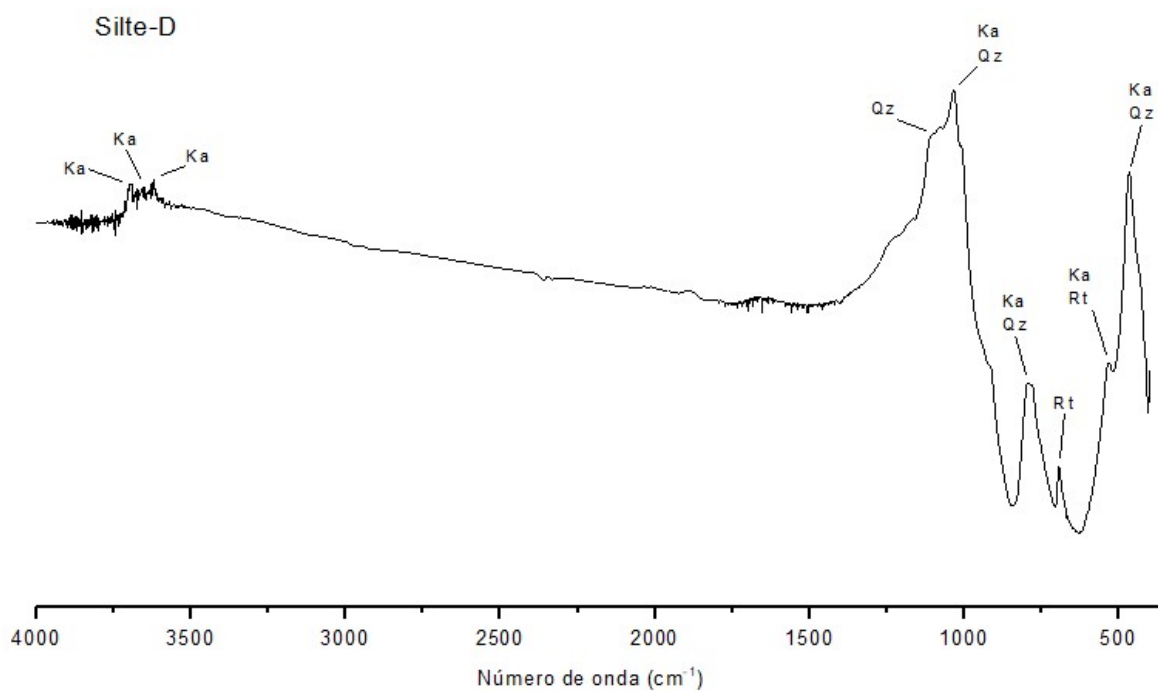
Fonte: O autor.

Figura A12- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra argila-V de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2018. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



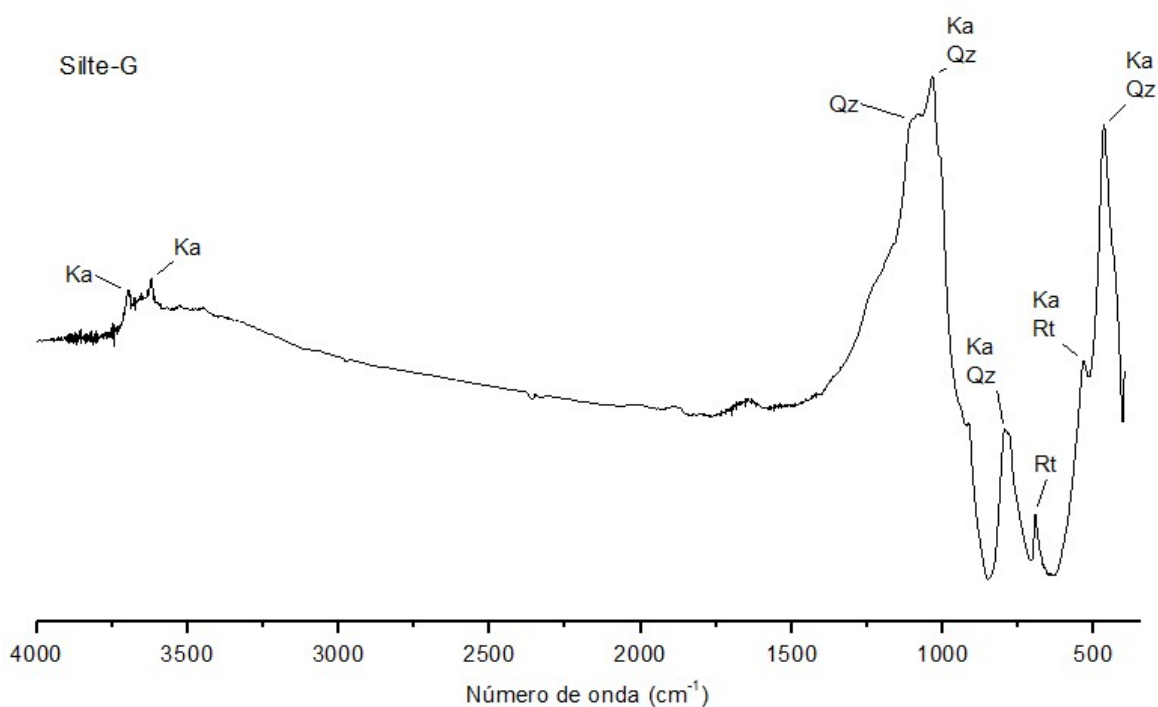
Fonte: O autor.

Figura A13- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra silte-D de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2016. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz) e Rutilo (Rt).



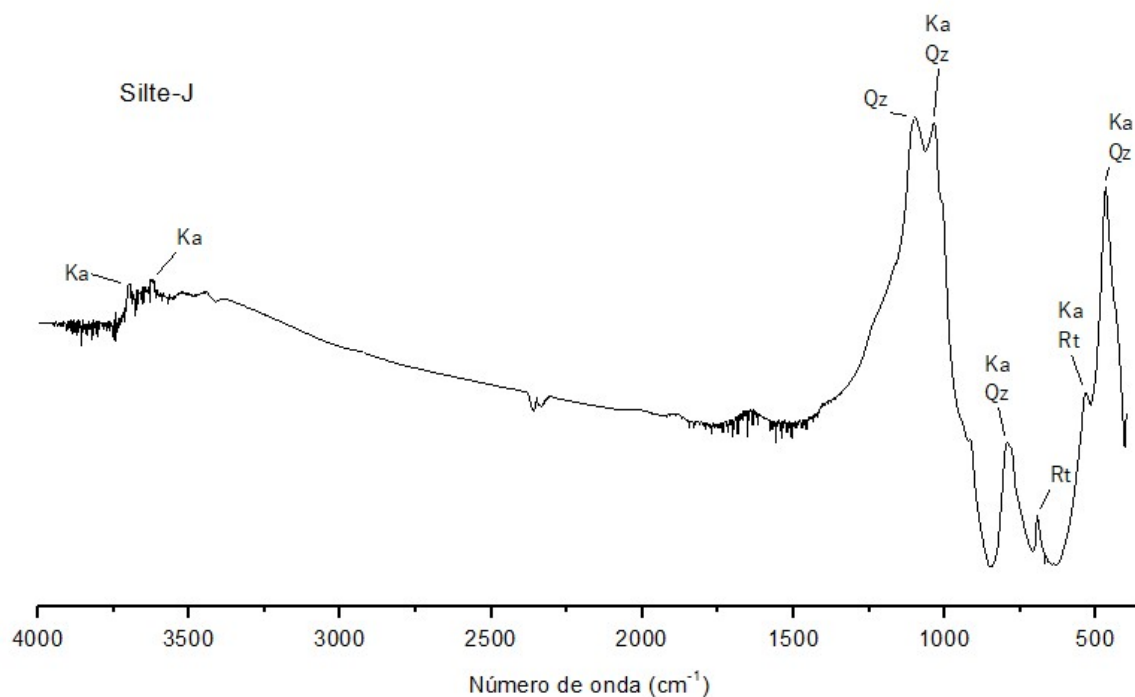
Fonte: O autor.

Figura A14- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra silte-G de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2016. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz) e Rutilo (Rt).



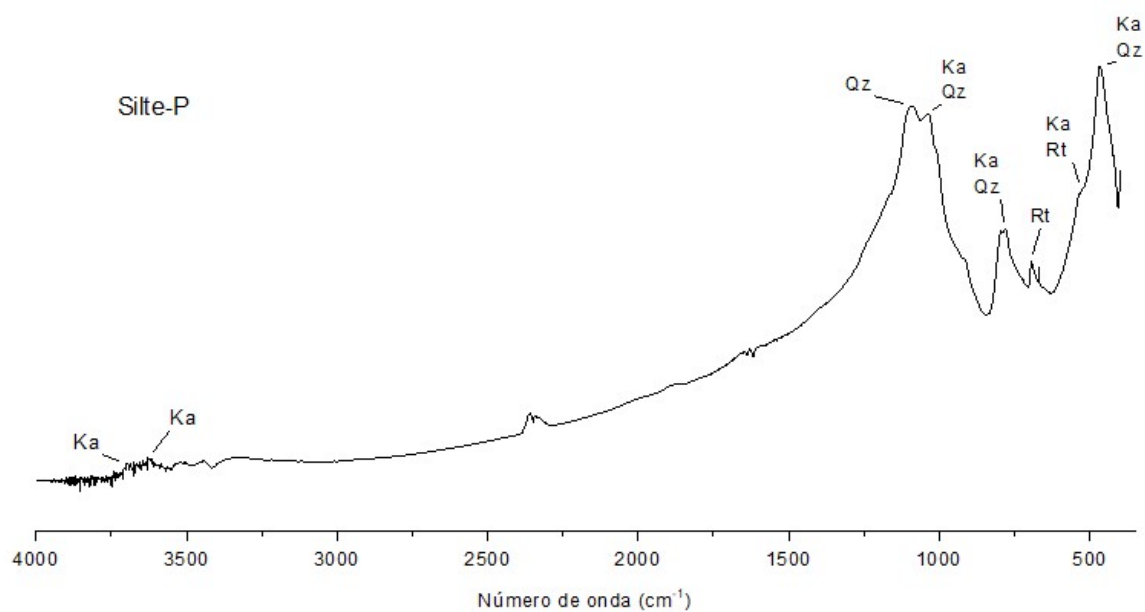
Fonte: O autor.

Figura A15- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra silte-J de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2016. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz) e Rutilo (Rt).



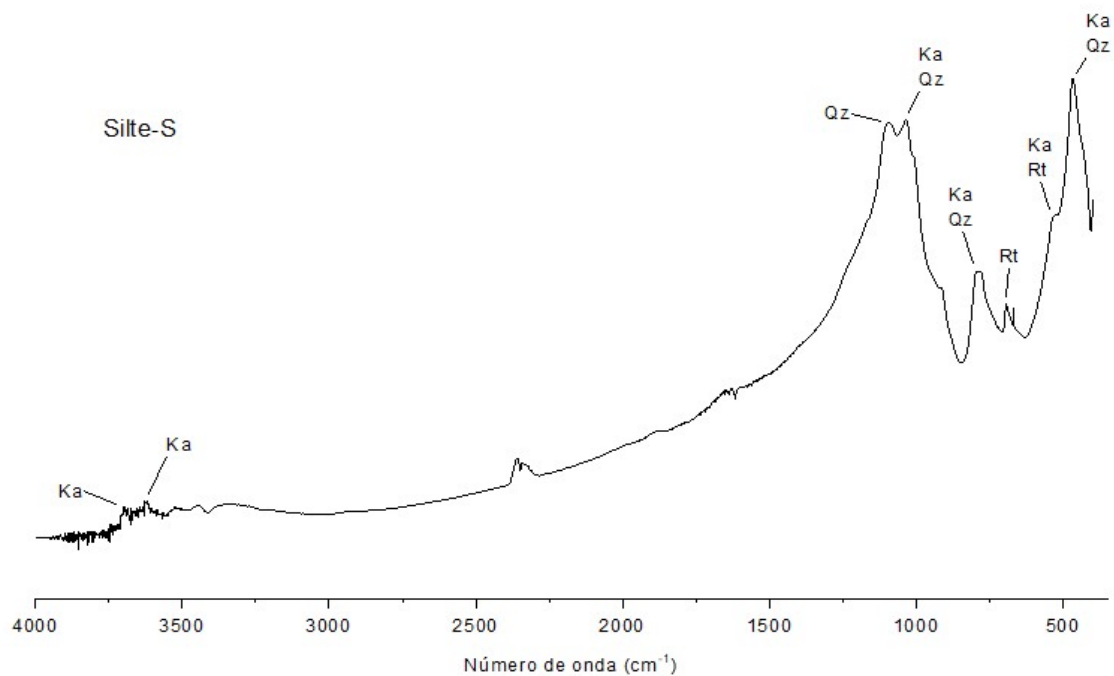
Fonte: O autor.

