Clay mineral analysis by XRD

From sample preparation to evidence review: explore the methodology guiding diffractogram comparison in Argiloteca.

This guide combines reading summaries with the full revised methodology. The described reference set uses standard samples from LDRX/CPGq/IGEO/UFRGS.

The PDF includes summaries and every full-text section, including collapsed sections. The original text remains in Portuguese.



Sample preparation · AI-generated conceptual illustration. It does not depict the laboratory or an analysed sample.

Research prototype · technical review required. The workbench organises curves and evidence to support interpretation. Similarity and scores do not represent mineral content, calibrated probability or independent validation.

On this page

XRD principles 2

N/G/H preparation and acquisition 4

Data integrity and organisation 7

Processing and peaks 8

Mineralogical interpretation 10

Curve similarity 16

Crystallographic references 17

Quantification and other techniques 19

Knowledge and artificial intelligence 20

Training, testing and validation 20

Using the workbench and preserving results 22

References and original document 23

Read each topic summary or expand “Full text” to consult the original wording and tables. Parameters describe the documented procedure; check each execution’s version and provenance.

Full text · original introduction in Portuguese

A Argiloteca integra os dados de difração de raios X à documentação científica das amostras de argilas e materiais argilosos. Seu módulo DRX reúne arquivos instrumentais, condições de preparação, difratogramas, resultados de processamento e evidências mineralógicas em um ambiente de comparação e revisão. Cada interpretação deve permanecer vinculada à amostra analisada, ao ensaio que a produziu e às operações realizadas sobre os dados.

O conjunto de referência do painel é constituído por dados de amostras padrão do Laboratório de Difratometria de Raios X do Centro de Estudos em Petrologia e Geoquímica (CPGq/IGEO), da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). Essas amostras e suas identificações mineralógicas servem como conjunto de dados para testes e treinamento do modelo da Argiloteca. Os arquivos instrumentais fornecem as observações experimentais, enquanto a descrição das fases minerais orienta a comparação entre os resultados computacionais e a interpretação de referência.

A metodologia acompanha o percurso da amostra ao resultado: documenta o preparo, preserva o arquivo original, reconstrói a curva, caracteriza os picos, compara os tratamentos e organiza hipóteses para avaliação especializada. No estágio atual do protótipo, o processamento automatizado apoia a triagem e a interpretação, enquanto a confirmação mineralógica depende da análise do conjunto de evidências e de uma decisão curatorial registrada.

XRD principles



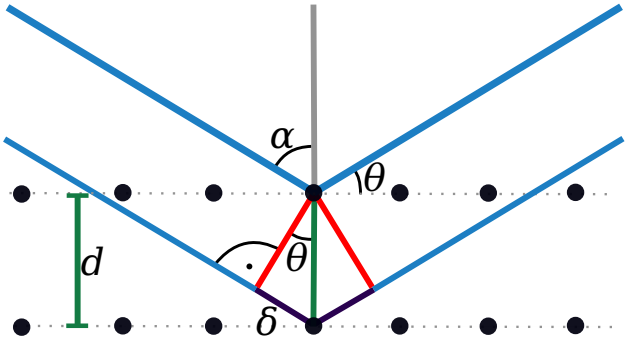
Lamellar habit · AI-generated illustration without a scale. It is not a micrograph and does not identify a mineral species.

XRD records diffracted intensity against 2θ. Peak positions, intensities, shapes and widths must be interpreted with the preparation, radiation and processing used.

Bragg’s law relates angular position to interplanar spacing. In the v4 execution described in the document, a curve without an explicitly declared wavelength stays in 2θ, without conversion to d. The Cu Kα reference of approximately 1.5406 Å does not replace checking the actual radiation.



From instrument to diffractogram
An illustrative example of a diffractometer; the photograph does not depict the Argiloteca laboratory.
Sufangxi · Wikimedia Commons · CC BY-SA 4.0



The geometry of diffraction
The diagram relates the beam angle to the spacing between crystal planes.
Matthias M. / Dipl.-Phys. · Wikimedia Commons · Public domain

nλ = 2d sin θ

Bragg’s law · λ: wavelength; d: interplanar spacing; θ: half of 2θ; n: diffraction order. The described procedure uses n = 1.

Full text in Portuguese · XRD principles

1 Fundamento da análise de DRX

A difração de raios X investiga a organização cristalina dos materiais. O difratômetro registra a intensidade difratada em função do ângulo 2θ, produzindo o difratograma. A posição dos picos se relaciona aos espaçamentos entre planos cristalinos; suas intensidades, larguras e formas também dependem da estrutura, da preparação da amostra, das condições instrumentais e do processamento aplicado.

Na Argiloteca, a relação entre posição angular e espaçamento interplanar é estabelecida pela lei de Bragg:

nλ = 2dsinθ

Nessa relação, λ representa o comprimento de onda da radiação, d é o espaçamento interplanar, θ corresponde à metade do ângulo registrado como 2θ e n é a ordem de difração. Para a conversão usual do painel, considera-se n = 1. A configuração do protótipo adota como referência o valor aproximado de 1,5406 Å para Cu Kα, cuja correspondência com a radiação efetiva do ensaio deve ser conferida. Na execução v4, a ausência de comprimento de onda explicitamente informado impede a conversão para d, mantendo a curva em 2θ. Resultados legados obtidos com uma radiação assumida devem identificar essa hipótese e a limitação correspondente.

Nos argilominerais lamelares, as reflexões basais ajudam a acompanhar mudanças na distância entre as camadas. Por isso, a análise considera séries de reflexões e sua resposta aos tratamentos. Uma posição isolada pode corresponder a diferentes minerais ou reunir contribuições sobrepostas; seu significado depende das demais feições do padrão e do contexto experimental.

N/G/H preparation and acquisition

N is the natural preparation; G is glycolated; H is heated. H corresponds to the C (calcined) condition used in the workbench. N/G/H and N/G/C represent the same three conditions; original file labels are retained.

The protocol describes drying below 60 °C, disaggregation and quartering; the fraction below 2 µm is separated by sedimentation for oriented mounts. Unoriented preparation using a 250-mesh sieve is a separate procedure.

The suspension is sonicated for five minutes; after 2 h 30 min of settling, the upper 3 cm are collected. The stated centrifugation is 15,000 rpm for five minutes; recording the rotor or relative centrifugal force supports comparison between instruments. The paste is redispersed in 5–10 mL and dried on a glass slide for 24–48 hours.

Ethylene-glycol treatment takes place at 60 °C for two to three hours; H/C heating uses 550 °C for two hours. An oriented scan ending at 32° does not cover the 060 region with Cu Kα; this evidence requires the wider powder acquisition.

N · Natural

Reference condition before treatment.

G · Glycolated

Ethylene glycol · 60 °C · 2–3 h.

H/C · Heated

550 °C · 2 h.

Usual conditions described for the SIEMENS-BRUKER-AXS-D5000

Preparation	2θ	Step	Time per step
Unoriented powder	2°–72°	0,02°	1 s
Natural · N	2°–32°	0,02°	2 s

Preparation	2θ	Step	Time per step
Glycolated · G	2°–32°	0,02°	3 s
Heated · H/C	2°–32°	0,02°	2 s

Cu Kα radiation · 40 kV · 30 mA. Raw counts with different counting times require acquisition-time consideration; do not repeat conversion when the file already provides counts per second.

Full text in Portuguese · N/G/H preparation and acquisition

2 Preparação das amostras e comparação N/G/H

Nesta descrição, N/G/H designa a comparação entre as preparações natural, glicolada e aquecida, sendo H associado ao termo inglês heated. A preparação aquecida corresponde à condição C, denominada calcinada no painel e no protocolo do laboratório. As notações N/G/H e N/G/C representam, portanto, as mesmas três condições experimentais. Na documentação, devem ser preservados os rótulos originais dos arquivos e sua correspondência com os tratamentos.

O procedimento acompanha a resposta de uma mesma amostra à solvatação e ao aquecimento. A montagem orientada favorece as reflexões basais dos argilominerais, enquanto a preparação em pó não orientado permite examinar reflexões adicionais. A interpretação depende da combinação entre essas observações e os metadados do ensaio.

Preparação inicial do material

A amostra é seca em temperatura inferior a 60 °C, para reduzir alterações térmicas antes dos tratamentos diagnósticos. Em seguida, é desagregada e quarteada, com pulverização quando necessária, especialmente em materiais de rocha fresca. O quarteamento permite separar porções representativas para os diferentes procedimentos.

