

Algumas propriedades físicas do cristal de Zoisita natural

Primeiros resultados

Henry Javier Ccallata

`hjavier@dfn.if.usp.br`

Orientador: Prof. Dr. Shiguelo Watanabe

Laboratório de Cristais Iônicos Filmes Finos e Datação
Universidade de São Paulo

1 de Novembro do 2006

Conteúdo

1 Introdução

- Breve historia
- Características Físicas
- Estrutura

2 Resultados experimentais

- Análise da amostra natural
- Termoluminescência - TL
- Ressonância Paramagnética Eletrônica - EPR

3 Próximas experiências

- Medidas complementares

Conteúdo

1 Introdução

- Breve historia
- Características Físicas
- Estrutura

2 Resultados experimentais

- Análise da amostra natural
- Termoluminescência - TL
- Ressonância Paramagnética Eletrônica - EPR

3 Próximas experiências

- Medidas complementares

Conteúdo

1 Introdução

- Breve historia
- Características Físicas
- Estrutura

2 Resultados experimentais

- Análise da amostra natural
- Termoluminescência - TL
- Ressonância Paramagnética Eletrônica - EPR

3 Próximas experiências

- Medidas complementares

Conteúdo

1 Introdução

- Breve historia
- Características Físicas
- Estrutura

2 Resultados experimentais

- Análise da amostra natural
- Termoluminescência - TL
- Ressonância Paramagnética Eletrônica - EPR

3 Próximas experiências

- Medidas complementares

Introdução

Alguns dados históricos da Zoisita

- Descoberta em 1805 por Werner em Saualpe, Caríntia - Áustria
- Etimologia: Barão Austríaco **Segismund Zois** (1747-1819) Naturalista e Mineralogista.
- Variedade: Tanzanita usada como gema. Atualmente muito valorizada nos mercados internacionais.



Tanzanita azul



Tanzanita verde

Introdução

Alguns dados históricos da Zoisita

- Descoberta em 1805 por **Werner** em Saualpe, Carinthia - Áustria
- Etimologia: Barão Austríaco **Segismund Zois** (1747-1819) Naturalista e Mineralogista.
- Variedade: Tanzanita usada como gema. Atualmente muito valorizada nos mercados internacionais.



Tanzanita azul

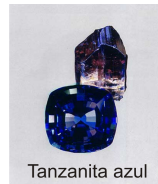


Tanzanita verde

Introdução

Alguns dados históricos da Zoisita

- Descoberta em 1805 por **Werner** em Saualpe, Carinthia - Áustria
- Etimologia: Barão Austríaco **Segismund Zois** (1747-1819) Naturalista e Mineralogista.
- Variedade: Tanzanita usada como gema. Atualmente muito valorizada nos mercados internacionais.



Tanzanita azul



Tanzanita verde

Introdução

Alguns dados históricos da Zoisita

- Descoberta em 1805 por **Werner** em Saualpe, Carinthia - Áustria
- Etimologia: Barão Austríaco **Segismund Zois** (1747-1819) Naturalista e Mineralogista.
- Variedade: Tanzanita usada como gema. Atualmente muito valorizada nos mercados internacionais.



Tanzanita azul



Tanzanita verde

Introdução

Alguns dados históricos da Zoisita

- Descoberta em 1805 por **Werner** em Saualpe, Carinthia - Áustria
- Etimologia: Barão Austríaco **Segismund Zois** (1747-1819) Naturalista e Mineralogista.
- Variedade: Tanzanita usada como gema. Atualmente muito valorizada nos mercados internacionais.



Tanzanita azul



Tanzanita verde

Introdução

Alguns dados históricos da Zoisita

- Descoberta em 1805 por **Werner** em Saualpe, Carinthia - Áustria
- Etimologia: Barão Austríaco **Segismund Zois** (1747-1819) Naturalista e Mineralogista.
- Variedade: Tanzanita usada como gema. Atualmente muito valorizada nos mercados internacionais.



Tanzanita azul



Tanzanita verde

Introdução

Características Físicas

- $\text{Ca}_2\text{Al}_3(\text{SiO}_4)(\text{Si}_2\text{O}_7)\text{O}(\text{OH})$
- Classe: Silicatos - Sorosilicatos, Grupo: Epidoto
- Densidade: 3,2 e 3,4 g/cm³
- Dureza: 6 - 7
- Impurezas comuns: Fe, Mn, Mg, Cr, Ti, Ca, Na, V, Sr.
Thulita = cor de rosa (Mn^{2+})
Tanzanita = azul (Cr, Sr)
- Pedras metamórficas - alta pressão e alta temperatura.

Introdução

Características Físicas

- $\text{Ca}_2\text{Al}_3(\text{SiO}_4)(\text{Si}_2\text{O}_7)\text{O}(\text{OH})$
- Classe: Silicatos - Sorosilicatos, Grupo: Epidoto
- Densidade: 3,2 e 3,4 g/cm³
- Dureza: 6 - 7
- Impurezas comuns: Fe, Mn, Mg, Cr, Ti, Ca, Na, V, Sr.
Thulita = cor de rosa (Mn^{2+})
Tanzanita = azul (Cr, Sr)
- Pedras metamórficas - alta pressão e alta temperatura.

Introdução

Características Físicas

- $\text{Ca}_2\text{Al}_3(\text{SiO}_4)(\text{Si}_2\text{O}_7)\text{O}(\text{OH})$
- Classe: Silicatos - Sorosilicatos, Grupo: Epidoto
- Densidade: 3,2 e 3,4 g/cm³
- Dureza: 6 - 7
- Impurezas comuns: Fe, Mn, Mg, Cr, Ti, Ca, Na, V, Sr.
Thulita = cor de rosa (Mn^{2+})
Tanzanita = azul (Cr, Sr)
- Pedras metamórficas - alta pressão e alta temperatura.