Figura A16- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra silte-P de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2018. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz) e Rutilo (Rt).



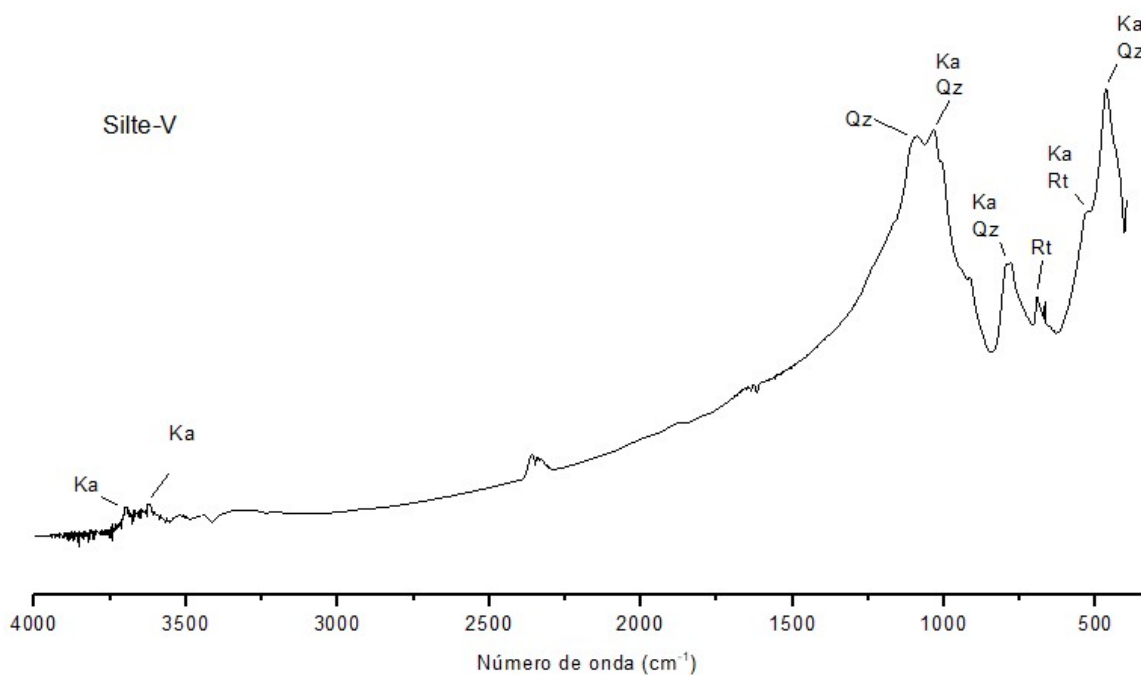
Fonte: O autor.

Figura A17- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra silte-S de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2018. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz) e Rutilo (Rt).



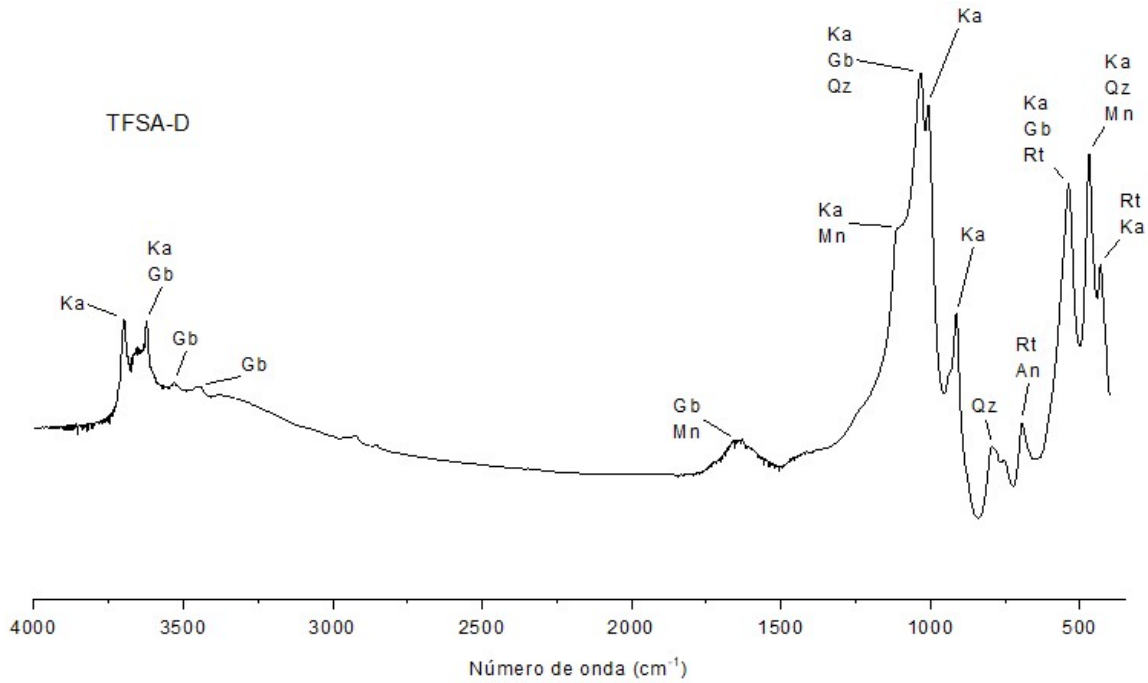
Fonte: O autor.

Figura A18- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra silte-V de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2018. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz) e Rutilo (Rt).



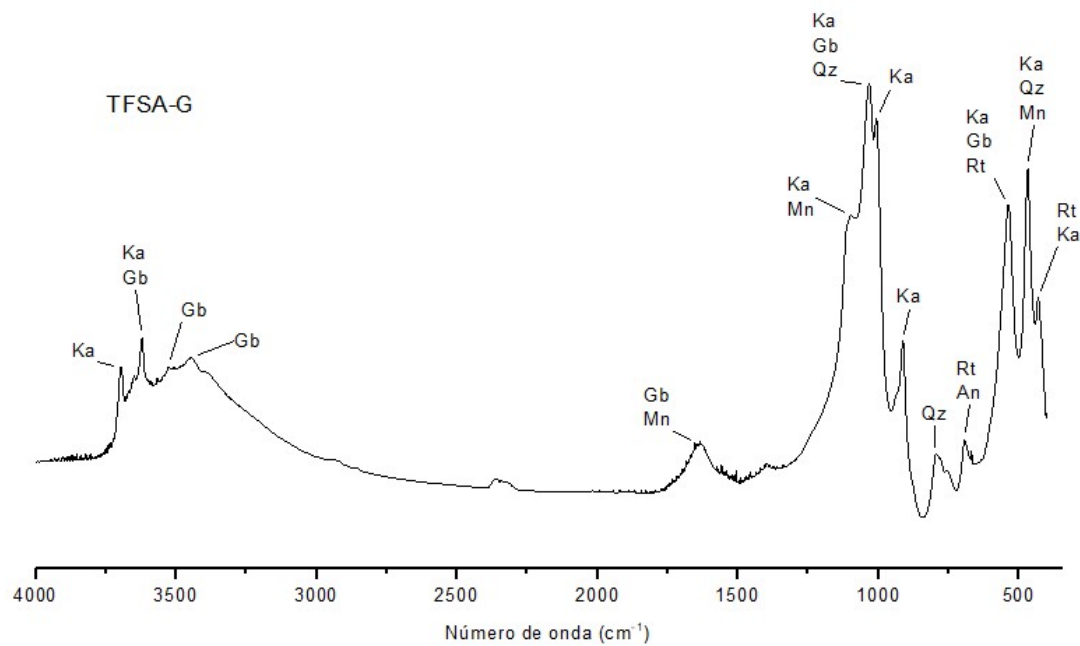
Fonte: O autor.

Figura A19- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra TFSA-D de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2016. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An) e Gibbsita (Gb).



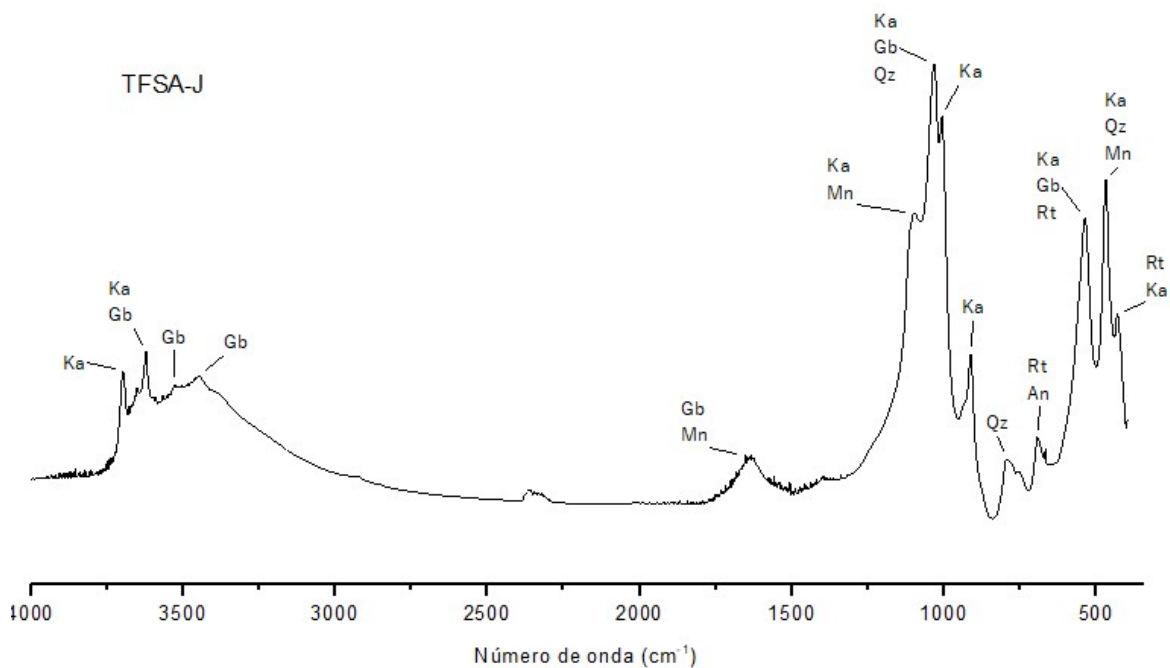
Fonte: O autor.

Figura A20- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra TFSA-G de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2016. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An) e Gibbsita (Gb).