Uma porção pode ser analisada pelo método do pó. O protocolo também prevê preparação não orientada com peneira de 250 mesh para investigar politipos e informações relacionadas ao parâmetro cristalográfico b. Essa preparação é distinta da separação da fração menor que 2 µm, realizada posteriormente por sedimentação para produzir as montagens orientadas.

Separação da fração argila e montagem orientada natural

Cerca de 5 g do material pulverizado são colocados em um recipiente com capacidade de 250 mL e recebem água destilada. A suspensão é homogeneizada com bastão de vidro com ponta de borracha. Quando ocorre floculação, o protocolo prevê o uso de solução de hexametafosfato de sódio a 34,5 g/L ou de carbonato de sódio a 7,94 g/L, com dosagem informada de 10 mL por litro. A solução utilizada e o volume ao qual essa dosagem se refere devem constar do registro de preparação.

A suspensão é agitada, submetida a ultrassom durante cinco minutos e novamente homogeneizada. Após repouso de duas horas e trinta minutos, retiram-se os três centímetros superiores com um sifão de ponta recurvada. Esse procedimento realiza a separação operacional da fração argila menor que 2 µm, condicionada às características da suspensão e às condições de sedimentação, incluindo temperatura e profundidade de coleta.

A suspensão coletada é centrifugada a 15.000 rpm por cinco minutos. A pasta resultante é redispersa em 5 a 10 mL de água destilada, pipetada sobre lâmina de vidro e seca por 24 a 48 horas. Para reproduzir a centrifugação entre equipamentos, o registro deve incluir o rotor ou a força centrífuga relativa, quando disponíveis.

A deposição e a secagem favorecem a orientação das partículas lamelares, realçando as reflexões dos planos 00l. Obtém-se a preparação orientada natural, identificada como N, que estabelece a condição de referência para a comparação com os tratamentos seguintes.

Glicolação da preparação orientada

A preparação orientada é colocada em dessecador com etilenoglicol e mantida em estufa a 60 °C durante duas a três horas. Após o tratamento, a lâmina é retirada e analisada. Essa condição recebe a identificação G.

A glicolação permite investigar componentes expansivos. A incorporação de moléculas de etilenoglicol aos espaços interlamelares de minerais suscetíveis ao tratamento pode aumentar o espaçamento basal, deslocando suas reflexões para menores ângulos 2θ. No conjunto de referência da Argiloteca, essa resposta é examinada especialmente na avaliação de amostras com esmectitas, em associação com as demais reflexões e com a resposta ao aquecimento.

Aquecimento da preparação orientada

A preparação destinada ao tratamento térmico é aquecida a 550 °C durante duas horas, originando a condição H ou C. A análise compara a permanência, o deslocamento, a redução e o desaparecimento das reflexões em relação às condições natural e glicolada.

A resposta térmica depende do mineral. Nas esmectitas, a contração do espaçamento basal acompanha alterações no conteúdo de água e no espaço interlamelar. Nos minerais do grupo da caulinita, a redução ou perda de reflexões após esse tratamento relaciona-se à desidroxilação e à desorganização da estrutura cristalina. A persistência de reflexões de outros componentes da amostra ajuda a discriminar contribuições sobrepostas. Por isso, uma reflexão residual próxima de 7 Å deve ser examinada junto às séries associadas e ao comportamento térmico do conjunto.

Condições instrumentais de aquisição

As condições usuais informadas para o laboratório utilizam um difratômetro SIEMENS-BRUKER-AXS-D5000, com goniômetro θ–θ, radiação Cu Kα, tensão de 40 kV e corrente de 30 mA. O passo angular é de 0,02° em 2θ, com intervalos e tempos de contagem específicos para cada preparação.

Tabela do documento original · 2 Preparação das amostras e comparação N/G/H

Preparação	Intervalo em 2θ	Passo angular	Tempo por passo
Pó não orientado	2° a 72°	0,02°	1 segundo

Preparação	Intervalo em 2θ	Passo angular	Tempo por passo
Orientada natural — N	2° a 32°	0,02°	2 segundos
Orientada glicolada — G	2° a 32°	0,02°	3 segundos
Orientada aquecida — H/C	2° a 32°	0,02°	2 segundos

Essas condições devem acompanhar os dados e ser conferidas nos metadados de cada aquisição. Como a preparação glicolada possui maior tempo de contagem por passo, intensidades expressas em contagens brutas precisam considerar essa diferença. Quando for necessário comparar taxas de contagem, utiliza-se o tempo de aquisição correspondente; se o arquivo já fornecer contagens por segundo, essa conversão não deve ser repetida. A normalização das curvas facilita a comparação de forma, mas não elimina diferenças de estatística de contagem, orientação ou espessura da preparação.

As varreduras orientadas entre 2° e 32° permitem acompanhar as principais reflexões basais. A preparação em pó, medida até 72°, acrescenta reflexões de ângulos mais altos, incluindo a região 060, relevante à análise do parâmetro b e de características di ou trioctaédricas. Essas feições não podem ser extraídas de uma varredura que termine em 32°.

O registro completo relaciona amostra, preparação, sequência de tratamentos, condições instrumentais e arquivos produzidos. A planilha de identificação mineralógica fornece os rótulos de referência; a comprovação de que uma amostra possui o conjunto N/G/H completo depende dos respectivos arquivos e metadados.

Data integrity and organisation

Ingestion checks the signature and layout, header, point count, numeric values and increasing 2θ axis. The RAW extension alone does not guarantee support. Truncated files and inconsistent series require review.

The original is preserved and identified by SHA-256, format, size, angular range and reader version. Anonymised public copies use ARC codes; originals and identity mappings remain restricted. Recovering or classifying a curve does not authorise publication.

Full text in Portuguese · Data integrity and organisation

3 Organização e controle dos dados instrumentais

A ingestão começa pela identificação do conteúdo do arquivo. O leitor verifica assinaturas e layouts compatíveis, reconstrói o eixo angular e recupera as intensidades. O suporte à extensão RAW depende do formato interno efetivamente reconhecido. A arquitetura também admite curvas tabulares em formatos compatíveis, desde que a interpretação numérica seja inequívoca.

Antes do processamento, são verificados o cabeçalho, a quantidade de pontos, a correspondência entre ângulo e intensidade, a presença de valores numéricos válidos e o crescimento do eixo 2θ. Arquivos truncados, séries inconsistentes ou formatos desconhecidos recebem indicação de erro ou necessidade de revisão. Essa etapa estabelece se a observação instrumental pode ser reconstruída adequadamente.

O arquivo original é preservado, e seus produtos derivados mantêm a relação com ele. O registro de integridade utiliza SHA-256, acompanhado do formato detectado, tamanho, quantidade de pontos, intervalo angular e versão do leitor. O hash permite reconhecer a versão exata do arquivo utilizada em uma execução; a correspondência entre arquivos e amostras continua dependendo dos metadados e da curadoria.

O inventário público utiliza cópias anonimizadas identificadas por códigos ARC, enquanto os originais e a correspondência de identidade permanecem em área restrita. Recuperar uma curva, classificá-la ou produzir um relatório são operações distintas da autorização para disponibilizá-la publicamente.

Processing and peaks

The document describes ASLS background correction, Savitzky–Golay smoothing, robust noise estimation, peak detection and characterisation, and normalisation. Any alternative method must be recorded in the execution together with its parameters.

The ASLS smoothness parameter is not the radiation wavelength. Refining a maximum by parabolic interpolation does not correct instrument calibration. Local area uses trapezoidal integration; half-prominence width and background-referenced FWHM can differ.

Normalisation by the maximum, area or a region of interest facilitates shape comparison. None of these transformations provides mineral content. The parameters below are those documented; each result must retain its execution version and configuration.

Documented processing parameters

Step	Configuration
ASLS baseline	Smoothness 100,000 · asymmetry 0.01 · up to 10 iterations
Savitzky–Golay	11-point window · order 3
Peak detection	Prominence ≥ 4σ · height ≥ 3σ · S/N ≥ 5 · separation 0.10° in 2θ

4 Processamento da curva e caracterização dos picos

O processamento transforma a série de 2θ × intensidade em descritores que podem ser comparados. A Argiloteca registra os métodos, os parâmetros e as alternativas utilizadas em cada execução, preservando a distinção entre os valores de origem e a curva processada. As principais operações são correção de fundo, suavização, estimativa de ruído, detecção de picos, cálculo de atributos e normalização.