Introdução

Características Físicas

- $\text{Ca}_2\text{Al}_3(\text{SiO}_4)(\text{Si}_2\text{O}_7)\text{O}(\text{OH})$
- Classe: Silicatos - Sorosilicatos, Grupo: Epidoto
- Densidade: 3,2 e 3,4 g/cm³
- Dureza: 6 - 7
- Impurezas comuns: Fe, Mn, Mg, Cr, Ti, Ca, Na, V, Sr.
Thulita = cor de rosa (Mn^{2+})
Tanzanita = azul (Cr, Sr)
- Pedras metamórficas - alta pressão e alta temperatura.

Introdução

Características Físicas

- $\text{Ca}_2\text{Al}_3(\text{SiO}_4)(\text{Si}_2\text{O}_7)\text{O}(\text{OH})$
- Classe: Silicatos - Sorosilicatos, Grupo: Epidoto
- Densidade: 3,2 e 3,4 g/cm³
- Dureza: 6 - 7
- Impurezas comuns: Fe, Mn, Mg, Cr, Ti, Ca, Na, V, Sr.
Thulita = cor de rosa (Mn^{2+})
Tanzanita = azul (Cr, Sr)
- Pedras metamórficas - alta pressão e alta temperatura.

Introdução

Características Físicas

- $\text{Ca}_2\text{Al}_3(\text{SiO}_4)(\text{Si}_2\text{O}_7)\text{O}(\text{OH})$
- Classe: Silicatos - Sorosilicatos, Grupo: Epidoto
- Densidade: 3,2 e 3,4 g/cm³
- Dureza: 6 - 7
- Impurezas comuns: Fe, Mn, Mg, Cr, Ti, Ca, Na, V, Sr.
Thulita = cor de rosa (Mn^{2+})
Tanzanita = azul (Cr, Sr)
- Pedras metamórficas - alta pressão e alta temperatura.

Introdução

Estrutura cristalina da Zoisita (Fesenko *et al.* (1956), Dollase (1968))

- 1 Possui infinitas cadeias de octaedros paralelas ao eixo **b**
- 2 Duas posições octaédricas distintas M1,2 e M3, ocupadas geralmente pelo Al (M1,2) e Al ou Fe^{3+} (M3). As cadeias de octaedros estão ligados por tetraedros SiO_4 (T3) e grupos Si_2O_7 (T1 e T2) nas direcções **a** e **c**.
- 3 O Ca ocupa A1 e A2

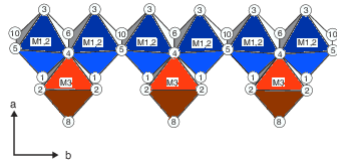
Introdução

Estrutura cristalina da Zoisita (Fesenko *et al.* (1956), Dollase (1968))

- 1 Possui infinitas cadeias de octaedros paralelas ao eixo **b**
- 2 Duas posições octaédricas distintas M1,2 e M3, ocupadas geralmente pelo Al (M1,2) e Al ou Fe^{3+} (M3). As cadeias de octaedros estão ligados por tetraedros SiO_4 (T3) e grupos Si_2O_7 (T1 e T2) nas direcções **a** e **c**.
- 3 O Ca ocupa A1 e A2

Estrutura cristalina da Zoisita (Fesenko *et al.* (1956), Dollase (1968))

- 2 Duas posições octaédricas distintas M1,2 e M3, ocupadas geralmente pelo Al (M1,2) e Al ou Fe³⁺ (M3). As cadeias de octaedros estão ligados por tetraedros SiO₄ (T3) e grupos Si₂O₇ (T1 e T2) nas direcções **a** e **c**.

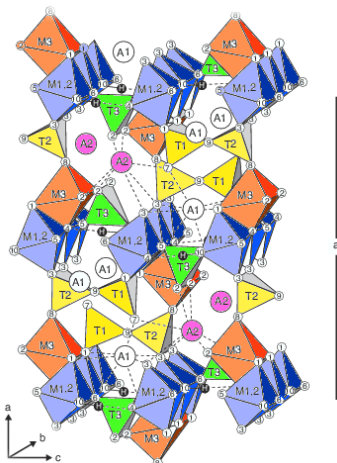


Introdução

Estrutura cristalina da Zoisita (Fesenko *et al.* (1956), Dollase (1968))

- 1 Possui infinitas cadeias de octaedros paralelas ao eixo **b**
- 2 Duas posições octaédricas distintas M1,2 e M3, ocupadas geralmente pelo Al (M1,2) e Al ou Fe^{3+} (M3). As cadeias de octaedros estão ligadas por tetraedros SiO_4 (T3) e grupos Si_2O_7 (T1 e T2) nas direcções **a** e **c**.

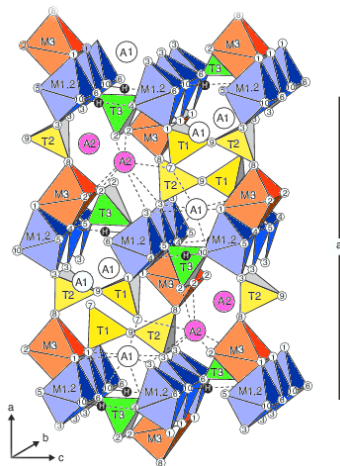
- 3 O Ca ocupa A1 e A2



Introdução

Estrutura cristalina da Zoisita (Fesenko *et al.* (1956), Dollase (1968))

- 1 Possui infinitas cadeias de octaedros paralelas ao eixo **b**
- 2 Duas posições octaédricas distintas M1,2 e M3, ocupadas geralmente pelo *Al* (M1,2) e *Al* ou Fe^{3+} (M3). As cadeias de octaedros estão ligados por tetraedros SiO_4 (T3) e grupos Si_2O_7 (T1 e T2) nas direcções **a** e **c**.
- 3 O *Ca* ocupa A1 e A2



Introdução

Estrutura cristalina da Zoisita (Fesenko *et al.* (1956), Dollase (1968))