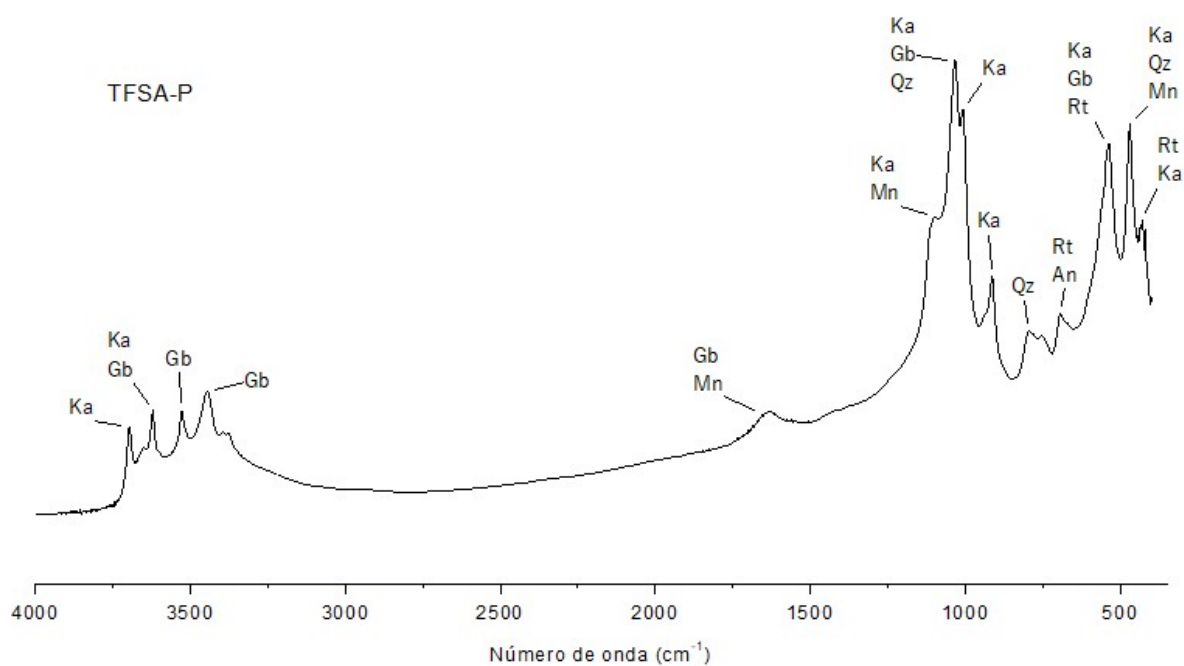
Fonte: O autor.

Figura A21- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra TFSA-J de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2016. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An) e Gibbsita (Gb).



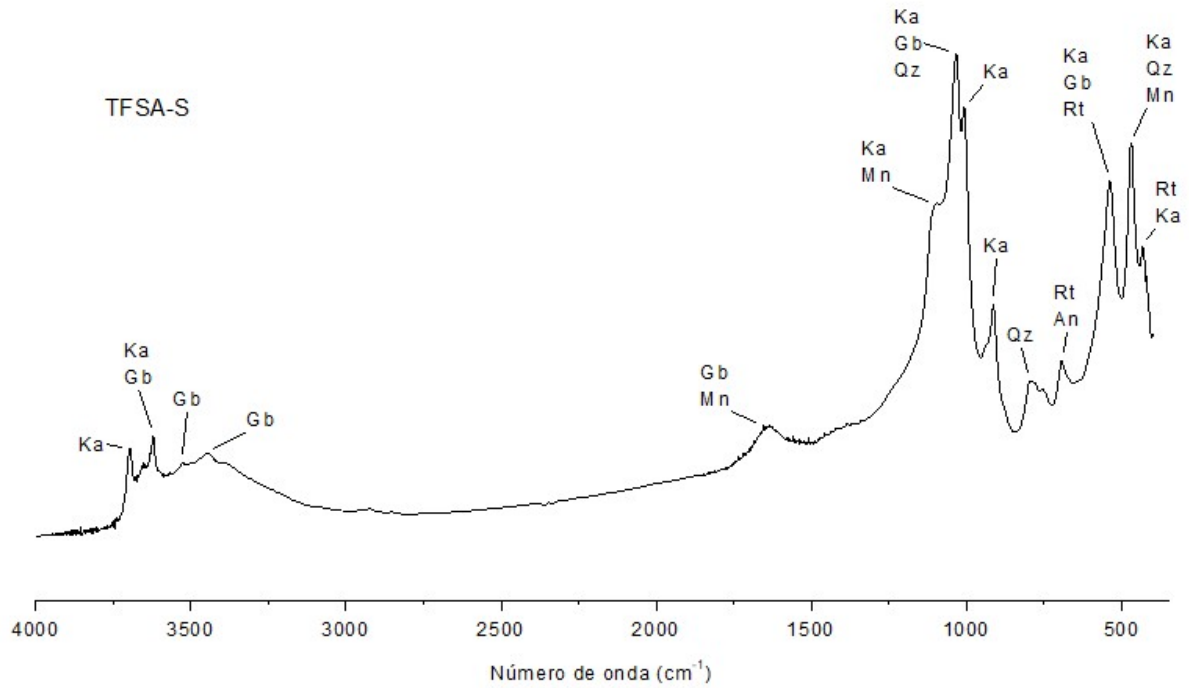
Fonte: O autor.

Figura A22- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra TFSA-P de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Guadua angustifolia*, coletado em 2018. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An) e Gibbsita (Gb).



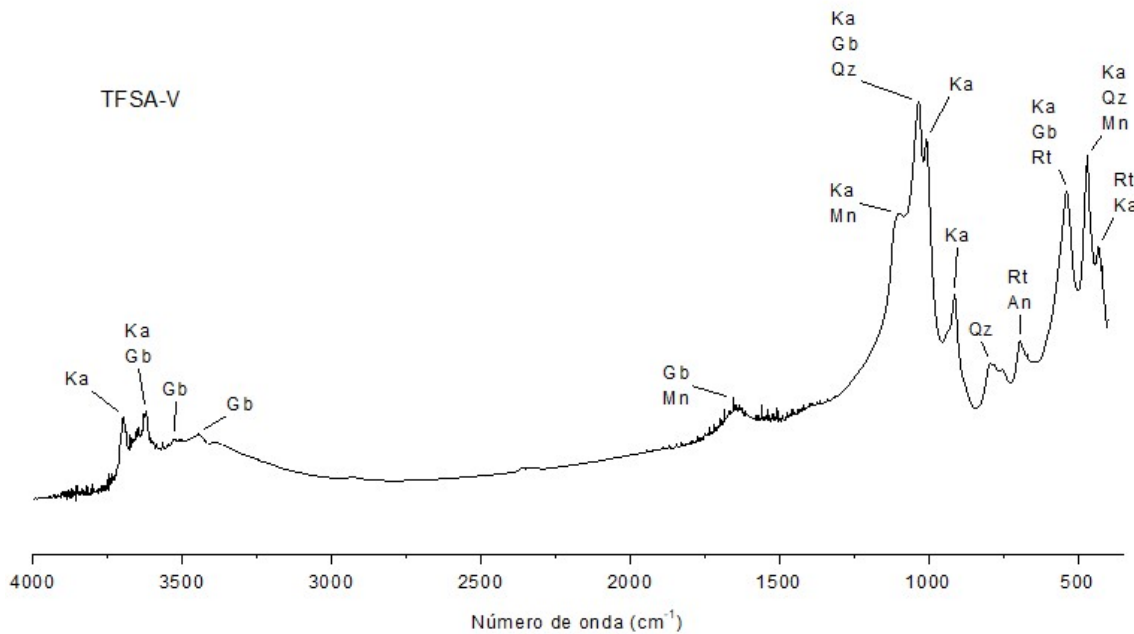
Fonte: O autor.

Figura A23- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra TFSA-S de profundidade 0 -10 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2018. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An) e Gibbsita (Gb).



Fonte: O autor.

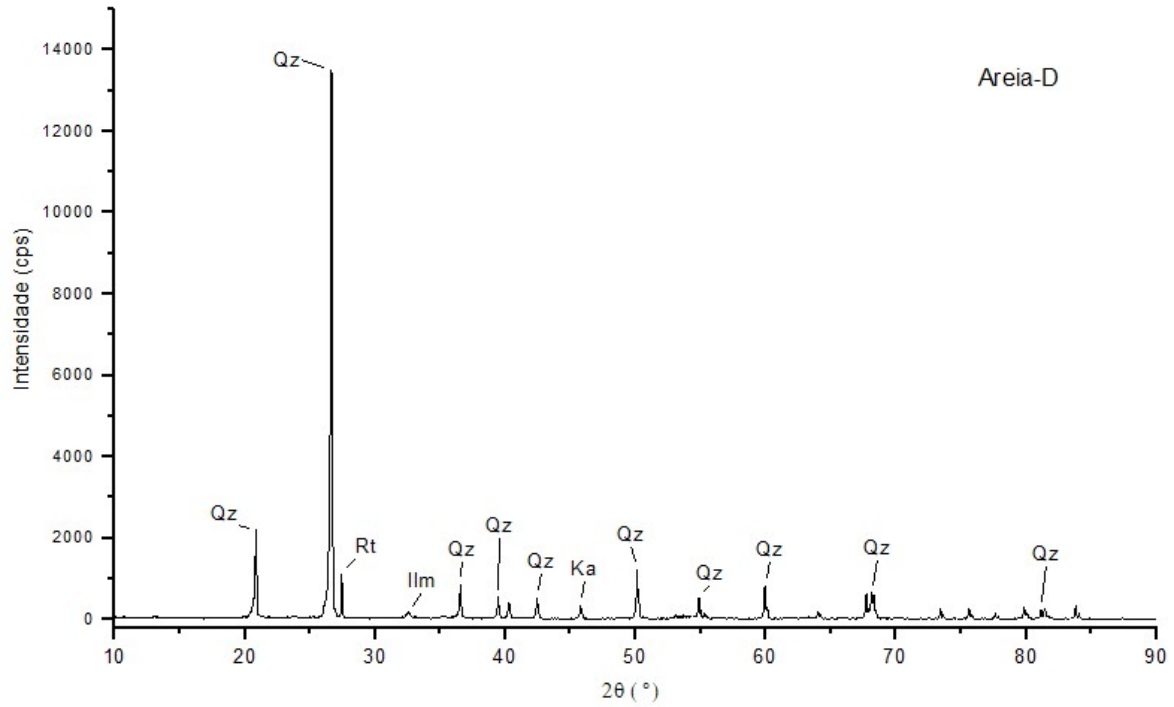
Figura A24- Gráficos de FTIR no modo absorvância da amostra TFSA-V de profundidade 10 -20 cm, do solo sob cultivo do bambu *Dendrocalamus asper*, coletado em 2018. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An) e Gibbsita (Gb).



Fonte: O autor.