Correção da linha de base

O fundo do difratograma pode dificultar a comparação de alturas e áreas. A correção procura estimar essa contribuição de variação mais lenta e separá-la das feições locais. O método principal documentado é o ajuste por mínimos quadrados assimétricos, ASLS. Ele combina suavidade da linha de base com ponderação assimétrica dos pontos, reduzindo a influência dos picos sobre a estimativa do fundo.

A configuração descrita utiliza parâmetro de suavidade de 100.000, assimetria de 0,01 e até dez iterações. Esse parâmetro de suavidade é uma constante do algoritmo e não corresponde ao comprimento de onda da radiação. Quando o método principal não está disponível, uma alternativa baseada em mínimo móvel e média móvel pode ser empregada, com registro da substituição. A linha de base estimada deve ser examinada em regiões de bandas largas, nas quais uma correção excessiva pode remover informação relevante.

Suavização e estimativa do ruído

A suavização reduz oscilações locais que podem produzir falsos máximos. O procedimento principal utiliza Savitzky–Golay, que ajusta polinômios em janelas móveis. A configuração documentada emprega janela de 11 pontos e polinômio de ordem 3, com média móvel como alternativa registrada. A adequação da janela depende do passo angular e da largura das feições: suavizar excessivamente pode modificar picos estreitos, ombros e sobreposições.

O ruído é estimado por uma medida robusta baseada na mediana dos desvios absolutos das diferenças entre pontos consecutivos. Essa estimativa fornece uma escala para comparar a intensidade das feições com as flutuações do sinal. O uso de um limiar relacionado ao ruído reduz a dependência de um único valor absoluto de intensidade para curvas adquiridas em condições diferentes.

Detecção e descrição dos picos

A detecção procura máximos locais que atendam simultaneamente a critérios de altura, proeminência, separação angular e relação sinal/ruído. A proeminência descreve quanto um máximo se destaca do seu entorno; ela ajuda a distinguir uma feição localizada de uma simples oscilação sobre um fundo elevado.

Na configuração documentada, os limiares incluem proeminência mínima de 4σ, altura mínima de 3σ, separação de 0,10° em 2θ e relação sinal/ruído mínima de 5, em que σ representa a estimativa do ruído. Esses valores são parâmetros operacionais da análise, sujeitos à avaliação conforme o tipo de curva e a resolução da medida.

Cada pico pode reunir posição angular, espaçamento interplanar quando λ é conhecido, intensidade, proeminência, largura e área. A posição pode ser refinada por interpolação parabólica de três pontos próximos ao máximo, e a área local é obtida por integração trapezoidal. Refinar numericamente a posição de um máximo não equivale a corrigir a calibração do instrumento ou deslocar o eixo de toda a curva.

A FWHM descreve a largura à meia altura do pico em relação à linha de referência adotada. A convenção de cálculo precisa acompanhar o resultado: uma largura calculada à meia proeminência não é necessariamente igual à FWHM referida ao fundo corrigido, sobretudo em feições sobrepostas. Altura, área e largura caracterizam o sinal; sua interpretação como abundância, cristalinidade ou tamanho de cristalito exige métodos e correções adicionais.

Normalização das intensidades

A normalização permite comparar curvas com escalas de intensidade diferentes. O sistema contempla divisão pelo máximo, pela área integrada ou pelo máximo de uma região de interesse definida. Cada opção enfatiza um aspecto da comparação e precisa permanecer identificada.

Uma curva normalizada pelo máximo facilita a comparação das intensidades relativas dentro do padrão. A normalização pela área utiliza uma referência global diferente e pode alterar a aparência relativa das feições. A normalização serve à comparação e deve permanecer identificada, junto aos valores instrumentais e ao processamento aplicado.

Mineralogical interpretation

The Å windows define search regions in the argiloteca.drx.ngc.v3 catalogue. They are project operating parameters, not universal limits from the literature. The semantic catalogue contains 18 rules, 34 windows, eight peak sets and six ambiguity groups; this does not establish uniform execution of every criterion or validation of 18 minerals.

Interpretation combines the N/G/H trajectory, reflection series and competing hypotheses. Smectites require investigation of glycolation expansion and thermal contraction; the 10 Å region may contain mica/illite and heated smectite. Kaolinite and chlorite may overlap near 7 Å. A single peak does not confirm a mineral.

The documentation distinguishes interstratification from a physical mixture, retains vermiculite as a provisional hypothesis and requires additional evidence to refine species. The 060 reflection requires adequate angular coverage and control of quartz interference near 1.54 Å. An unmeasured region is not equivalent to a reflection sought but not detected.

Catalogue operating windows · spacing in Å

Group or hypothesis	N	G	H/C
Smectites	13,46–16,86	16,06–18,31	9,65–10,37
Chlorites	13,74–14,74	13,83–14,72	13,58–14,87
Illite or mica	9,84–10,36	9,82–10,30	9,73–10,38

Group or hypothesis	N	G	H/C
Kaolinite group	6,97–7,42	6,96–7,42	Reduction or loss within 6.96–7.42
Vermiculites	13,70–14,80	13,70–14,80	10,00–12,00

For reference sample 7434, the recorded phases are smectite, mica/illite and kaolinite. The spreadsheet does not contain curves demonstrating treatment responses; those behaviours must be checked in linked files.

Full text in Portuguese · Mineralogical interpretation

5 Interpretação mineralógica baseada em evidências

A interpretação mineralógica na Argiloteca relaciona posições de reflexões, conjuntos de picos, respostas aos tratamentos e informações complementares para formular hipóteses verificáveis. A presença de uma reflexão em uma região compatível inicia a investigação, mas não confirma, isoladamente, um mineral. O diagnóstico ganha sustentação quando diferentes observações convergem e quando as hipóteses concorrentes são examinadas. Essa abordagem segue os princípios de identificação por DRX apresentados por Moore e Reynolds (1997), Brindley e Brown (1980) e pelo manual de Poppe et al. (2001).

Organização do catálogo e fundamento das regras

O catálogo argiloteca.drx.ngc.v3 reúne 18 regras principais, 34 faixas nomeadas de espaçamento interplanar, oito conjuntos de picos e seis grupos de ambiguidade. As regras abrangem hipóteses mineralógicas, interferências e evidências auxiliares; esses números não correspondem a 18 minerais identificados ou validados. Cada regra relaciona uma hipótese às observações esperadas, aos tratamentos pertinentes, às reflexões acompanhantes, aos possíveis competidores e às limitações da interpretação.

O arquivo constitui um catálogo semântico: documenta e organiza o conhecimento utilizado pelo painel, enquanto a execução analítica é atribuída aos módulos computacionais e ao catálogo de apoio da aplicação. Sua existência não demonstra que todos os critérios sejam carregados diretamente do YAML ou aplicados de maneira idêntica em cada fluxo. A rastreabilidade exige relacionar a regra documentada à versão do procedimento efetivamente executado.

As referências bibliográficas fundamentam os princípios mineralógicos. Os intervalos numéricos específicos, por sua vez, representam parâmetros registrados no catálogo da Argiloteca. Essa distinção é necessária porque o arquivo reúne janelas operacionais e um espelho de conhecimento bibliográfico cujos limites nem sempre coincidem. Para a esmectita natural, por exemplo, a regra principal registra 13,46–16,86 Å, enquanto o espelho diagnóstico apresenta 12,0–15,5 Å. Os valores não devem ser fundidos silenciosamente nem apresentados como limites universais extraídos de uma publicação.

Como as evidências são combinadas

A análise começa pela conferência da amostra, da preparação, da radiação e do intervalo medido. A conversão de 2θ para espaçamento interplanar requer comprimento de onda explícito e eixo confiável. Uma reflexão fora da faixa de aquisição constitui informação não observada; não deve receber o mesmo tratamento de uma reflexão procurada, mas não detectada em condições adequadas.

Em seguida, localizam-se feições compatíveis com as janelas de busca e examinam-se suas reflexões acompanhantes. Nas preparações orientadas de minerais lamelares, a coerência da série basal 00l é especialmente relevante. A interpretação confronta o conjunto natural com os resultados da glicolação e do aquecimento, verificando deslocamento, persistência, enfraquecimento e perda de reflexões. Nesta descrição, H designa editorialmente a condição aquecida, registrada como C no catálogo; N/G/H e N/G/C referem-se às mesmas condições experimentais.

A comparação precisa considerar resolução, sobreposição, ruído e preparo. Estar dentro de duas janelas numéricas sobrepostas não comprova expansão nem estabilidade. É necessário verificar a trajetória da feição entre tratamentos e sua relação com o restante do padrão. O catálogo utiliza descritores como “expansão parcial” e “redução forte”, mas não fornece limiares numéricos para todas essas expressões. Sua aplicação computacional requer critérios explícitos e avaliados para o protocolo utilizado.