- 1 Possui infinitas cadeias de octaedros paralelas ao eixo **b**
- 2 Duas posições octaédricas distintas M1,2 e M3, ocupadas geralmente pelo Al (M1,2) e Al ou Fe^{3+} (M3). As cadeias de octaedros estão ligados por tetraedros SiO_4 (T3) e grupos Si_2O_7 (T1 e T2) nas direcções **a** e **c**.
- 3 O Ca ocupa A1 e A2

Conteúdo

1 Introdução

- Breve historia
- Características Físicas
- Estrutura

2 Resultados experimentais

- Análise da amostra natural
- Termoluminescência - TL
- Ressonância Paramagnética Eletrônica - EPR

3 Próximas experiências

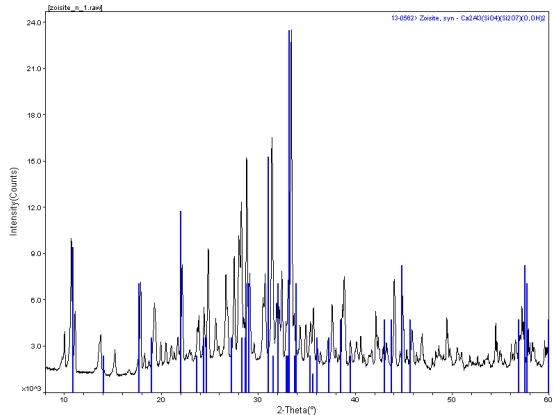
- Medidas complementares

Difração de raios X

Comparação com o difratograma padrão (Lab. de Cristalografia do IFUSP)



O difratograma experimental tem outros picos que não fazem parte do difratograma padrão

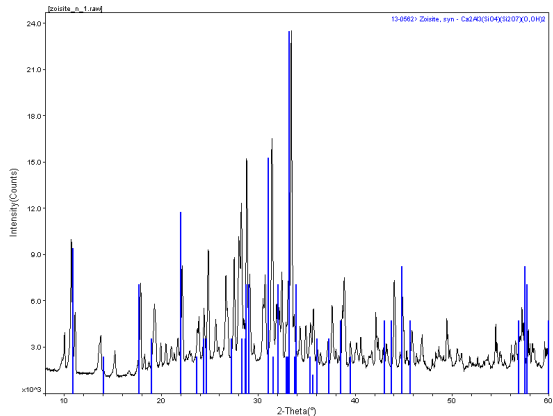


Difração de raios X

Comparação com o difratograma padrão (Lab. de Cristalografia do IFUSP)



O difratograma experimental tem outros picos que não fazem parte do difratograma padrão

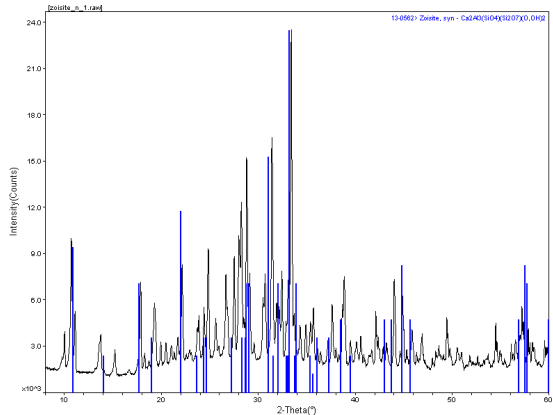


Difração de raios X

Comparação com o difratograma padrão (Lab. de Cristalografia do IFUSP)



O difratograma experimental tem outros picos que não fazem parte do difratograma padrão



Fluorescência de raios X

Análise composicional da amostra natural (LCT da Escola Politécnica da USP)

- 1 Compostos principais: SiO_2 , Al_2O_3 , CaO .
Existem duas impurezas significativas: Fe_2O_3 e MgO .
- 2 Outros compostos estão em $<$ de 1%

Fluorescência de raios X

Análise composicional da amostra natural (LCT da Escola Politécnica da USP)

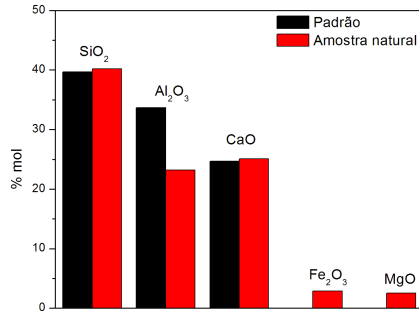
- 1 Compostos principais: SiO_2 , Al_2O_3 , CaO .
Existem duas impurezas significativas: Fe_2O_3 e MgO .
- 2 Outros compostos estão em $< 1\%$

Fluorescência de raios X

Análise composicional da amostra natural (LCT da Escola Politécnica da USP)

- 1 Compostos principais: SiO_2 , Al_2O_3 , CaO .
Existem duas impurezas significativas: Fe_2O_3 e MgO .

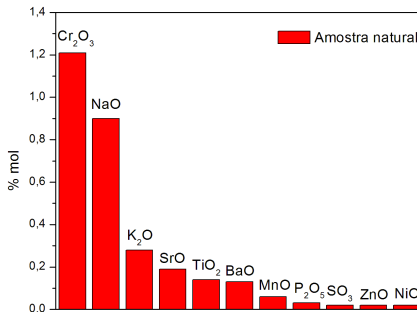
- 2 Outros compostos estão em $< 1\%$



Fluorescência de raios X

Análise composicional da amostra natural (LCT da Escola Politécnica da USP)

- 1 Compostos principais: SiO_2 , Al_2O_3 , CaO .
Existem duas impurezas significativas: Fe_2O_3 e MgO .
- 2 Outros compostos estão em $< 1\%$



Fluorescência de raios X

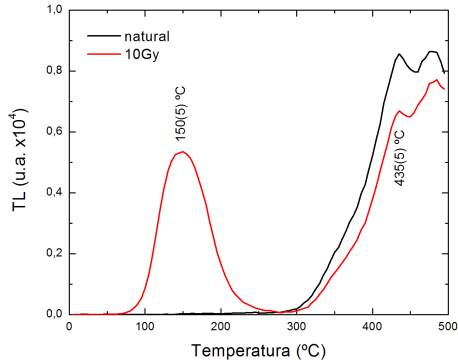
Análise composicional da amostra natural (LCT da Escola Politécnica da USP)

- 1 Compostos principais: SiO_2 , Al_2O_3 , CaO .
Existem duas impurezas significativas: Fe_2O_3 e MgO .
- 2 Outros compostos estão em $<$ de 1%

Termoluminescência da amostra natural

Curva de emissão¹

A amostra natural apresenta dos picos de alta temperatura, em 435 °C e outro próximo aos 500 °C.