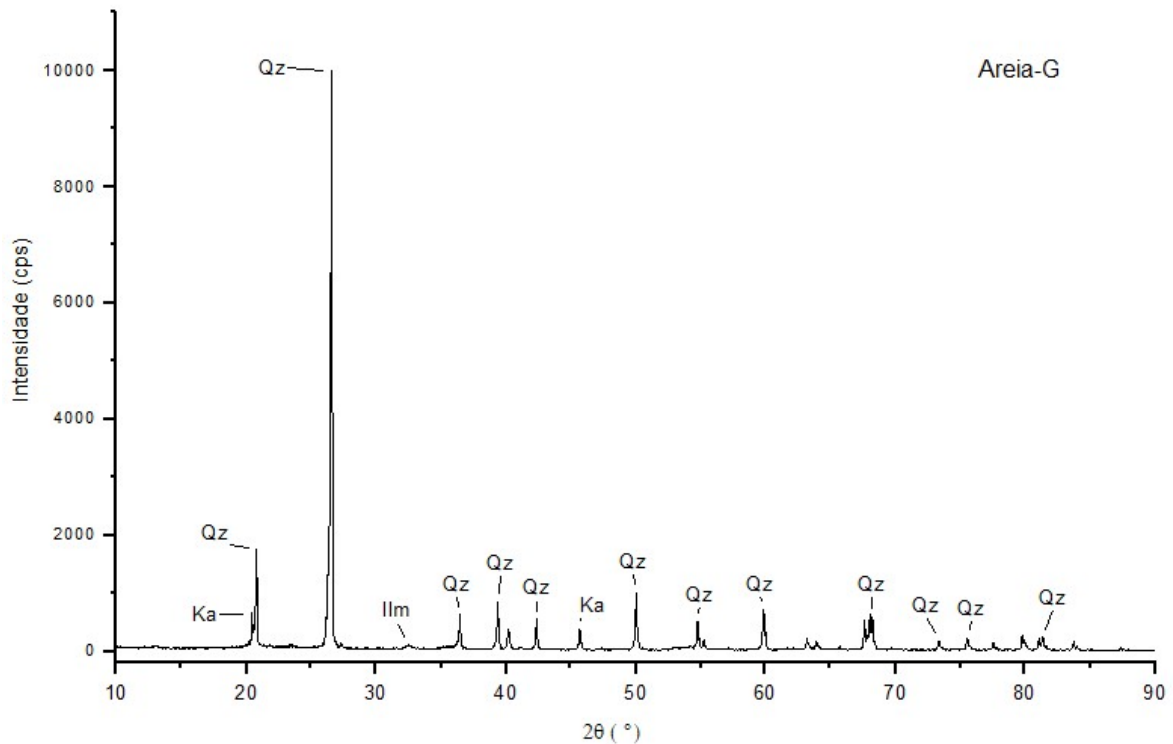
APÊNDICE B- GRÁFICOS DAS ANÁLISES DE DRX

Figura B1- Análise de DRX da amostra areia-D de profundidade 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm).



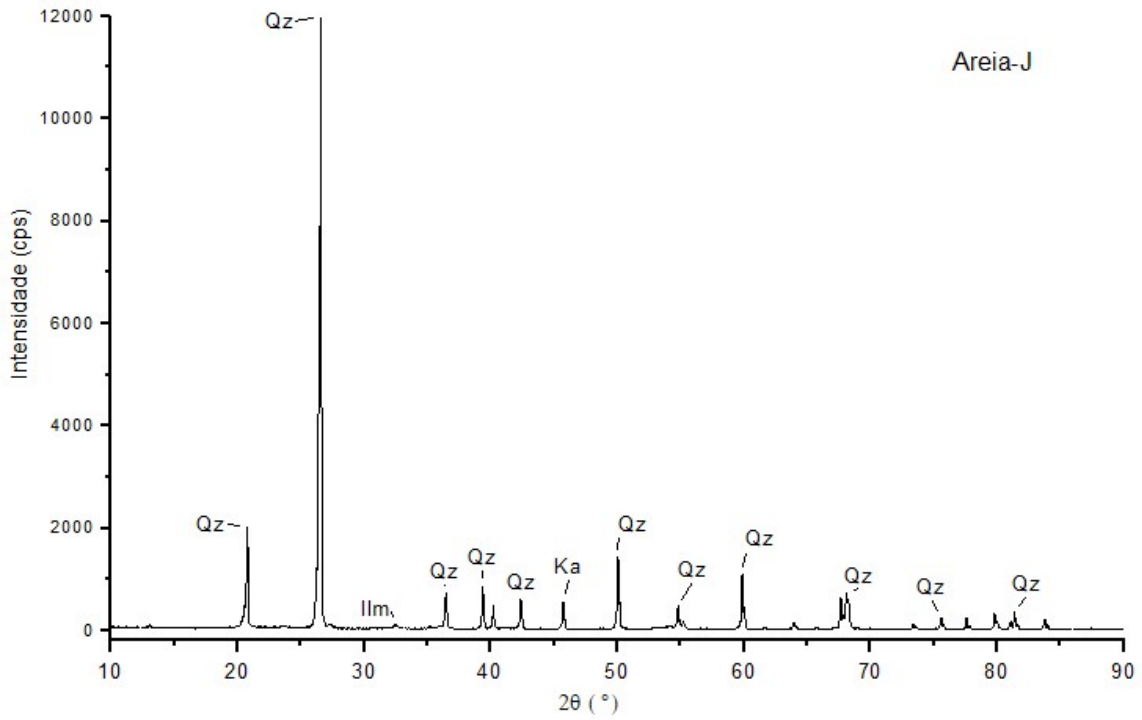
Fonte: O autor

Figura B2- Análise de DRX da amostra areia-G de profundidade 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm).



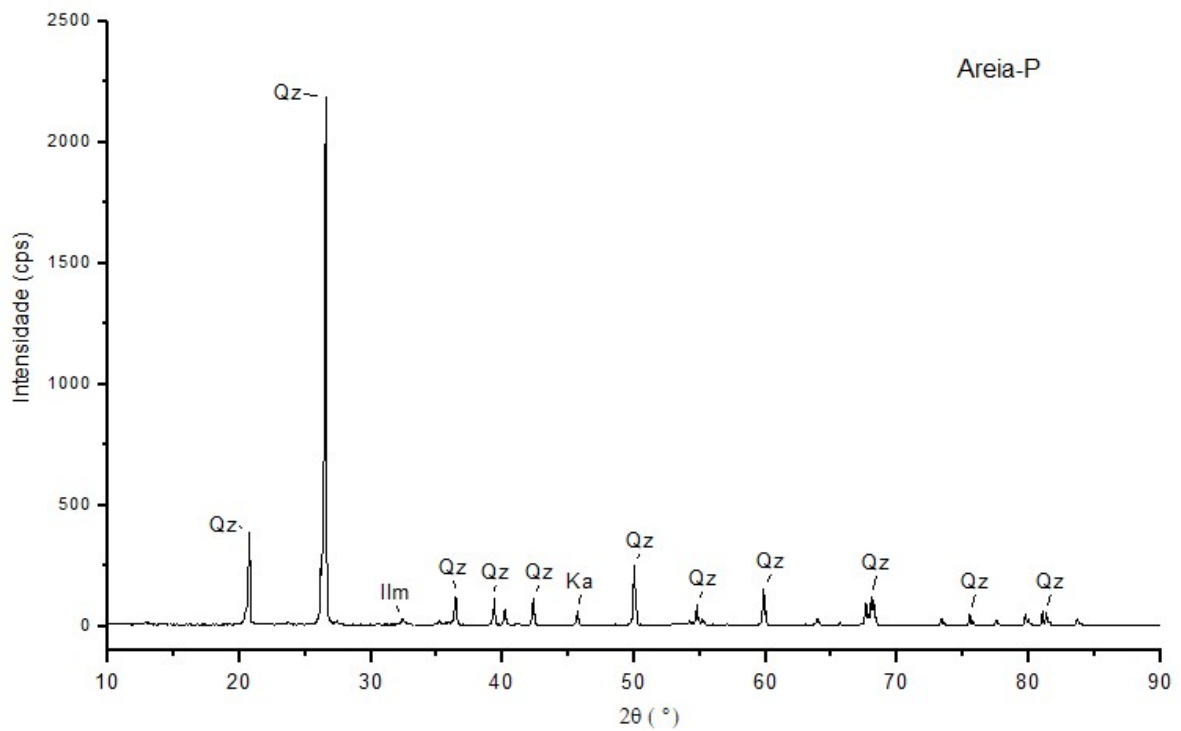
Fonte: O autor.

Figura B3- Análise de DRX da amostra areia-J de profundidade 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt) e Ilmenita (Ilm).



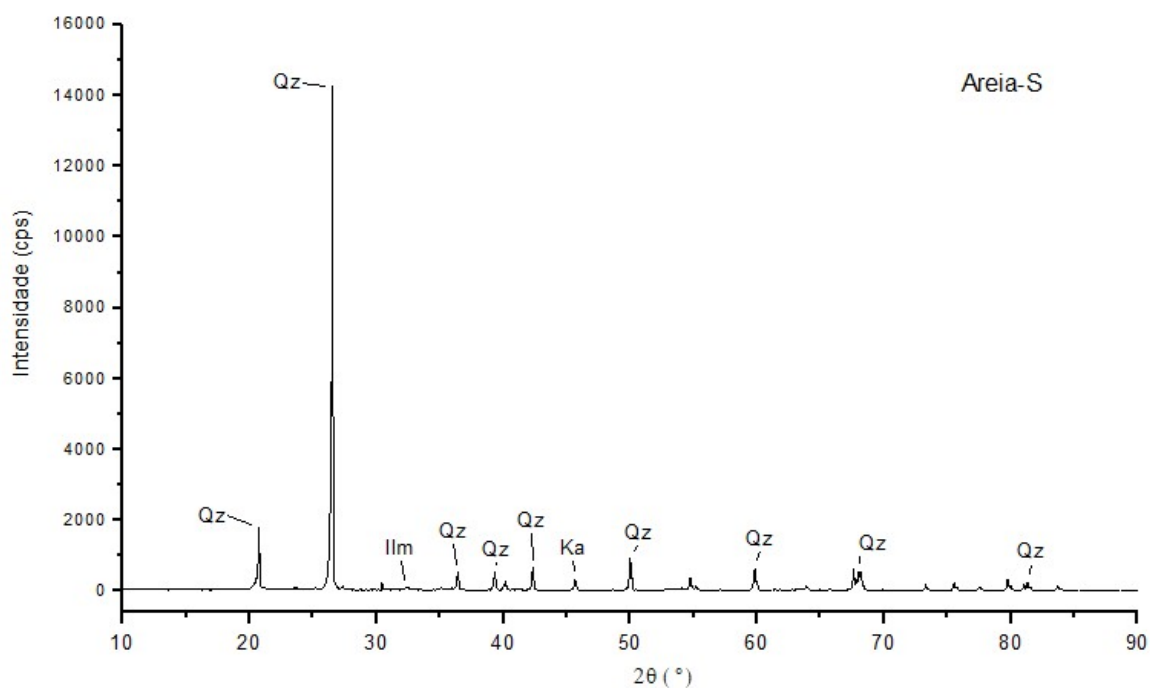
Fonte: O autor.

Figura B4- Análise de DRX da amostra areia-P de profundidade 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm).