Quando uma hipótese é reconhecida, as reflexões que a sustentam devem permanecer identificáveis no difratograma. A atribuição de um conjunto de picos ajuda a investigar os sinais ainda não explicados, sem apagar os dados brutos nem impedir que uma região reúna contribuições de mais de um mineral.

Janelas operacionais para os principais grupos

Os intervalos abaixo reproduzem as regras principais do catálogo e são expressos em Å. Eles delimitam regiões de busca; a interpretação também exige o comportamento entre tratamentos e os critérios complementares descritos a seguir.

Tabela do documento original · 5 Interpretação mineralógica baseada em evidências

Grupo ou hipótese	Natural N	Glicolada G	Aquecida H/C
Esmectitas	13,46–16,86	16,06–18,31	9,65–10,37
Cloritas	13,74–14,74	13,83–14,72	13,58–14,87
Ilita ou mica	9,84–10,36	9,82–10,30	9,73–10,38
Grupo da caulinita	6,97–7,42	6,96–7,42	Verificar redução ou perda em 6,96–7,42
Vermiculitas	13,70–14,80	13,70–14,80	10,00–12,00

Esmectitas. A regra exige uma trajetória expansiva: aumento do espaçamento basal após glicolação, frequentemente para próximo de 17 Å, seguido de contração para a região de 10 Å após aquecimento apropriado. O comportamento natural depende da hidratação e dos cátions interlamelares; uma posição fora da janela operacional não demonstra, por si, ausência de

esmectita. Um pico glicolado isolado também é insuficiente. A persistência simultânea de uma contribuição próxima de 14 Å exige examinar clorita, vermiculita, mistura de fases e interestratificados. O fundamento está na resposta estrutural aos tratamentos, e não apenas na coincidência de uma posição (Moore e Reynolds, 1997; Poppe et al., 2001).

Ilita ou mica. A hipótese é sustentada pela persistência aproximada da região de 10 Å nas três preparações, acompanhada por reflexões nas janelas de 4,85–5,15 Å e 3,26–3,40 Å. A região próxima de 3,33 Å é compartilhada com o quartzo e não deve ser usada isoladamente. Além disso, a esmectita aquecida pode contribuir na região de 10 Å. Assim, uma reflexão nessa posição na curva H/C precisa ser relacionada às curvas N e G antes de ser atribuída à ilita ou mica. A regra reconhece uma compatibilidade mineralógica ampla; a distinção entre espécies de micas requer informação adicional (Moore e Reynolds, 1997).

Grupo da caulinita. O catálogo combina reflexões próximas de 7,15 Å e 3,57 Å, estabilidade aproximada após glicolação e redução ou desaparecimento após aquecimento. A janela da reflexão acompanhante é 3,52–3,62 Å. No protocolo descrito para a Argiloteca, o tratamento térmico corresponde a 550 °C durante duas horas. A perda de reflexões relaciona-se à desidroxilação e à desorganização da estrutura; difere da contração basal observada nas esmectitas. Em misturas, o aquecimento sozinho não resolve a sobreposição caulinita–clorita, pois reflexões de ordens superiores da clorita também podem enfraquecer. Devem ser examinadas a série clorítica e a resolução das contribuições próximas de 3,57 e 3,53 Å. As reflexões basais não distinguem, isoladamente, caulinita, dickita e nacrita; essa separação exige reflexões não basais resolvidas e outros critérios estruturais (Brindley e Brown, 1980; Moore e Reynolds, 1997; Poppe et al., 2001).

Cloritas. A regra procura uma contribuição próxima de 14 Å que não apresente a expansão característica das esmectitas com etilenoglicol e que permaneça reconhecível após aquecimento. A interpretação utiliza também as janelas de 6,90–7,40 Å, 4,60–4,85 Å e 3,45–3,65 Å, correspondentes à sequência basal aproximada de 14, 7, 4,7 e 3,5 Å. Persistência não significa manutenção de todas as intensidades: o tratamento pode reforçar relativamente a reflexão 001 e enfraquecer ordens superiores. A sobreposição com o grupo da caulinita perto de 7 Å e a competição com vermiculita perto de 14 Å exigem avaliar o conjunto. Um pico isolado de 14 Å permanece ambíguo (Brindley e Brown, 1980; Moore e Reynolds, 1997; Poppe et al., 2001).

Vermiculitas. A hipótese operacional combina uma reflexão natural próxima de 14 Å, expansão limitada ou ausente com etilenoglicol e contração após tratamento térmico ou outro procedimento apropriado. O catálogo registra a região de 10–12 Å para a condição aquecida, mas mantém a identificação como provisória. A diferenciação em relação a clorita, esmectita e materiais interestratificados pode exigir glicerol, saturação por potássio ou magnésio e aquecimento controlado. Esses ensaios devem ser registrados separadamente: glicerol e etilenoglicol são reagentes distintos, e um ensaio complementar a 300 °C não equivale ao tratamento principal a 550 °C (Moore e Reynolds, 1997; Poppe et al., 2001).

Interestratificados e diferenciação de misturas

O catálogo reserva regras para ilita/esmectita, clorita/esmectita e corrensita. Expansão parcial, bandas largas, ombros e assimetria podem justificar a investigação de interestratificação, mas também podem resultar de sobreposição de fases, variação de hidratação ou desordem. A interpretação deve distinguir uma mistura física de cristais de minerais diferentes de uma sequência em que tipos distintos de camadas integram a mesma estrutura. A literatura de difração de estruturas lamelares desordenadas fundamenta a necessidade de examinar o

padrão completo e de recorrer à modelagem quando se pretende determinar ordenamento e proporções de camadas (Drits e Tchoubar, 1990; Moore e Reynolds, 1997; Lanson e Bouchet, 1995).

Para a corrensita, o catálogo registra regiões de 28,50–29,80 Å em N, 30,80–32,20 Å em G e 23,50–24,80 Å em H/C. Essas janelas devem ser acompanhadas de uma sequência racional de reflexões basais compatível com interestratificação ordenada clorita/esmectita. Uma reflexão de grande espaçamento, isoladamente, não confirma corrensita. Na hipótese clorita/esmectita, a coexistência de uma contribuição clorítica persistente e outra expansiva mantém em discussão tanto a interestratificação quanto uma mistura física. O relatório deve conservar essas alternativas quando os dados não as discriminarem.

Hipóteses complementares e refinamento da interpretação

As regras auxiliares ampliam o exame dos padrões, mas não dispensam a confirmação por conjuntos de reflexões e técnicas complementares. Sepiolita é investigada na janela de 12,00–12,50 Å e paligorsquita em 10,30–10,50 Å, com estabilidade aproximada após glicolação. Nesses minerais fibrosos, as feições de baixo ângulo incluem reflexões 110; não devem ser tratadas automaticamente como uma série basal 00l de minerais lamelares. A interpretação requer outras reflexões e observação da morfologia. A haloísita participa das hipóteses concorrentes nas regiões de 7 e 10 Å, podendo demandar ensaios de intercalação específicos (Moore e Reynolds, 1997; Meunier, 2005).

A regra para kerolita registra 9,35–9,45 Å em N e 9,35–9,50 Å em G, sem expansão relevante. O contexto magnesiano pode apoiar essa hipótese, mas a proximidade com talco e fases da região de 10 Å exige química e exame estrutural. As referências empíricas do Pré-Sal mencionadas no catálogo funcionam como contexto local; não substituem uma caracterização independente nem estabelecem a origem geológica de uma amostra. Para serpentina, o arquivo registra a região de 6,90–7,40 Å e evidência trioctaédrica auxiliar. A resposta térmica deve ser avaliada conforme a espécie e o protocolo, sem transformar a persistência de 7 Å em condição universal de identificação (Bailey, 1988; Meunier, 2005).

Outras regras refinam hipóteses já sustentadas. O comportamento de esmectita pode receber apoio di ou trioctaédrico, mantendo como possibilidades, conforme o caso, montmorillonita ou nontronita, saponita ou estevensita. O catálogo também contempla clorita dioctaédrica e a hipótese de biotita associada a um padrão de mica. Esses refinamentos dependem de evidências adicionais; a posição de uma reflexão auxiliar não basta para estabelecer a espécie. Informações químicas, especialmente sobre Mg, Al e Fe, ajudam a avaliar as alternativas sem converter o contexto geológico em confirmação automática (Bailey, 1988; Meunier, 2005).