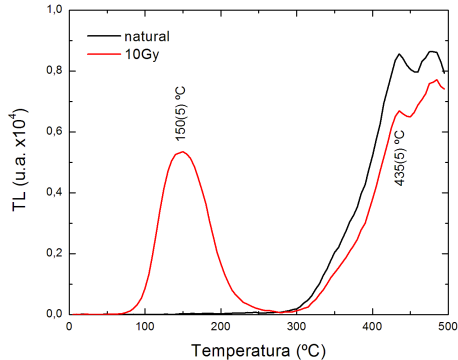


¹Todas as leituras TL foram feitas com uma taxa de 4 °C.s⁻¹

Termoluminescência da amostra natural

Curva de emissão¹

A amostra natural apresenta dos picos de alta temperatura, em 435 °C e outro próximo aos 500 °C.

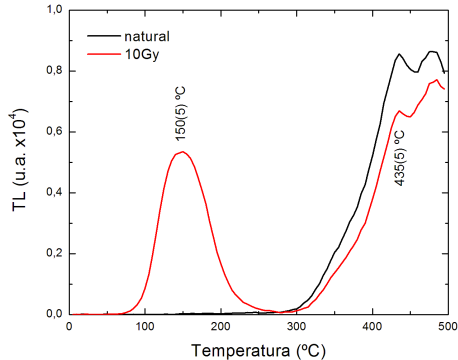


¹Todas as leituras TL foram feitas com uma taxa de 4 °C.s⁻¹

Termoluminescência da amostra natural

Curva de emissão¹

A amostra natural apresenta dos picos de alta temperatura, em 435 °C e outro próximo aos 500 °C.

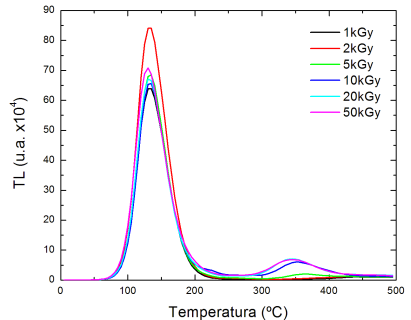
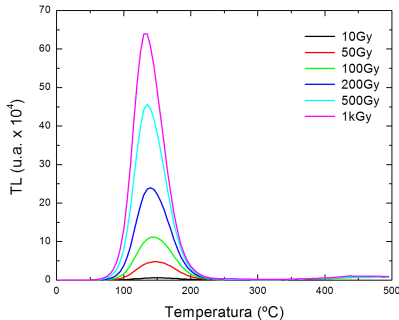


¹Todas as leituras TL foram feitas com uma taxa de 4 °C.s⁻¹

Termoluminescência da amostra natural

com diferentes doses de radiação γ

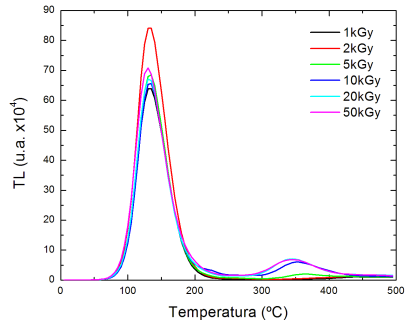
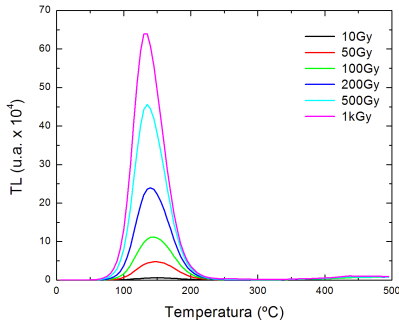
O pico de baixa temperatura ao redor de 145 °C cresce rapidamente



Termoluminescência da amostra natural

com diferentes doses de radiação γ

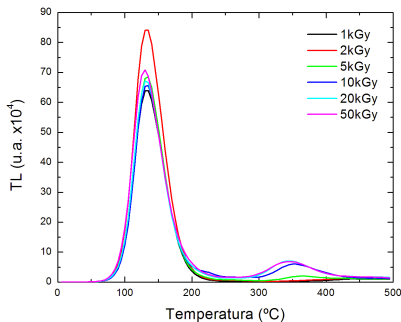
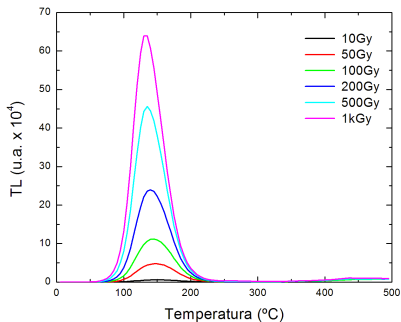
O pico de baixa temperatura ao redor de 145 °C cresce rapidamente