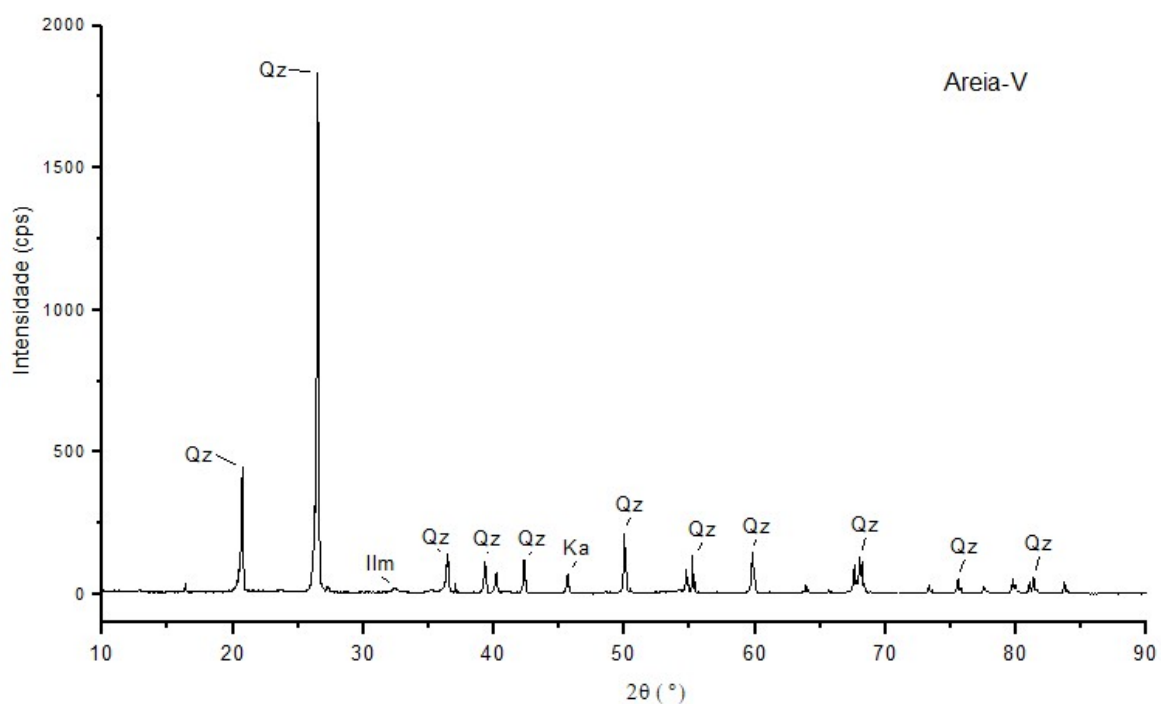
Fonte: O autor.

Figura B5- Análise de DRX da amostra areia-S de profundidade 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm).



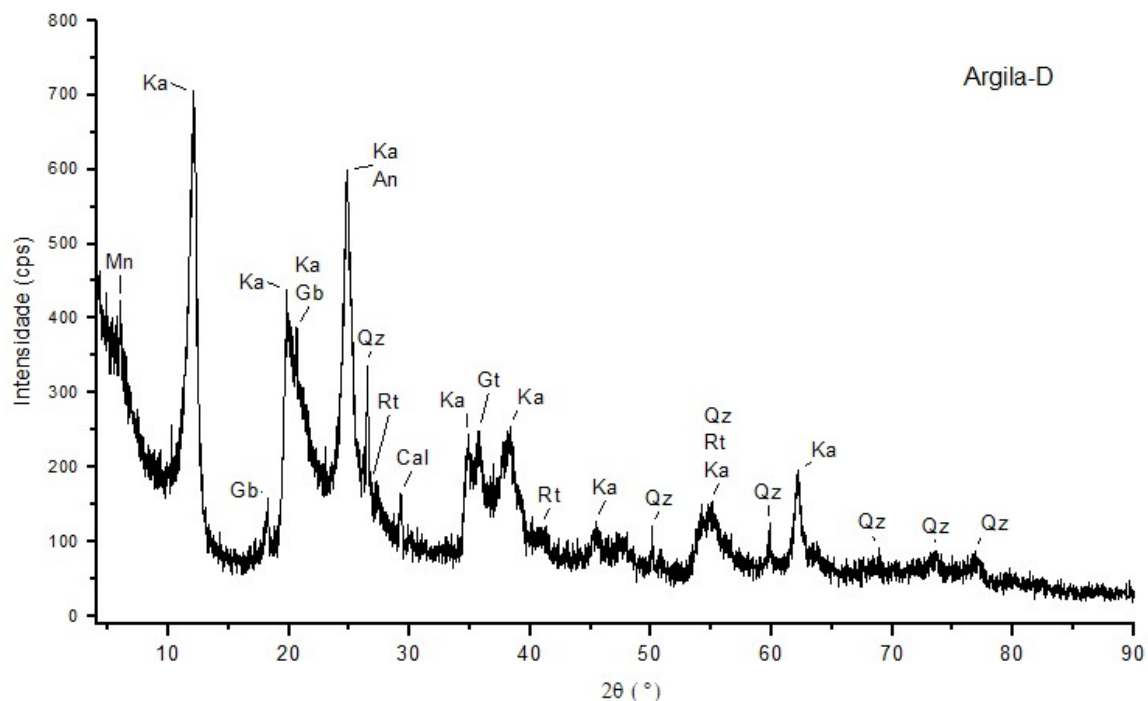
Fonte: O autor.

Figura B6- Análise de DRX da amostra areia-V de profundidade 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Ilmenita (Ilm).



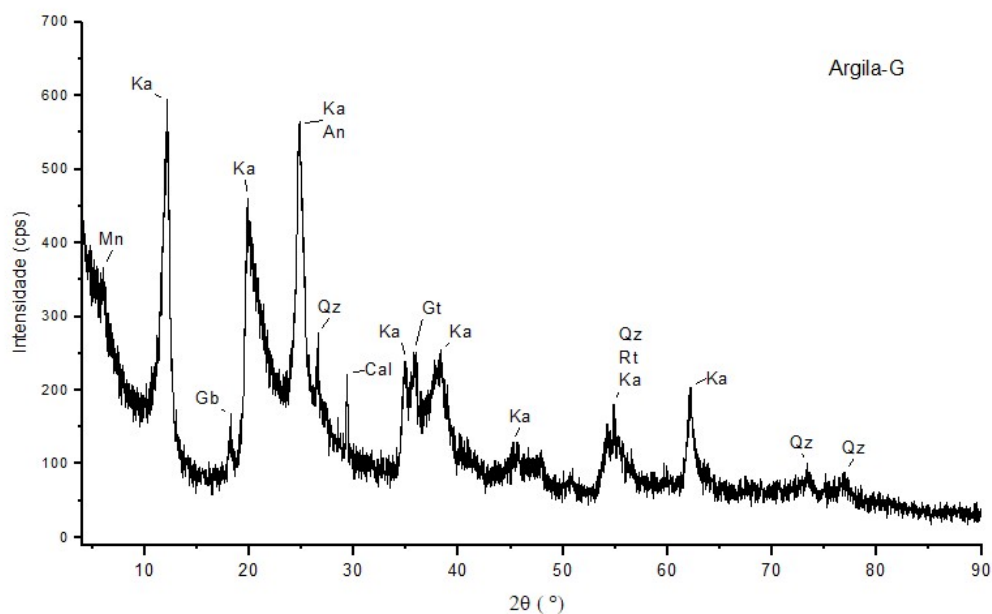
Fonte: O autor.

Figura B7- Análise de DRX da amostra argila-D de profundidade 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



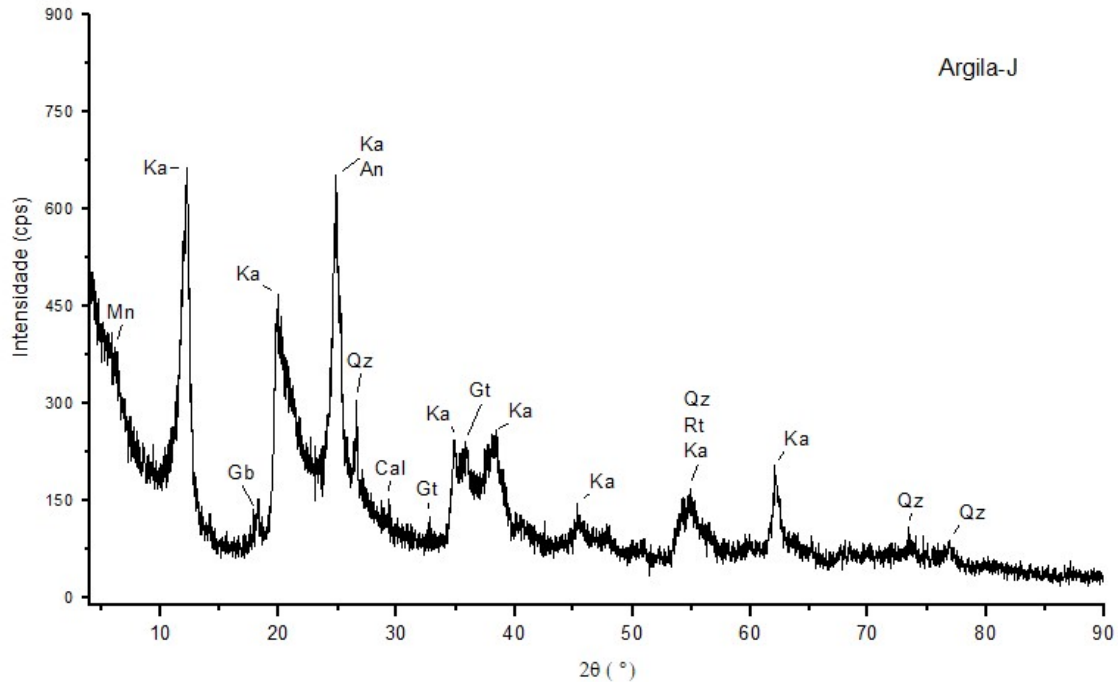
Fonte: O autor.

Figura B8- Análise de DRX da amostra argila-G de profundidade 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



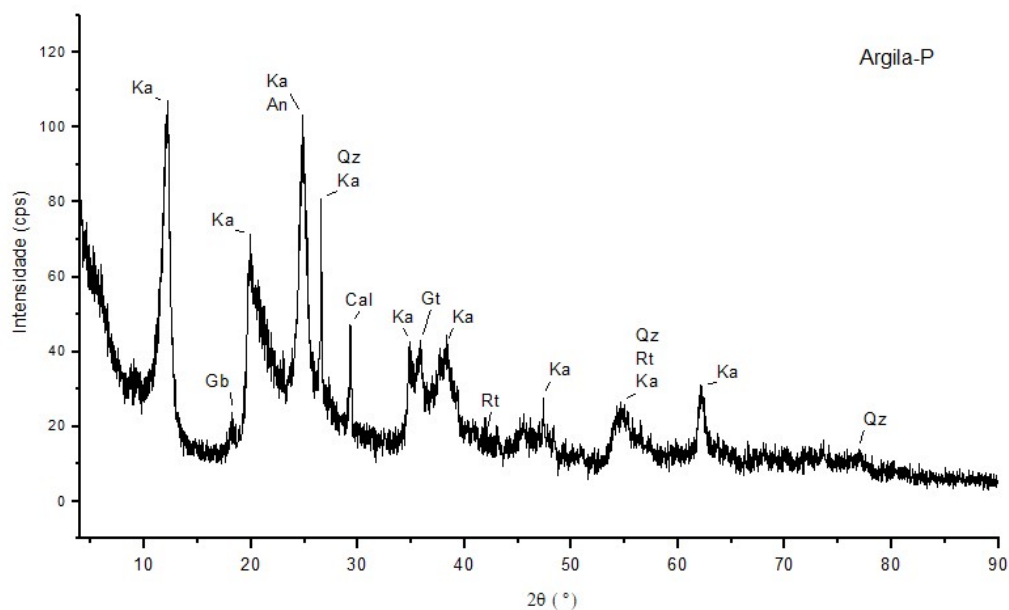
Fonte: O autor.