Reflexão 060 intensidades auxiliares e interferências

A reflexão 060 fornece informação complementar sobre características da ocupação octaédrica. O catálogo estabelece uma janela candidata de 1,485–1,555 Å, com regiões operacionais de 1,488–1,505 Å para apoio dioctaédrico e 1,535–1,555 Å para apoio trioctaédrico. Essas faixas pertencem ao procedimento do projeto e não constituem uma classificação universal de todos os filossilicatos. Valores intermediários, sobreposições e diferenças composicionais devem permanecer explícitos (Bailey, 1980, 1988; Moore e Reynolds, 1997).

Essa evidência requer uma aquisição que cubra a região 060, preparação adequada e controle das interferências. No protocolo apresentado, as curvas orientadas até 32° em 2θ não alcançam essa região com radiação Cu Kα; seu exame depende da preparação de pó com faixa angular ampliada. A contribuição do quartzo próxima de 1,54 Å precisa ser verificada antes de atribuir um sinal à reflexão 060 de um filossilicato.

O quartzo também interfere na região de 3,33–3,34 Å. A regra correspondente relaciona a janela de 3,24–3,44 Å a uma reflexão acompanhante entre 4,23 e 4,35 Å. A coerência desse par ajuda a evitar que o pico próximo de 3,34 Å seja atribuído integralmente à ilita. A denominação de quartzo como padrão interno no catálogo não comprova adição de um padrão certificado à amostra nem autoriza correção automática do eixo.

O espelho bibliográfico registra razões de intensidades como I003/I005 e (I002 + I004)/I003 para clorita e I002/I003 para esmectita e caulinita. Elas são critérios auxiliares, sensíveis à orientação, às sobreposições e às condições de aquisição. Sua interpretação exige reflexões efetivamente medidas e procedimentos apropriados; a reflexão 003 da caulinita, por exemplo, requer faixa angular além dos 32° das curvas orientadas descritas. Sem calibração e avaliação das incertezas, essas razões não fornecem teor mineral ou composição química quantitativa (Brindley e Brown, 1980; Moore e Reynolds, 1997).

Força da evidência e decisão curatorial

A força interpretativa depende da convergência entre a resposta aos tratamentos, as reflexões acompanhantes, a cobertura experimental e as evidências auxiliares. Reflexões sobrepostas, preparações ausentes e comportamentos contraditórios reduzem a possibilidade de discriminar hipóteses. O resultado deve indicar quais critérios foram atendidos, quais permaneceram sem avaliação e quais alternativas continuam plausíveis.

O espelho de conhecimento do catálogo atribui pesos locais entre 0,60 e 1,00 a nove critérios diagnósticos. Por exemplo, registra 1,00 para os conjuntos de clorita, para a diferenciação caulinita–clorita e para a resposta de esmectita; 0,85 para vermiculita; e 0,80 para ilita ou mica. Esses valores expressam ponderações internas documentadas e não equivalem a percentuais de confiança. O arquivo não define uma fórmula única de agregação nem estabelece os limiares de um escore global. A política de pontuação efetivamente utilizada pelo painel precisa ser identificada separadamente, com sua versão e parâmetros.

A interpretação automática deve permanecer associada à revisão especializada. O registro curatorial reúne a hipótese examinada, os arquivos e tratamentos utilizados, as regras aplicadas, as interferências, os ensaios adicionais e a justificativa da decisão. A identificação pode permanecer inconclusiva quando faltam dados discriminantes. A ausência de uma sugestão automática também não demonstra ausência do mineral, especialmente quando a faixa angular, o tratamento ou a regra disponível não cobrem a situação observada.

Exemplo de descrição mineralógica da amostra 7434

A amostra 7434 apresenta, no conjunto de referência, a associação esmectita, mica/ilita e caulinita. Esses termos estão registrados, respectivamente, nas colunas Fase 1, Fase 2 e Fase 3. As colunas representam componentes da descrição mineralógica, sem informar proporções quantitativas ou corresponder aos tratamentos N, G e H/C.

Uma descrição adequada para essa amostra é: “Amostra de referência com associação mineralógica de esmectita, mica/ilita e caulinita. A caracterização por difração de raios X orientada investiga a resposta expansiva do componente esmectítico, a persistência de reflexões atribuíveis à mica/ilita e as alterações térmicas das reflexões do grupo da caulinita. A interpretação conjunta permite examinar a coexistência desses componentes e suas possíveis sobreposições.”

Tabela do documento original · 5 Interpretação mineralógica baseada em evidências

Fase registrada	Comportamento a verificar nas curvas N/G/H
Esmectita	Acompanhar a reflexão basal na condição natural, sua expansão após glicolação, frequentemente para próximo de 17 Å, e a contração para próximo de 10 Å após aquecimento, conforme as condições do ensaio.
Mica/ilita	Examinar a persistência aproximada das reflexões próximas de 10 Å e de ordens associadas, como 5 Å e 3,33 Å, considerando sobreposições e minerais acessórios.
Caulinita	Examinar as reflexões próximas de 7,15 Å e 3,57 Å nas condições natural e glicolada e sua redução ou desaparecimento após aquecimento a 550 °C durante duas horas.

A planilha registra a associação mineralógica, mas não contém posições, intensidades ou curvas que demonstrem esses comportamentos na amostra 7434. Eles constituem critérios a verificar nos arquivos vinculados. Por exemplo, após o aquecimento, a contribuição da esmectita contraída pode se sobrepor à região de 10 Å da mica/ilita. A avaliação deve acompanhar a evolução entre tratamentos e as reflexões associadas, evitando atribuir todo o sinal dessa região a um único componente.

Quando vinculada às curvas e aos metadados correspondentes, a amostra 7434 pode ser utilizada para avaliar se o modelo preserva uma interpretação com múltiplos componentes, reconhece o comportamento expansivo e mantém explícitas as interferências. O resultado deve ser confrontado com o conjunto das fases de referência, sem restringir a avaliação à primeira coluna da planilha.

Curve similarity

The described similarity procedure restricts curves to their shared angular range and interpolates up to two thousand points without extrapolating unmeasured regions. It combines Pearson correlation (45%), an RMSE-derived measure (30%) and peak matching (25%).

Pattern similarity and the N/G/C evidence score are different results. Neither represents calibrated probability, purity or content. The compatible RAW1.01 administrative workflow uses the header axis without automatic shifting; other workflows must be interpreted through their own provenance.

Full text in Portuguese · Curve similarity

6 Similaridade entre difratogramas

A comparação por similaridade ajuda a localizar curvas com padrões próximos e a organizar conjuntos para inspeção. Antes do cálculo, as curvas são restringidas ao intervalo angular que compartilham e interpoladas linearmente em uma grade comum de até dois mil pontos. A comparação não extrapola intensidades para regiões não medidas. Diferenças de radiação, preparação e processamento precisam ser consideradas antes de interpretar a semelhança.

O método combina três componentes: correlação de Pearson, convertida para uma escala entre 0 e 1, para avaliar a correspondência da forma global; uma medida derivada da raiz do erro quadrático médio, RMSE, para avaliar diferenças entre intensidades normalizadas; e correspondência de picos, para comparar feições locais. Os pesos documentados são 45%, 30% e 25%. A etapa local considera posições, intensidades relativas e larguras dos picos.

Esse resultado deve ser distinguido do escore de evidência N/G/C. A similaridade mede proximidade entre padrões dentro de um procedimento definido; o escore N/G/C organiza o suporte a hipóteses mineralógicas. Nenhum deles representa probabilidade calibrada, pureza ou teor.

Deslocamentos de eixo utilizados em uma comparação devem ser explícitos e rastreáveis. No fluxo administrativo compatível com RAW1.01, utiliza-se o eixo declarado no cabeçalho, sem deslocamento automático. Resultados provenientes de outros fluxos, com alinhamentos ou correções próprios, precisam ser comparados à luz de sua proveniência.

Crystallographic references

A CIF describes a structural model. Patterns calculated with pymatgen are idealised references, distinct from measured diffractograms. The crystallographic pilot operates in shadow mode and adds candidates without replacing the primary classification.

The document records a local index of 12 structures for 10 minerals, calculated for λ = 1.5406 Å and 2θ from 2° to 70°. COD, the COD Inorganics subset and AMCSD are distinct sources; their full collections were not incorporated into the index. Public V1 uses peak positions; experimental V2 also considers intensities.