Termoluminescência da amostra natural

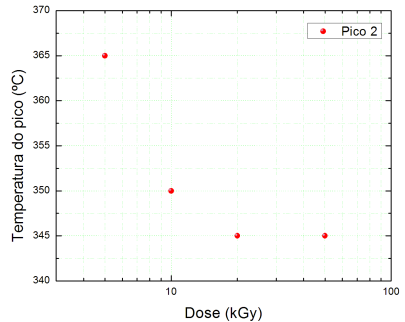
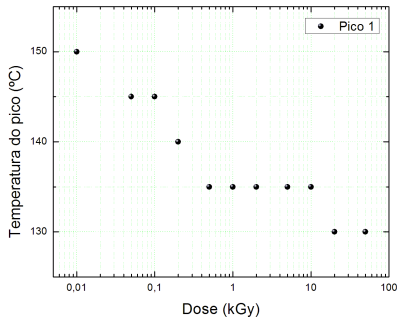
com diferentes doses de radiação γ

O pico de baixa temperatura ao redor de 145 °C cresce rapidamente



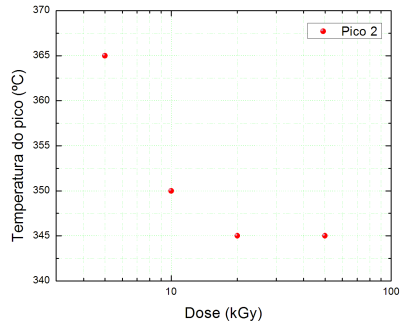
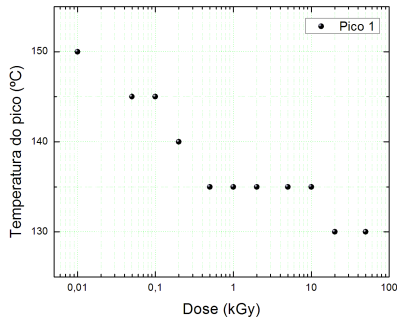
TL da amostra natural + doses de radiação γ

Mudança de temperatura dos picos 1 e 2 com relação à dose



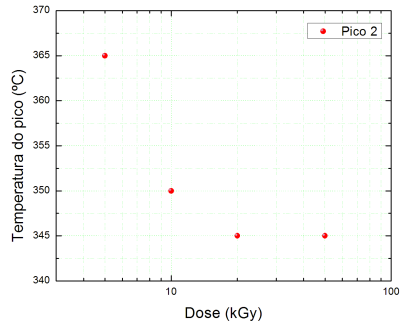
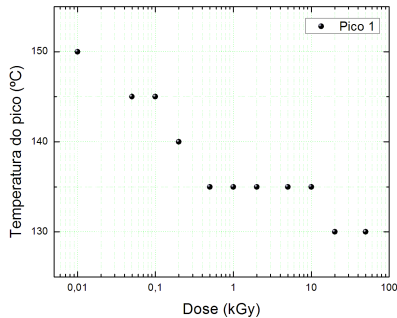
TL da amostra natural + doses de radiação γ

Mudança de temperatura dos picos 1 e 2 com relação à dose



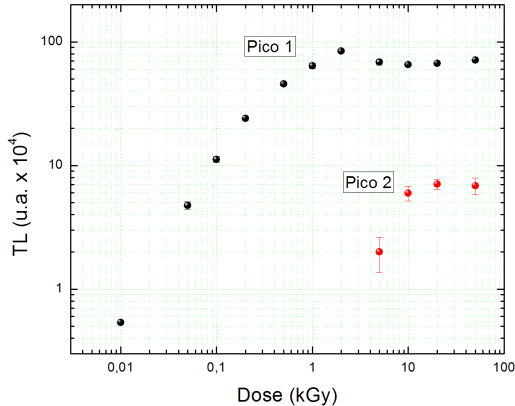
TL da amostra natural + doses de radiação γ

Mudança de temperatura dos picos 1 e 2 com relação à dose



TL da amostra natural + doses de radiação γ

Intensidade dos picos TL (1 e 2) em função da dose de radiação



Tratamentos térmicos

Roteiro experimental

Organização da experiencia

- A amostra natural foi submetida a tratamentos térmicos de 500, 600, ..., 900 °C
- Seguidamente todo o conjunto foi submetido a doses de radiação entre 10 Gy e 20 kGy
- Foi levantada a curva de emissão TL para cada tratamento térmico
- Análise dos novos picos TL com relação aos diferentes tratamentos térmicos e também às doses de radiação

Tratamentos térmicos

Roteiro experimental

Organização da experiencia

- A amostra natural foi submetida a tratamentos térmicos de 500, 600, ..., 900 °C
- Seguidamente todo o conjunto foi submetido a doses de radiação entre 10 Gy e 20 kGy
- Foi levantada a curva de emissão TL para cada tratamento térmico
- Análise dos novos picos TL com relação aos diferentes tratamentos térmicos e também às doses de radiação

Tratamentos térmicos

Roteiro experimental

Organização da experiencia

- A amostra natural foi submetida a tratamentos térmicos de 500, 600, ..., 900 °C
- Seguidamente todo o conjunto foi submetido a doses de radiação entre 10 Gy e 20 kGy
- Foi levantada a curva de emissão TL para cada tratamento térmico
- Análise dos novos picos TL com relação aos diferentes tratamentos térmicos e também às doses de radiação

Tratamentos térmicos

Roteiro experimental

Organização da experiencia

- A amostra natural foi submetida a tratamentos térmicos de 500, 600, ..., 900 °C
- Seguidamente todo o conjunto foi submetido a doses de radiação entre 10 Gy e 20 kGy
- Foi levantada a curva de emissão TL para cada tratamento térmico
- Análise dos novos picos TL com relação aos diferentes tratamentos térmicos e também às doses de radiação

Tratamentos térmicos

Roteiro experimental

Organização da experiencia

- A amostra natural foi submetida a tratamentos térmicos de 500, 600, ..., 900 °C
- Seguidamente todo o conjunto foi submetido a doses de radiação entre 10 Gy e 20 kGy
- Foi levantada a curva de emissão TL para cada tratamento térmico
- Análise dos novos picos TL com relação aos diferentes tratamentos térmicos e também às doses de radiação