Figura B9- Análise de DRX da amostra argila-J de profundidade 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



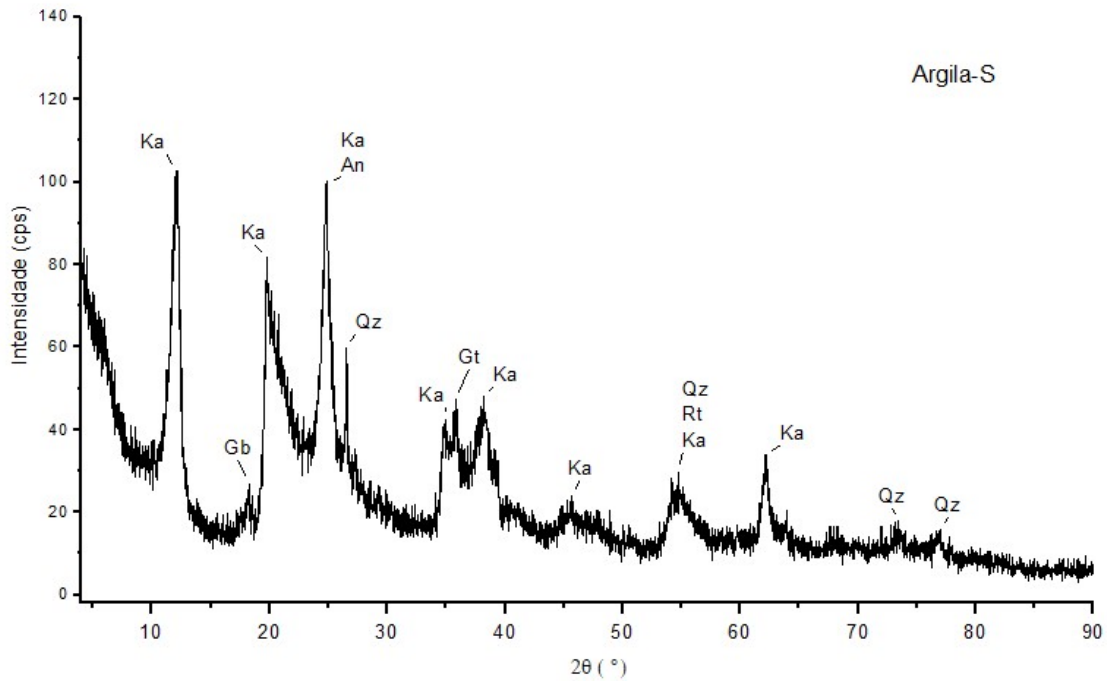
Fonte: O autor.

Figura B10- Análise de DRX da amostra argila-P de profundidades 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



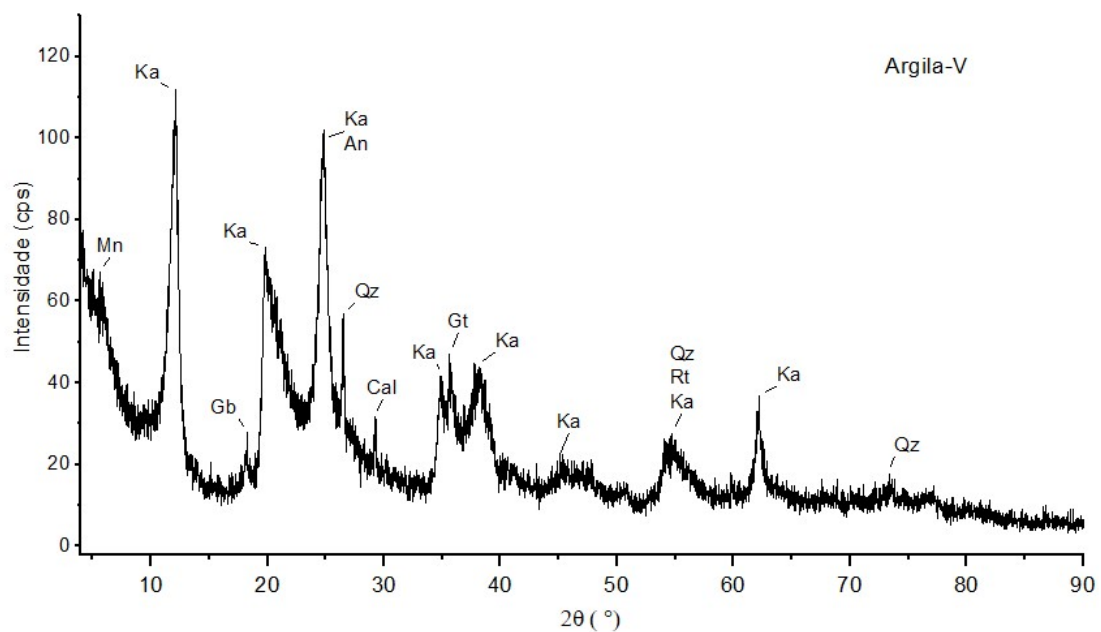
Fonte: O autor.

Figura B11- Análise de DRX da amostra argila-S de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



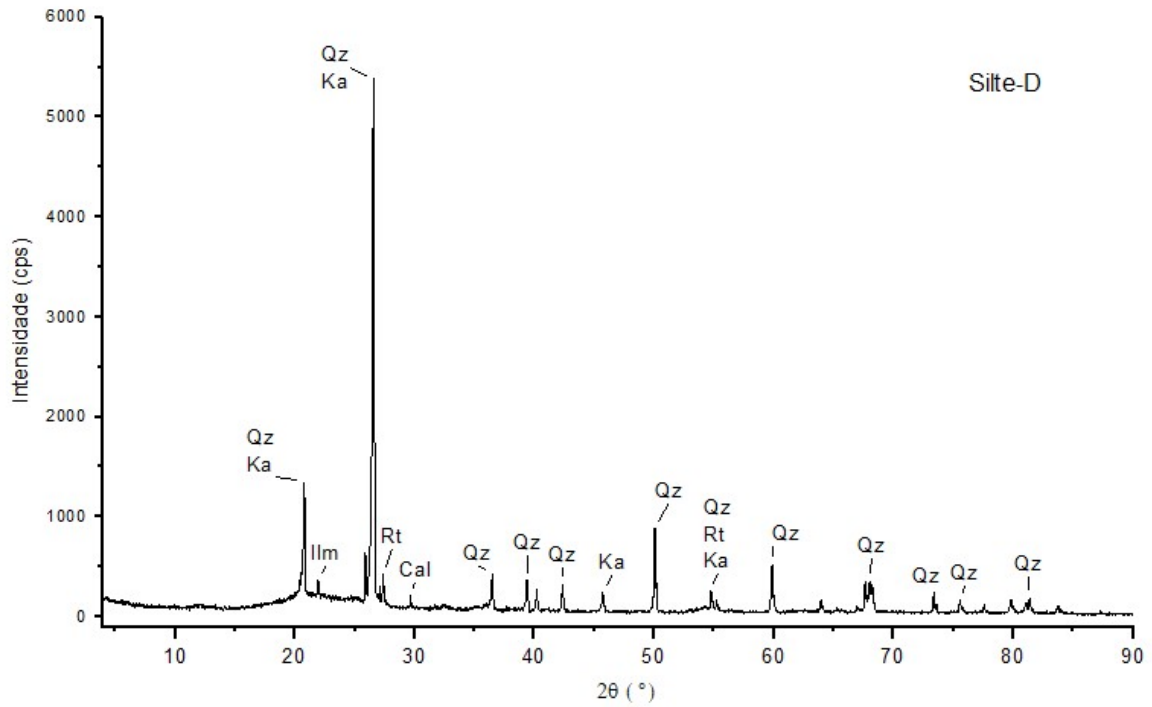
Fonte: O autor.

Figura B12- Análise de DRX da amostra argila-V de profundidades 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Goethita (Gt), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal) e Gibbsita (Gb).



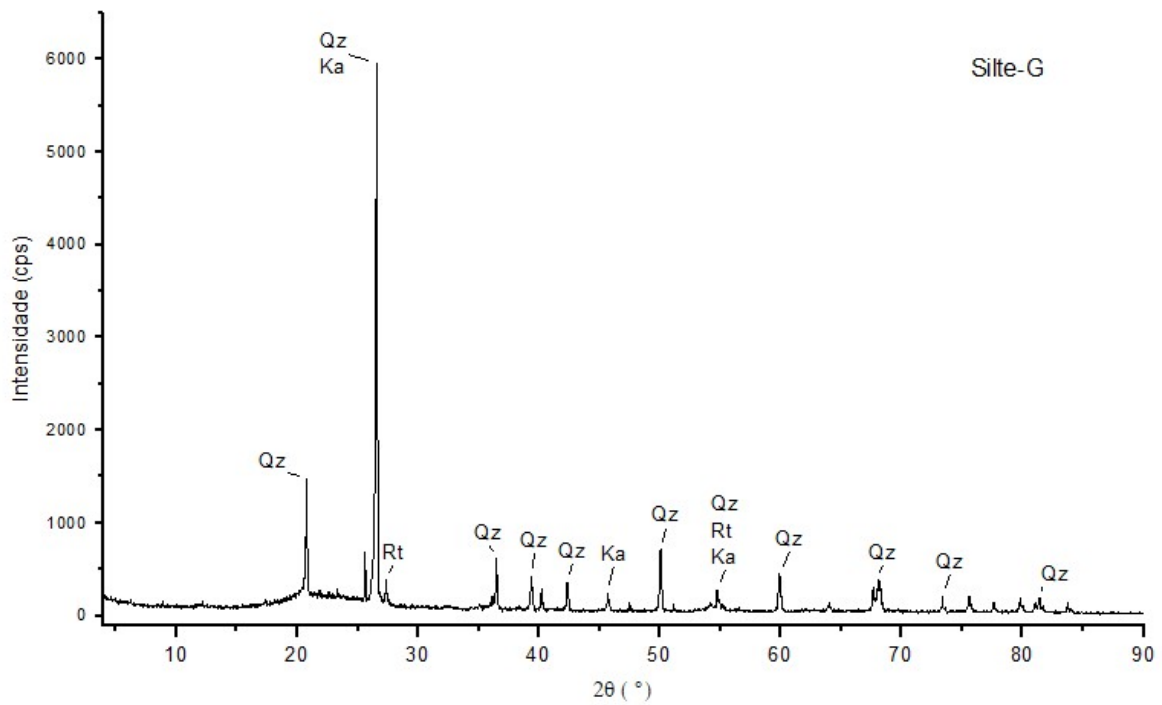
Fonte: O autor.

Figura B13- Análise de DRX da amostra Silte-D de profundidades 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Calcita (Cal) e Ilmenita (Ilm).



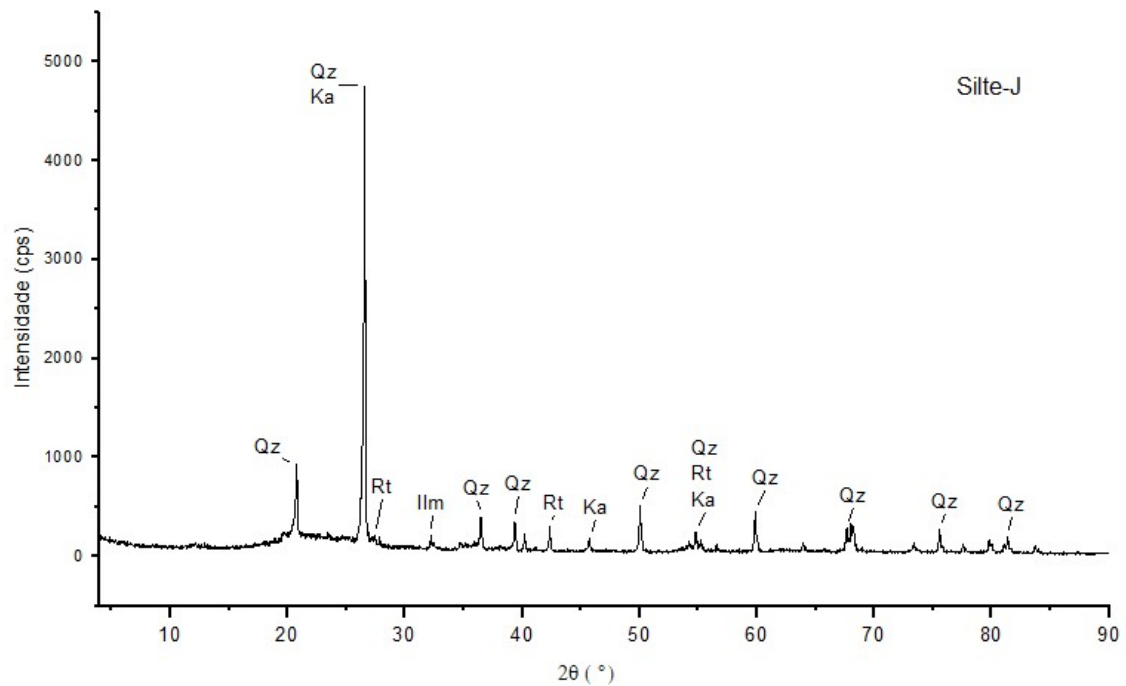
Fonte: O autor.