Full text in Portuguese · Crystallographic references

7 Evidências e bases cristalográficas

Os arquivos CIF descrevem modelos estruturais usados para calcular posições e intensidades de reflexões para uma radiação definida. O cálculo com pymatgen produz uma referência idealizada, que deve ser distinguida do difratograma medido de uma amostra real.

O classificador primário e o piloto de referências produzem resultados separados. O piloto usa padrões calculados de estruturas cristalinas em CIF, com identificação da fonte e hashes de proveniência. Ele opera em modo sombra: acrescenta candidatas auxiliares sem substituir as classificações existentes.

Tabela do documento original · 7 Evidências e bases cristalográficas

Base ou recorte	Como participa da metodologia
Crystallography Open Database (COD)	Coleção aberta de estruturas cristalinas, incluindo compostos inorgânicos e minerais. É uma fonte de CIFs, não uma coleção de medições das amostras da Argiloteca.
COD inorganic compounds only	Recorte de compostos inorgânicos disponibilizado entre os pacotes de padrões de referência para Match!. A Argiloteca usa um subconjunto rastreável de estruturas COD pertinentes ao piloto; o pacote completo não foi incorporado.
Minerals (AMCSD) only	Base de estruturas de minerais usada como fonte de CIFs e identificadores AMCSD. As estruturas ideais apoiam a comparação, mas não reproduzem necessariamente orientação, hidratação, misturas ou tratamentos da amostra medida.

O índice local do piloto reúne 12 estruturas para 10 minerais, calculadas com pymatgen para λ = 1,5406 Å e faixa de 2θ de 2° a 70°. Essa cobertura limitada não equivale às bases COD, COD Inorganics ou AMCSD completas. Os pacotes distribuídos para Match! e o índice nativo da Argiloteca são recursos distintos.

O piloto público V1 utiliza correspondência posicional de picos. A V2 experimental também considera concordância de intensidades e é usada na avaliação administrativa N/G/C. A preparação orientada e os tratamentos alteram intensidades; nenhum desses escores é probabilidade, teor mineral ou confirmação de espécie.

A simulação unidimensional de reflexões basais constitui outro recurso exploratório. Ela permite examinar padrões simplificados associados à organização das camadas, mas sua parametrização e seu alcance precisam permanecer identificados. Uma simulação simplificada ou uma correspondência com CIF não equivalem a refinamento estrutural completo.

Nos interestratificados, diferentes tipos de camadas participam de uma mesma sequência de empilhamento. Isso exige distingui-los de misturas físicas de minerais separados. Bandas assimétricas, ombros, expansão parcial e reflexões de superestrutura podem orientar a investigação, mas a determinação do ordenamento e das proporções de camadas requer modelos específicos e validação experimental.

Quantification and other techniques

Identification investigates compatible phases; quantification estimates proportions using preparation, models or standards, calibration and uncertainty analysis. Rietveld refinement, full-pattern fitting and internal standards are analytical options, not automatically validated quantitative capabilities of Argiloteca.

XRF, infrared spectroscopy, thermal analysis and electron microscopy may help discriminate hypotheses. Every experiment must remain associated with the same sample, its conditions and limitations.

Full text in Portuguese · Quantification and other techniques

8 Quantificação e técnicas complementares

A identificação investiga quais fases são compatíveis com os dados; a quantificação estima suas proporções. Na Argiloteca, intensidades normalizadas, áreas de picos e escores não constituem, por si, resultados quantitativos. A quantificação precisa de preparo adequado, modelos ou padrões de comparação, calibração e avaliação de incertezas.

O refinamento de Rietveld ajusta um padrão calculado ao difratograma experimental a partir de modelos cristalográficos e parâmetros de perfil. Quando as fases, o preparo e os modelos são adequados, o ajuste pode sustentar estimativas quantitativas. Em materiais argilosos, orientação preferencial, desordem estrutural e interestratificação exigem atenção específica, porque influenciam o padrão e a validade do modelo empregado.

Outro procedimento é o ajuste do padrão completo mediante combinação de padrões de referência, cujas contribuições são ajustadas ao conjunto de intensidades observado. Métodos com padrões internos, como coríndon ou zincita, acrescentam uma referência conhecida em protocolos próprios de calibração e quantificação. A seleção dessas abordagens depende do objetivo analítico e não pode ser substituída pela normalização visual das curvas.

Esses métodos definem possibilidades de aprofundamento analítico. A presença de um adaptador para software especializado não demonstra que um procedimento quantitativo esteja validado de ponta a ponta na Argiloteca. Sua incorporação exige parâmetros documentados, resultados de referência e avaliação dos erros.

Técnicas complementares ajudam a examinar hipóteses ambíguas. A fluorescência de raios X acrescenta informações sobre composição elementar; o infravermelho fornece evidências relacionadas a ligações e grupos estruturais; análises térmicas acompanham transformações durante o aquecimento; e a microscopia eletrônica contribui para a observação de morfologia e, conforme o método, estrutura e composição. Na organização desses resultados, o identificador da amostra deve permitir relacionar cada ensaio ao mesmo material, preservando a especificidade e as limitações de cada técnica.

Knowledge and artificial intelligence

The vocabulary organises names and relations between samples, minerals, reflections, treatments, rules and interpretations. Terms such as “near”, “persistent” and “strongly reduced” require operating definitions before becoming computational criteria.

AI can support documentation, knowledge organisation and development. Scientific modules execute processing, while interpretive decisions remain human. A chat interface does not establish a working repository RAG connection or validated fine-tuning; evidence retrieval requires traceable sources.

Full text in Portuguese · Knowledge and artificial intelligence

9 Organização do conhecimento e apoio por inteligência artificial

O vocabulário controlado da Argiloteca padroniza nomes, variantes linguísticas e relações entre grupos e termos mineralógicos. A camada conceitual relaciona amostra, mineral, reflexão, tratamento, regra, evidência e interpretação. Essa organização facilita recuperar dados comparáveis e explicar quais observações sustentam uma hipótese.

As regras computacionais traduzem critérios científicos em condições executáveis, com identificação, faixas de aplicação, parâmetros e limitações. Expressões como “próximo”, “persistente” ou “fortemente reduzido” precisam de uma definição operacional para serem utilizadas pelo software. Essa tradução exige revisão, pois uma simplificação inadequada pode alterar o alcance do critério original.

A inteligência artificial auxilia a estruturação desse conhecimento, a produção de documentação e o desenvolvimento de código. As Skills orientam tarefas de programação, qualidade, testes e revisão; o processamento das curvas é executado pelos módulos científicos incorporados ao sistema. A conferência das regras e a decisão de aceitar uma interpretação permanecem sob responsabilidade humana.

A recuperação aumentada por geração, RAG, pode apoiar a consulta à documentação quando houver conexão efetiva com o acervo e rastreabilidade dos conteúdos recuperados. A existência de uma interface de conversa não comprova essa integração nem um ajuste fino validado. O papel metodológico da assistência conversacional é ajudar a localizar e explicar evidências, preservando as incertezas do resultado analítico.

Training, testing and validation

The standard samples from LDRX/CPGq/IGEO/UFRGS form the reference set described for tests and training. Identifiers, curves, preparations, acquisition and mineral associations must be linked. A sample may contain multiple phases; Phase 1, Phase 2 and Phase 3 are neither treatments nor proportions.

The described spreadsheet has 54 entries and 53 distinct identifiers, including a repeated 7437. Identifier 106186 repeats smectite in its first two phases; X, ? and ? C require a legend. These values must not automatically become absence, zero or new classes.

Training, tuning and testing must be split by sample or source material, keeping preparations and derivatives together. Exploratory trials and software tests do not estimate production mineralogical accuracy. Independent validation requires experts, representative materials and analysis of errors and inconclusive outcomes.

Full text in Portuguese · Training, testing and validation

10 Treinamento testes e validação dos resultados

As amostras padrão do LDRX/CPGq/IGEO/UFRGS constituem o conjunto de referência para testes e treinamento do modelo da Argiloteca. Cada unidade do conjunto deve vincular o identificador da amostra, os difratogramas disponíveis, as preparações, os parâmetros de aquisição e a descrição mineralógica de referência. Esse vínculo permite relacionar o comportamento calculado às condições experimentais que o produziram.

No desenvolvimento baseado em regras, o conjunto auxilia a ajustar parâmetros e verificar se os critérios computacionais reproduzem os comportamentos previstos. Em procedimentos de aprendizagem supervisionada, os difratogramas ou seus atributos fornecem as entradas e as identificações mineralógicas fornecem os rótulos. Como uma amostra pode conter mais de uma fase, o treinamento deve preservar as associações registradas, admitindo múltiplos rótulos em vez de impor uma única classe mineral a toda curva.