Tratamentos térmicos

Curvas de emissão

TT500 °C

TT600 °C

TT700 °C

TT800 °C

TT900 °C

Tratamentos térmicos

Curvas de emissão

TT500 °C

TT600 °C

TT700 °C

TT800 °C

TT900 °C

Tratamentos térmicos

Curvas de emissão

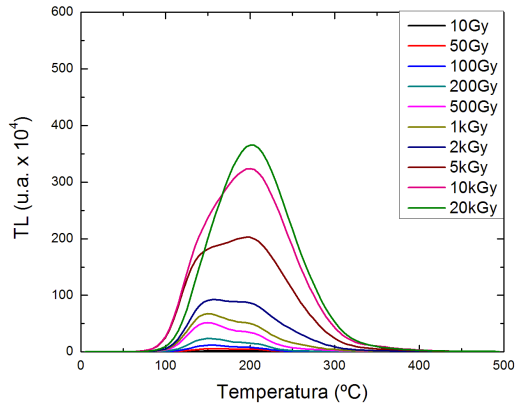
TT500 °C

TT600 °C

TT700 °C

TT800 °C

TT900 °C



Tratamentos térmicos

Curvas de emissão

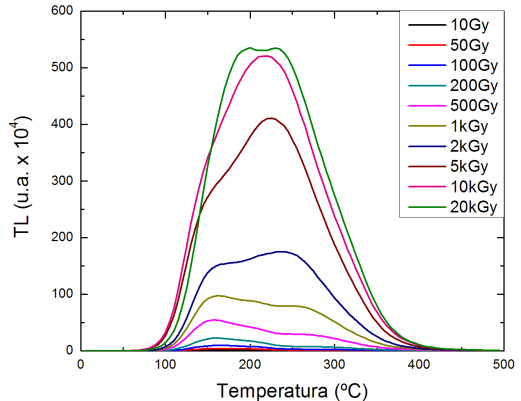
TT500 °C

TT600 °C

TT700 °C

TT800 °C

TT900 °C



Tratamentos térmicos

Curvas de emissão

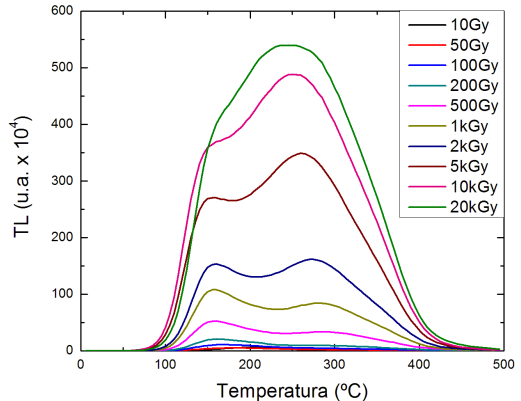
TT500 °C

TT600 °C

TT700 °C

TT800 °C

TT900 °C



Tratamentos térmicos

Curvas de emissão

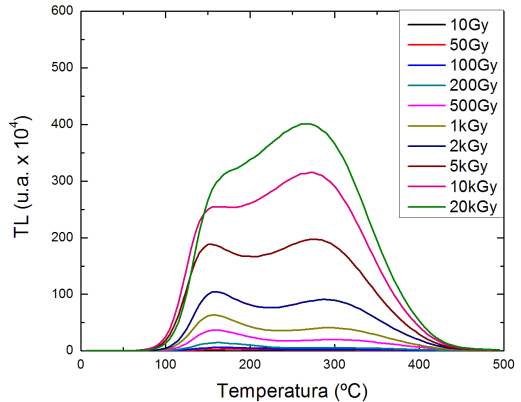
TT500 °C

TT600 °C

TT700 °C

TT800 °C

TT900 °C



Tratamentos térmicos

Curvas de emissão

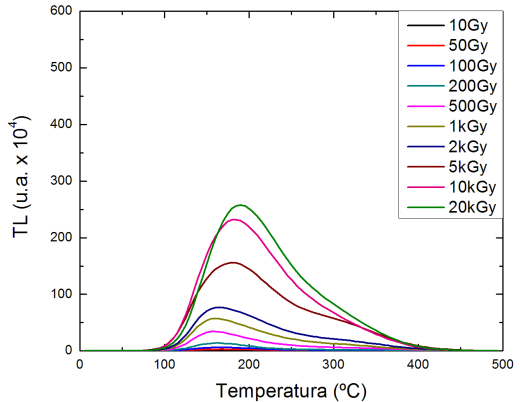
TT500 °C

TT600 °C

TT700 °C

TT800 °C

TT900 °C



Tratamentos térmicos

Curvas de emissão

TT500 °C

TT600 °C

TT700 °C

TT800 °C

TT900 °C

Tratamentos térmicos

Análise dos picos TL

- 1 Pico 1
150 – 160°C
- 2 Pico 2
195 – 205°C
- 3 Pico 3
230 – 300°C

Tratamentos térmicos

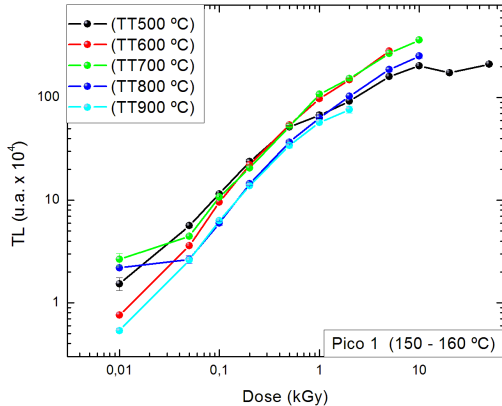
Análise dos picos TL

- 1 Pico 1
150 – 160°C
- 2 Pico 2
195 – 205°C
- 3 Pico 3
230 – 300°C

Tratamentos térmicos

Análise dos picos TL

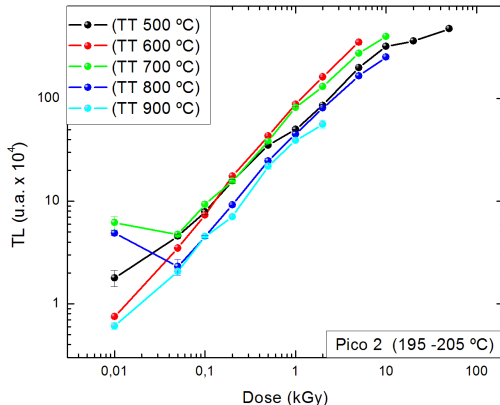
- 1 Pico 1
150 – 160°C
- 2 Pico 2
195 – 205°C
- 3 Pico 3
230 – 300°C