Figura B14- Análise de DRX da amostra Silte-G de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Calcita (Cal) e Ilmenita (Ilm).



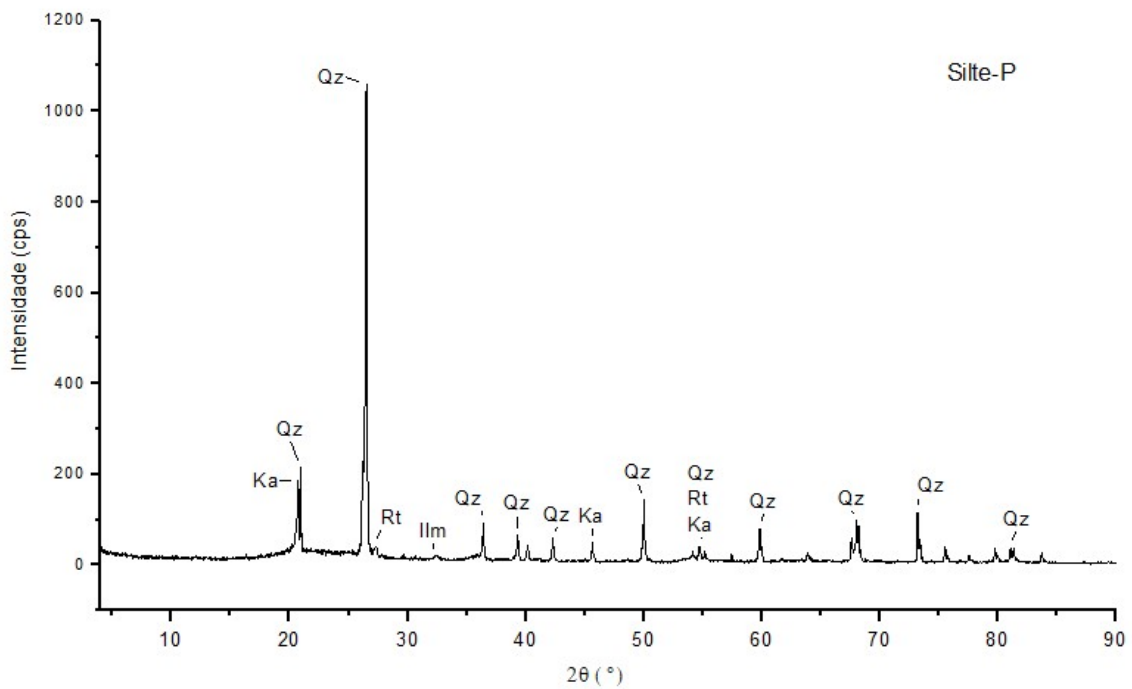
Fonte: O autor.

Figura B15- Análise de DRX da amostra Silte-J de profundidades 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Calcita (Ca) e Ilmenita (Ilm).



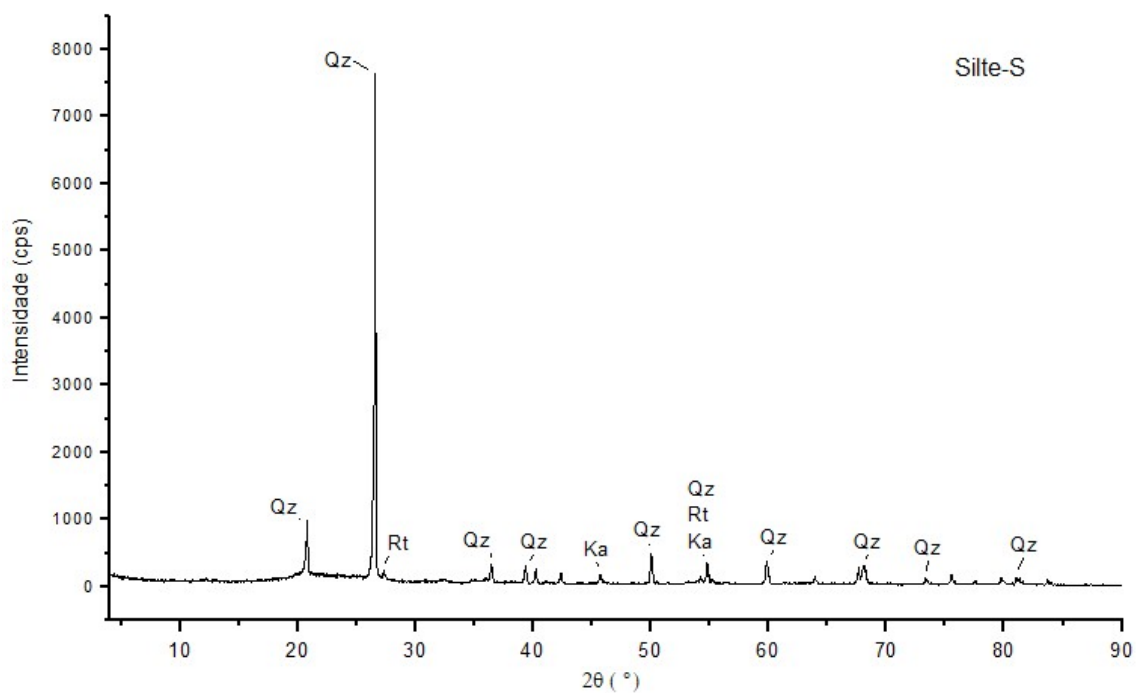
Fonte: O autor.

Figura B16- Análise de DRX da amostra silte-P de profundidades 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Calcita (Ca) e Ilmenita (Ilm).



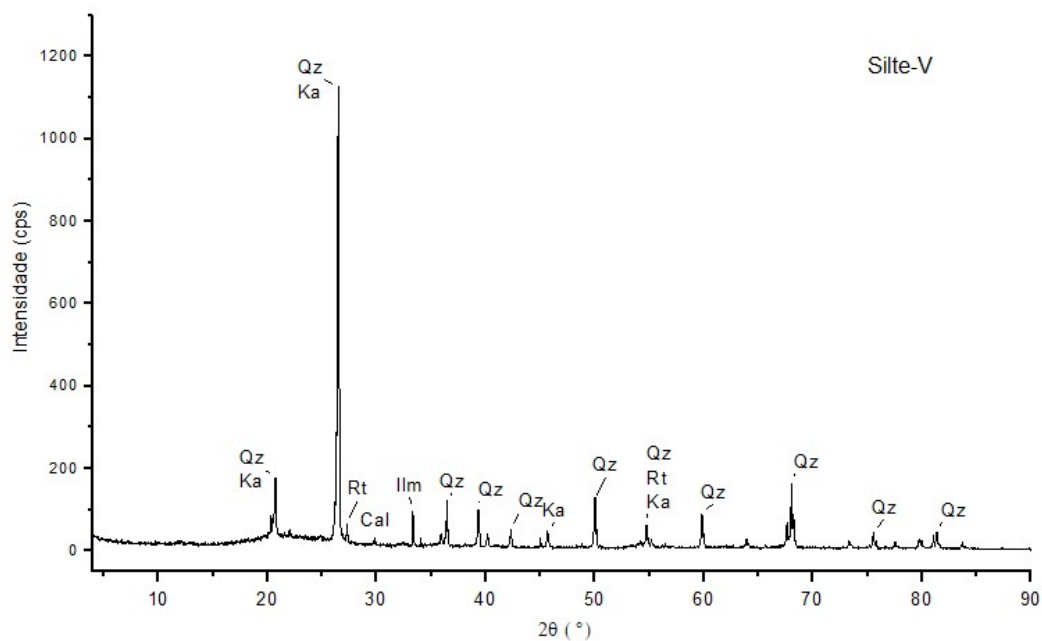
Fonte: O autor.

Figura B17- Análise de DRX da amostra silte-S de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Calcita (Cal) e Ilmenita (Ilm).



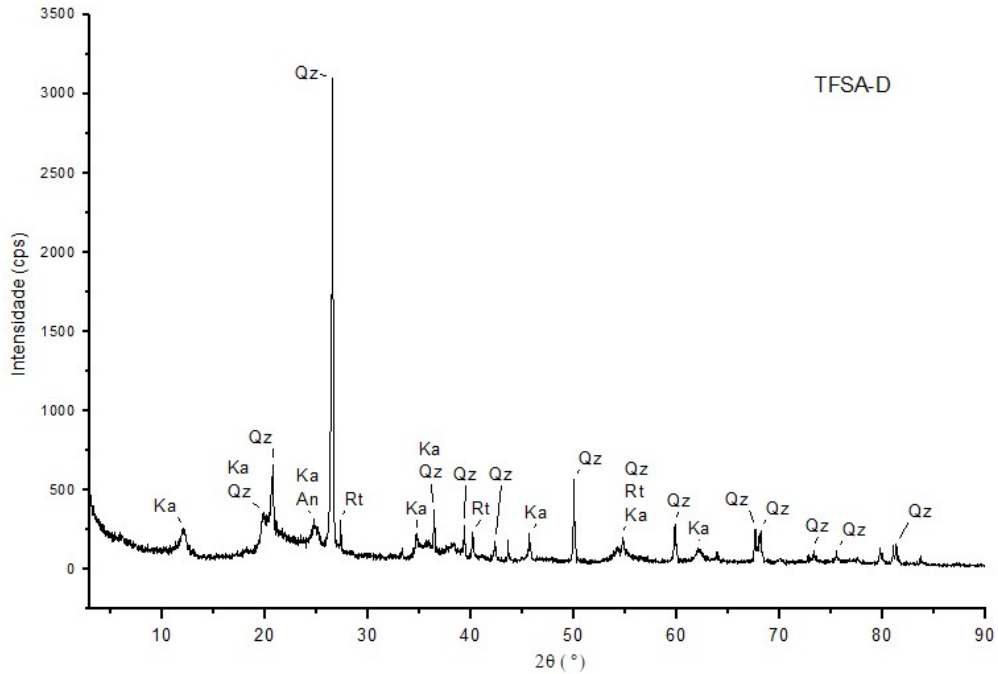
Fonte: O autor.

Figura B18- Análise de DRX da amostra silte-V de profundidades 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Calcita (Cal) e Ilmenita (Ilm).