Os rótulos descrevem a associação mineralógica da amostra ou do conjunto N/G/H. Sua utilização em curvas individuais deve considerar o tratamento e a faixa angular, pois uma fase registrada na amostra original pode perder suas reflexões após o aquecimento, como ocorre com o componente caulinítico. O alvo do treinamento precisa explicitar se corresponde à associação da amostra de origem ou às fases detectáveis em uma curva específica.

A curadoria antecede essa utilização. A planilha reúne 54 entradas e 53 identificadores distintos, com repetição de 7437; essa ocorrência precisa ser conciliada antes de contabilizar exemplos independentes. O identificador 106186 apresenta esmectita nas duas primeiras colunas de fases, e os marcadores X, ? e ? C precisam de uma legenda de interpretação. Esses valores não devem ser convertidos automaticamente em ausência de mineral, zero quantitativo ou novas classes. A planilha também precisa ser vinculada ao inventário instrumental para verificar a disponibilidade de cada tratamento.

A separação entre treinamento, ajuste e teste deve ocorrer por amostra ou material de origem, mantendo juntas suas preparações, repetições e produtos derivados. Assim, curvas relacionadas não aparecem simultaneamente no treinamento e na avaliação independente. O modelo, os parâmetros, a versão dos rótulos e a composição de cada subconjunto devem acompanhar o registro de treinamento. A função do conjunto como base de treinamento e testes não substitui a documentação das execuções e dos resultados obtidos.

A verificação computacional examina a leitura dos arquivos, a consistência dos cálculos, a aplicação dos parâmetros e a estabilidade das regras entre versões. Testes com curvas sintéticas e casos conhecidos ajudam a detectar erros de eixo, alterações indevidas, falhas de integração e mudanças no comportamento do processamento.

O ensaio exploratório com amostras do CPAA foi utilizado para investigar erros de eixo e o comportamento das candidatas, com comparação a identificações registradas em planilha. Esse ensaio auxilia a revisão do piloto, mas seu desenho não permite estimar a acurácia mineralógica em produção. O desempenho diagnóstico do protótipo ainda depende de avaliação independente.

A validação mineralógica exige conjuntos de amostras independentes daqueles utilizados para desenvolver as regras ou treinar o modelo, protocolos laboratoriais completos e interpretações de referência estabelecidas por especialistas. A avaliação deve incluir materiais e associações representativos das situações em que o sistema será utilizado.

A avaliação pode utilizar matrizes de confusão, precisão, sensibilidade e medidas de concordância, acompanhadas da frequência de resultados inconclusivos. Os erros devem ser examinados por grupo mineralógico e condição experimental, incluindo sobreposições, tratamentos ausentes e fases minoritárias. Taxas de leitura de arquivos e aprovação de testes de software medem aspectos distintos dessa validação.

Na Argiloteca, a revisão especializada deve registrar responsável, data, resultado examinado, justificativa e evidências adicionais. A hipótese pode ser confirmada, rejeitada ou mantida como inconclusiva. Essa decisão preserva a relação com a versão da análise e permite revisar a interpretação quando surgirem novos dados.

Using the workbench and preserving results

Select analyses or upload temporary files, check the sample, preparation, radiation and angular range, compare curves, and examine evidence and interference. Expert review records the responsible person, date, analysis version and rationale; the conclusion may remain inconclusive.

Temporary files serve the session. Preparing a draft, exporting a report and publishing in InvenioRDM are separate operations. The N/G/C administrative package contains interactive HTML, JSON, CSV with original points and intensities, provenance and licence information; the HTML can be printed to PDF.

1. Select analyses or temporary files.
2. Check the sample, preparation, radiation and angular range.
3. Compare curves, peaks and competing hypotheses.
4. Record the review and preserve provenance.

Full text in Portuguese · Using the workbench and preserving results

11 Uso do painel e preservação dos resultados

O uso do painel começa pela seleção das análises ou pelo carregamento de arquivos temporários. O usuário confere amostra, preparação, radiação e faixa angular, compara curvas e examina as evidências. As opções de visualização ajudam a observar deslocamentos, reflexões persistentes, sobreposições e diferenças de forma, mantendo visíveis as condições de processamento.

Os arquivos temporários servem à comparação durante a sessão. O depósito científico exige uma operação própria de vinculação e revisão no InvenioRDM, relacionando arquivos, amostras, análises e metadados. Preparar um rascunho, exportar um relatório e publicar um registro correspondem a etapas diferentes do fluxo.

No procedimento administrativo N/G/C, o pacote final reúne relatório HTML interativo, resultados estruturados em JSON, pontos e intensidades em CSV, proveniência e informações de licença. O CSV preserva os valores de origem, enquanto as transformações de apresentação permanecem identificadas. O relatório pode ser consultado localmente e impresso em PDF.

O resultado preservado deve permitir reconstruir a comparação: quais arquivos foram utilizados, quais tratamentos foram informados, quais métodos e parâmetros foram aplicados, quais hipóteses surgiram e como a revisão especializada as avaliou. Essa documentação conecta a interpretação mineralógica ao acervo da Argiloteca e permite que outras análises retomem o mesmo material sem perder seu contexto experimental.

References and original document

The full revised document is available in Portuguese in the expandable sections and complete PDF document. References support the criteria; numerical windows and local weights belong to the Argiloteca procedure.

Bibliographic foundation

- Brindley, G. W.; Brown, G. (eds.), 1980. *Crystal Structures of Clay Minerals and their X-Ray Identification*. Mineralogical Society Monograph, 5.
- Bailey, S. W., 1980. *Structures of Layer Silicates*. Chapter in *Crystal Structures of Clay Minerals and their X-Ray Identification*.
- Bailey, S. W. (ed.), 1988. *Hydrous Phyllosilicates (Exclusive of Micas)*. Reviews in Mineralogy, 19.
- Moore, D. M.; Reynolds, R. C., Jr., 1989/1997. *X-Ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals*. Oxford University Press. Link to the second edition (1997). Bibliographic record for this edition.
- Drits, V. A.; Tchoubar, C., 1990. *X-Ray Diffraction by Disordered Lamellar Structures: Theory and Applications to Microdivided Silicates and Carbons*. Springer.

- Lanson, B.; Bouchet, A., 1995. *Identification des minéraux argileux par diffraction des rayons X : apport du traitement numérique*. Bulletin des Centres de Recherches Exploration-Production Elf Aquitaine, 19(1), 91–118. Full-text PDF hosted by ISTerre.
- Meunier, A., 2005. *Clays*. Springer.
- Poppe, L. J.; Paskevich, V. F.; Hathaway, J. C.; Blackwood, D. S., 2001. *Clay Mineral Identification Flow Diagram*. *A Laboratory Manual for X-Ray Powder Diffraction*, USGS Open-File Report 2001–41. Flow diagram in PDF format.

Full text in Portuguese · References and original document

Referências bibliográficas da seção 5

BAILEY, S. W. Structures of Layer Silicates. In: BRINDLEY, G. W.; BROWN, G. (ed.). Crystal Structures of Clay Minerals and their X-Ray Identification. London: Mineralogical Society, 1980. Mineralogical Society Monograph, v. 5. DOI 10.1180/mono-5.1.

BAILEY, S. W. (ed.). Hydrous Phyllosilicates (Exclusive of Micas). Washington, D.C.: Mineralogical Society of America, 1988. Reviews in Mineralogy, v. 19. Catálogo e sumário da editora.

BRINDLEY, G. W.; BROWN, G. (ed.). Crystal Structures of Clay Minerals and their X-Ray Identification. London: Mineralogical Society, 1980. Mineralogical Society Monograph, v. 5. DOI 10.1180/mono-5.

DRITS, V. A.; TCHOUBAR, C. X-Ray Diffraction by Disordered Lamellar Structures: Theory and Applications to Microdivided Silicates and Carbons. Berlin; Heidelberg: Springer-Verlag, 1990. DOI 10.1007/978-3-642-74802-8.

LANSON, B.; BOUCHET, A. Identification des minéraux argileux par diffraction des rayons X: apport du traitement numérique. Bulletin des Centres de Recherches Exploration-Production Elf Aquitaine, v. 19, n. 1, p. 91–118, 1995. Registro bibliográfico no ISTerre.

MEUNIER, A. Clays. Berlin; Heidelberg: Springer-Verlag, 2005. DOI 10.1007/b138672.

MOORE, D. M.; REYNOLDS, R. C., Jr. X-Ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals. 2. ed. Oxford: Oxford University Press, 1997. ISBN 9780195087130 e registro editorial.