Tratamentos térmicos

Análise dos picos TL

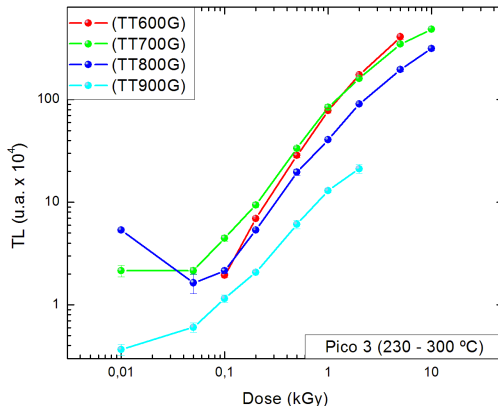
- 1 Pico 1
150 – 160°C
- 2 Pico 2
195 – 205°C
- 3 Pico 3
230 – 300°C



Tratamentos térmicos

Análise dos picos TL

- 1 Pico 1
150 – 160°C
- 2 Pico 2
195 – 205°C
- 3 Pico 3
230 – 300°C



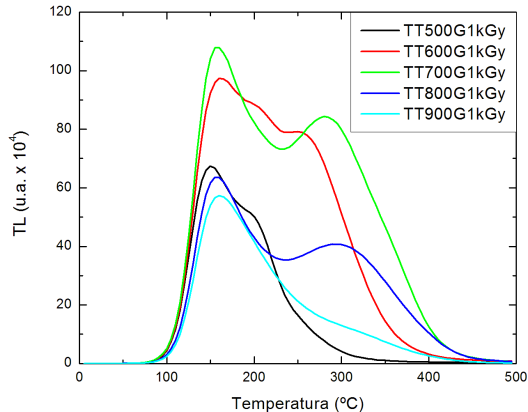
Tratamentos térmicos

Análise dos picos TL

- 1 Pico 1
150 – 160°C
- 2 Pico 2
195 – 205°C
- 3 Pico 3
230 – 300°C

Tratamentos térmicos

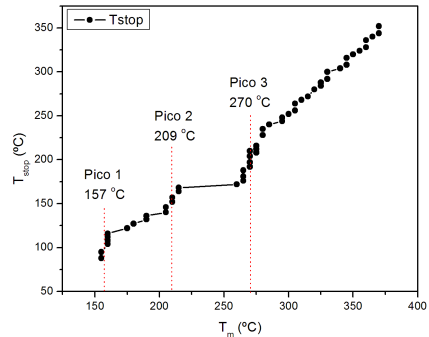
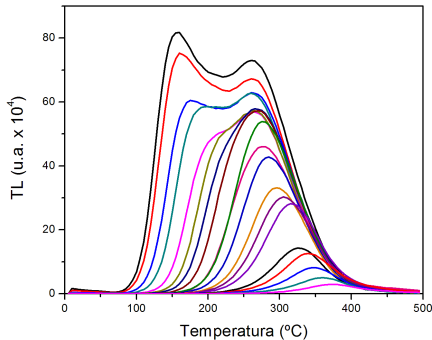
Efeito dos tratamentos térmicos na Zoisita (levantamento para uma dose de 1kGy)



Cinética dos picos TL

Método $T_m - T_{stop}$

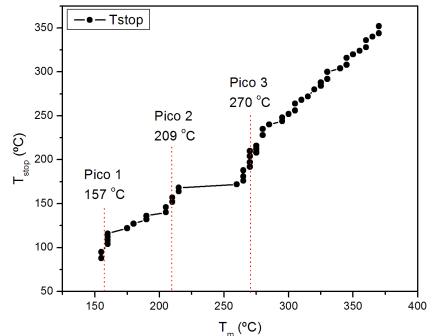
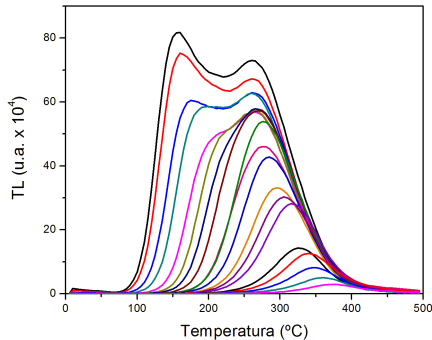
Amostra selecionada: Zoisita natural + TT de 600 °C por 1h.
(Dose γ de 1kGy)



Cinética dos picos TL

Método $T_m - T_{stop}$

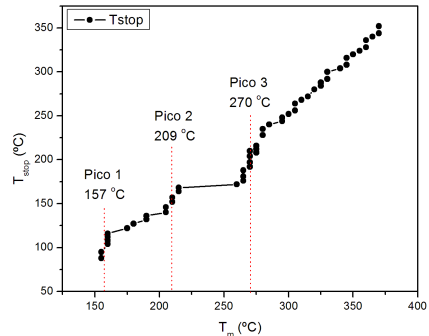
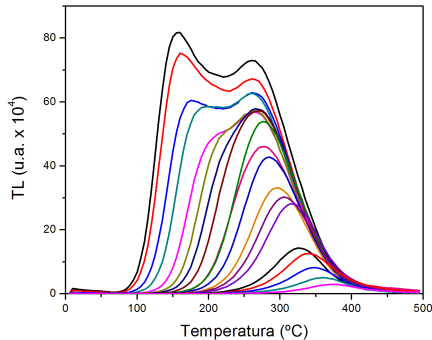
Amostra selecionada: Zoisita natural + TT de 600 °C por 1h.
(Dose γ de 1kGy)