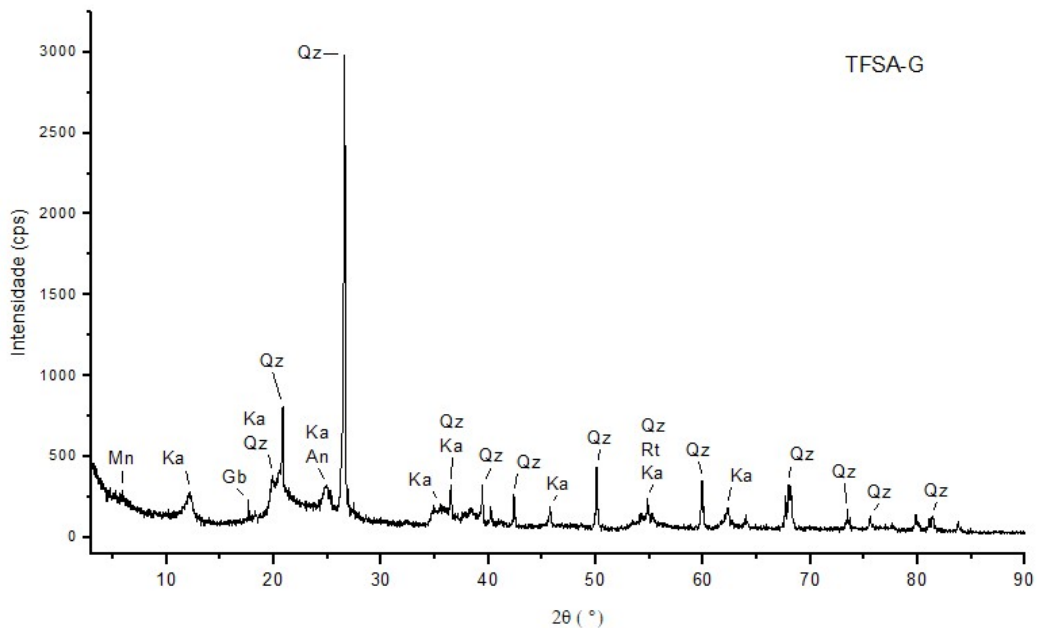
Fonte: O autor.

Figura B19- Análise de DRX da amostra TFSA-D de profundidades 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatósio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).



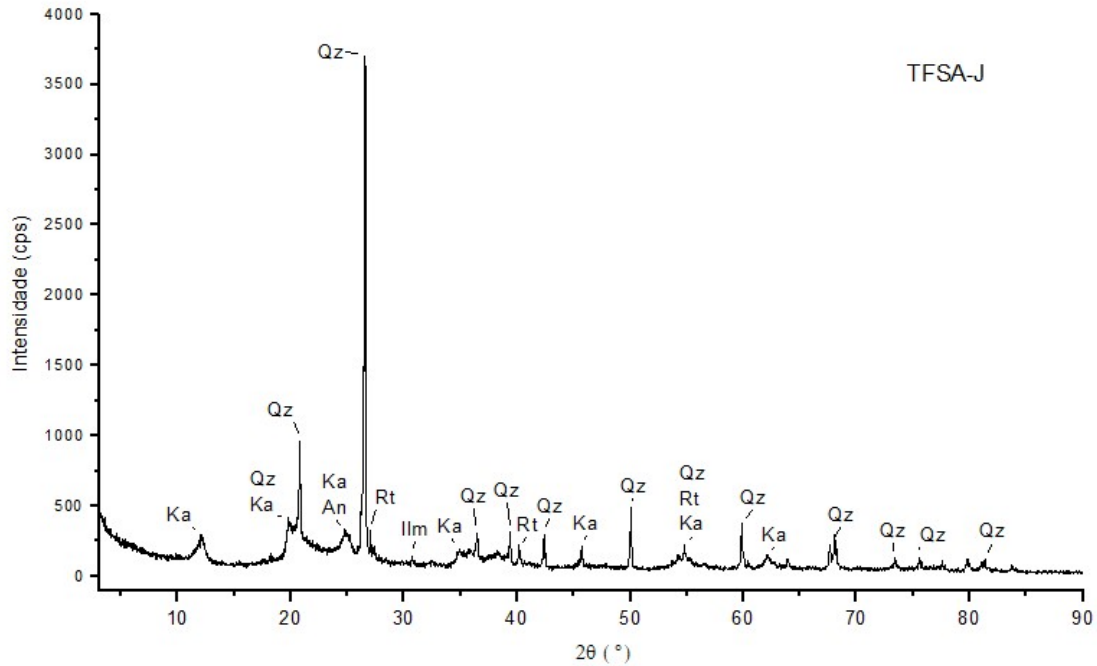
Fonte: O autor.

Figura B20- Análise de DRX da amostra TFSA-G de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatósio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).



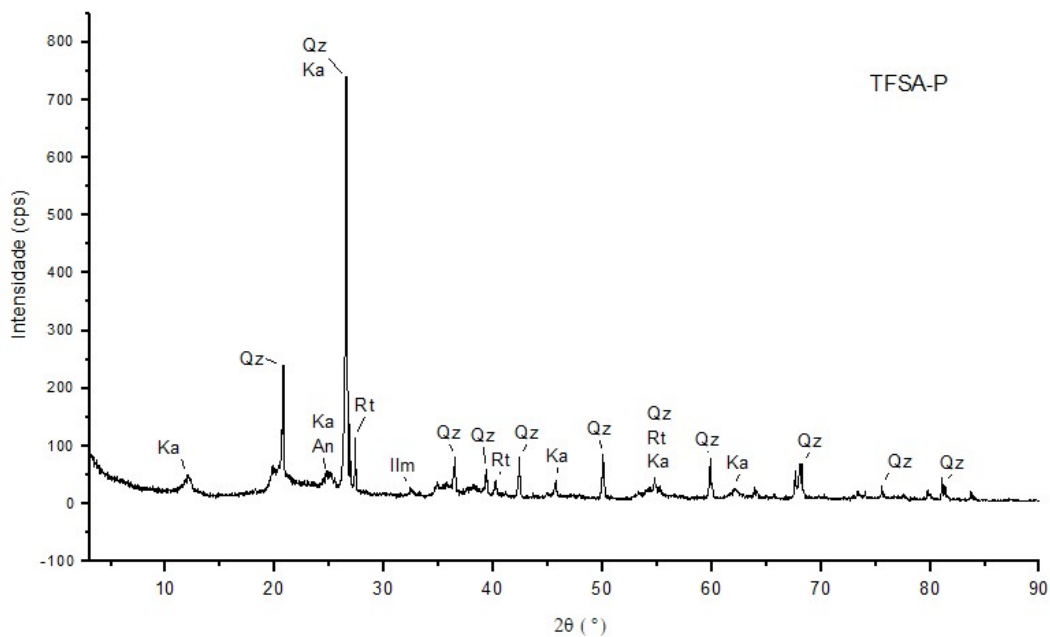
Fonte: O autor.

Figura B21- Análise de DRX da amostra TFSA-J de profundidades 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2016 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).



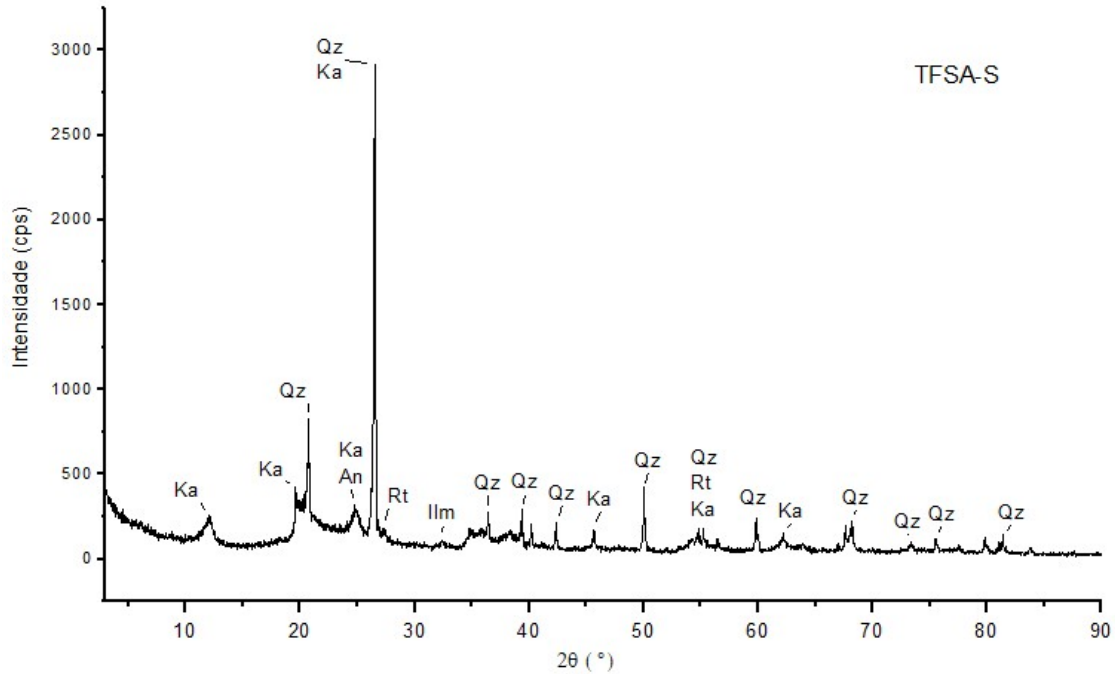
Fonte: O autor.

Figura B22- Análise de DRX da amostra TFSA-P de profundidades 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Guadua angustifolia*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).



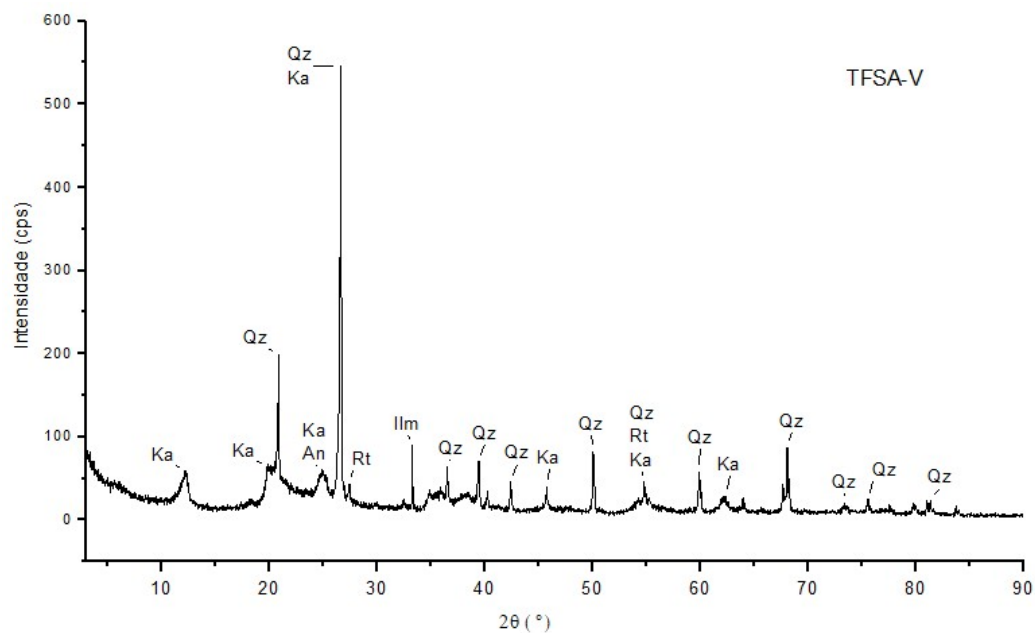
Fonte: O autor.

Figura B23- Análise de DRX da amostra TFSA-S de profundidades 0 – 10 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).



Fonte: O autor.

Figura B24- Análise de DRX da amostra TFSA-V de profundidades 10 – 20 cm, do Gleissolo coletado em 2018 sob cultivo de bambu *Dendrocalamus asper*. Caulinita (Ka), Montmorilonita (Mn), Quartzo (Qz), Rutilo (Rt), Anatásio (An), Calcita (Cal), Ilmenita (Ilm) e Gibbsita (Gb).



Fonte: O autor.