POPPE, L. J.; PASKEVICH, V. F.; HATHAWAY, J. C.; BLACKWOOD, D. S. A Laboratory Manual for X-Ray Powder Diffraction. U.S. Geological Survey, 2001. Open-File Report 2001-41. DOI 10.3133/ofr0141. Inclui o fluxograma de identificação de argilominerais.

Documento técnico do catálogo

Catálogo de regras da Argiloteca. Versão argiloteca.drx.ngc.v3. Arquivo rules_catalog.yaml. Documento técnico do projeto, sem data declarada. Registra as janelas operacionais, hipóteses concorrentes, critérios auxiliares e vínculos bibliográficos utilizados nesta descrição.

Additional bibliography

References retained from the previous guide. Check the original publication before citing.

1. Basics of X-ray diffraction Stanjek, H., Häusler, W. Hyperfine Interactions, 2004
2. The routine mineralogical analysis of clay-bearing samples. Starkey, H.C., Blackmon, P.D., Hauff, P.L. US Geological Survey Bulletin, 1984
3. Quantitative analysis of clay and other minerals in sandstones by X-ray powder diffraction (XRPD) Hillier, S. Clay Mineral Cements in Sandstones, 2009
4. Quantitative analysis of clay and other minerals in sandstones by X-ray powder diffraction (XRPD) Hillier, S. International Association of Sedimentologists Special Publications, 2002
5. A comparative quantitative study of an Omani soil using X-ray diffraction technique Al-Rawas, A.A., Hago, A., Sutherland, H.H., (...), Al-Shihi, B. Geotechnical and Geological Engineering, 2001
6. Quantitative X-ray diffraction analysis of clay-bearing rocks from random preparations Środoń, J., Drits, V.A., McCarty, D.K., (...), Eberl, D.D. Clays and Clay Minerals, 2001
7. Quantitative X-ray powder diffraction analyses of clays using an orienting internal standard and pressed disks of bulk shale samples Cody, R.D., Thompson, G.L. Clays and Clay Minerals, 1976
8. Identification and characterization of clays using specific X-ray diffraction and computer modeling Hluchy, M. Ceramic Engineering and Science Proceedings, 2001
9. Quantitative analysis method of bulk mineralogy: Take the 9th Reynolds Cup samples for example Li, Y., Liu, Z. Marine Geology and Quaternary Geology, 2025
10. AUTOMATED FULL-PATTERN SUMMATION OF X-RAY POWDER DIFFRACTION DATA FOR HIGH-THROUGHPUT QUANTIFICATION OF CLAY-BEARING MIXTURES M. Butler, B., Hillier, S. Clays and Clay Minerals, 2021
11. New approaches to XRD profile modeling Delonas, C. Spectroscopy (Santa Monica), 2020
12. Machine-learning-based semi-quantitative analysis model of clay minerals in Onsan–Busan coastal sediments, South Korea Park, J.Y., Jo, Y., Koo, H.J., (...), Lee, K. Geosciences Journal, 2026
13. Quantitative mineralogical analysis of small samples of china clay using x ray diffractometry Salt, P.D. British Journal of Industrial Medicine, 1985
14. A Rapid Preparation Technique for X-Ray Diffraction Analysis of Clay Minerals in Weathered Rock Materials Mcalister, J.J., Smith, B.J. Microchemical Journal, 1995
15. X-ray diffraction techniques Whittig, L.D., Allardice, W.R. Methods of Soil Analysis, Part 1: Physical and Mineralogical Methods, 2018
16. Recognition of interstratified clays Mills, J.G., Zwarich, M.A. Clays and Clay Minerals, 1972
17. High-resolution X–ray diffraction datasets: Carbonates Amao, A.O., Al-Otaibi, B., Al-Ramadan, K. Data in Brief, 2022

18. The application of portable X-ray diffraction to quantitative mineralogical analysis of hydrothermal systems Burkett, D.A., Graham, I.T., Ward, C.R. Canadian Mineralogist, 2015
19. Structural analysis of interstratified illite-smectite by the rietveld method Wang, X., Wang, H. Crystals, 2021
20. Consistent modeling of the XRD patterns of mixed-layer phyllosilicates Plançon, A. Clays and Clay Minerals, 2004
21. Expert system for structural characterization of phyllosilicates: I. Description of the expert system Plancon, A., Drits, V.A. Clay Minerals, 1994
22. Mineralogical, geochemical characterization and application of an alluvial clay material Katte, V.Y., Ngapgue, F., Tsang, J.M. SN Applied Sciences, 2019
23. Distribution of clay minerals along a weathered pyroclastic profile, Hong Kong Duzgoren-Aydin, N.S., Aydin, A., Malpas, J. Catena, 2002
24. FREEZE DRYING: AN EFFECTIVE METHOD FOR PREPARING RANDOM X-RAY-DIFFRACTION MOUNTS FROM SMALL QUANTITIES OF CLAYS Maithel, S.A., Nick, K.E. Journal of Sedimentary Research, 2026
25. A Comparison Study of Synkinematic Illite Isolation, Quantitative X-ray Powder Diffraction, and K-Ar Dating for Direct Fault Gouge Analyses Zheng, Y., Haibing, L.I., Junjie, L.I., (...), Jialiang, S.I. Acta Geologica Sinica (English Edition), 2023
26. Use of X-ray transmission diffractometry for the study of clay-particle orientation of different water contents Inigo, A.C., Tessier, D., Pernes, M. Clays and Clay Minerals, 2000
27. Variation of preferred orientation in oriented clay mounts as a result of sample preparation and composition Dohrmann, R., Rüping, K.B., Kleber, M., (...), Jahn, R. Clays and Clay Minerals, 2009
28. Results of an inter-laboratory comparison of methods for quantitative clay analysis Ottner, F., Gier, S., Kuderna, M., Schwaighofer, B. Applied Clay Science, 2000
29. Utilizing smear mounts for X-ray diffraction as a fully quantitative approach in rapidly characterizing the mineralogy of shale gas reservoirs Munson, E.O., Chalmers, G.R.L., Bustin, R.M., Li, K. Journal of Unconventional Oil and Gas Resources, 2016
30. Microwave drying of clays for X-ray diffraction analysis. McCallister, D.L. Soil Science Society of America Journal, 1986
31. Fired pressed pellet as a sample preparation technique of choice for an energy dispersive X-ray fluorescence analysis of raw clays Mijatović, N., Vasić, M., Miličić, L., (...), Radojević, Z. Talanta, 2023
32. Sample Preparation for Energy-Dispersive X-Ray Fluorescence Analysis of Archaeological and Geochemical Silicic Samples: Selection of Pressed Powder Pellet or Loose Powder Specimens Ichikawa, S., Kitajima, N., Okubo, H., Kurisaki, T. X-Ray Spectrometry, 2026
33. Loose-powder technique for X-ray fluorescence analysis of ancient pottery using a small (100mg) powdered sample Ichikawa, S., Nakayama, K., Nakamura, T. X-Ray Spectrometry, 2012
34. X-ray diffraction of the five component clay shales Tangchawal, Sanga null, 1991

35. INTERSTRAT - an expert system to help identify interstratified clay minerals from powder XRD data: II. Testing the program Garvie, L.A.J. Clay Minerals, 1994

36. Interparticle diffraction: a new concept for interstratified clays. Nadeau, P.H., Wilson, M.J., McHardy, W.J., Tait, J.M. Clay Minerals, 1984

37. Interstratified clays as fundamental particles Nadeau, P.H., Wilson, M.J., McHardy, W.J., Tait, J.M. Science, 1984

38. Fourier transform methods for studying scattering from lamellar systems - I. A direct method for analysing interstratified mixtures MacEwan, D.M.C. Kolloid-Zeitschrift, 1956

39. Spectral identification (1.2-2.5 µm) and characterization of Paris Basin kaolinite/smectite clays using a field spectrometer Kruse, F.A., Thiry, M., Hauff, P.L. Physical measurements and signatures in remote sensing. Proc. 5th international colloquium, Courchevel, 1991. Vol. 1, 1991

40. Microanalysis of clay-based pigments in paintings by XRD techniques Hradil, D., Bezdička, P., Hradilová, J., Vašutová, V. Microchemical Journal, 2016

41. Energy dispersive X-ray diffraction and fluorescence portable system for cultural heritage applications Mendoza Cuevas, A., Bernardini, F., Gianoncelli, A., Tuniz, C. X-Ray Spectrometry, 2015