Cinética dos picos TL

Método $T_m - T_{stop}$

Amostra selecionada: Zoisita natural + TT de 600 °C por 1h.
(Dose γ de 1kGy)

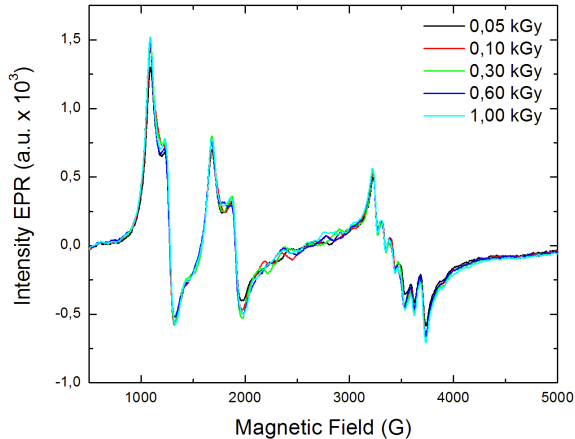


Espectro EPR da amostra natural

irradiadas com 50, 100, 300, 600 e 1000 Gy

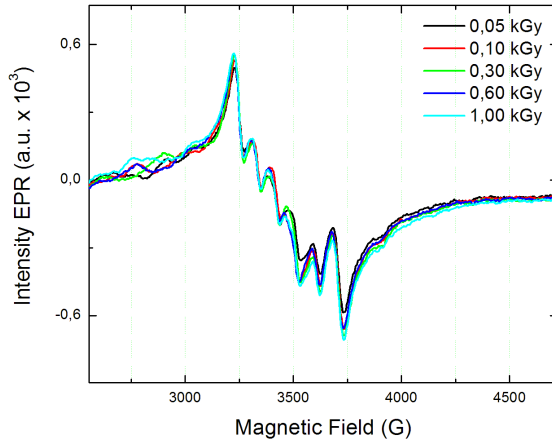
Espectro EPR da amostra natural

irradiadas com 50, 100, 300, 600 e 1000 Gy



Espectro EPR da amostra natural

irradiadas com 50, 100, 300, 600 e 1000 Gy



Conteúdo

1 Introdução

- Breve historia
- Características Físicas
- Estrutura

2 Resultados experimentais

- Análise da amostra natural
- Termoluminescência - TL
- Ressonância Paramagnética Eletrônica - EPR

3 Próximas experiências

- Medidas complementares

Medidas e análises complementares

- 1 $T_m - T_{stop}$ para amostra com TT de 700 °C irradiada com 2 kGy.
- 2 Deconvolução das curvas de emissão.
- 3 Cálculo da energia de ativação E e o fator de frequência s .
- 4 Medidas de EPR para diferentes tratamentos térmicos.
- 5 Medidas de refletancia e absorção óptica.
- 6 Datação pelo método de tracos de fissão em cristais naturais (E.A.C. Curvo *et al.* Rad. Meas. 2005²)

²On epidote fission track dating

Medidas e análises complementares

- 1 $T_m - T_{stop}$ para amostra com TT de 700 °C irradiada com 2 kGy.
- 2 Deconvolução das curvas de emissão.
- 3 Cálculo da energia de ativação E e o fator de frequência s .
- 4 Medidas de EPR para diferentes tratamentos térmicos.
- 5 Medidas de refletancia e absorção óptica.
- 6 Datação pelo método de tracos de fissão em cristais naturais (E.A.C. Curvo *et al.* Rad. Meas. 2005²)

²On epidote fission track dating

Medidas e análises complementares

- 1 $T_m - T_{stop}$ para amostra com TT de 700 °C irradiada com 2 kGy.
- 2 Deconvolução das curvas de emissão.
- 3 Cálculo da energia de ativação E e o fator de frequência s .
- 4 Medidas de EPR para diferentes tratamentos térmicos.
- 5 Medidas de refletancia e absorção óptica.
- 6 Datação pelo método de tracos de fissão em cristais naturais (E.A.C. Curvo *et al.* Rad. Meas. 2005²)

²On epidote fission track dating

Medidas e análises complementares

- 1 $T_m - T_{stop}$ para amostra com TT de 700 °C irradiada com 2 kGy.
- 2 Deconvolução das curvas de emissão.
- 3 Cálculo da energia de ativação E e o fator de frequência s .
- 4 Medidas de EPR para diferentes tratamentos térmicos.
- 5 Medidas de refletancia e absorção óptica.
- 6 Datação pelo método de tracos de fissão em cristais naturais (E.A.C. Curvo *et al.* Rad. Meas. 2005²)

²On epidote fission track dating

Medidas e análises complementares

- 1 $T_m - T_{stop}$ para amostra com TT de 700 °C irradiada com 2 kGy.
- 2 Deconvolução das curvas de emissão.
- 3 Cálculo da energia de ativação E e o fator de frequência s .
- 4 Medidas de EPR para diferentes tratamentos térmicos.
- 5 Medidas de refletancia e absorção óptica.
- 6 Datação pelo método de tracos de fissão em cristais naturais (E.A.C. Curvo *et al.* Rad. Meas. 2005²)

²On epidote fission track dating

Medidas e análises complementares

- 1 $T_m - T_{stop}$ para amostra com TT de 700 °C irradiada com 2 kGy.
- 2 Deconvolução das curvas de emissão.
- 3 Cálculo da energia de ativação E e o fator de frequência s .
- 4 Medidas de EPR para diferentes tratamentos térmicos.
- 5 Medidas de refletancia e absorção óptica.
- 6 Datação pelo método de tracos de fissão em cristais naturais (E.A.C. Curvo *et al.* Rad. Meas. 2005²)

²On epidote fission track dating