QUANTIFICAÇÃO MINERALÓGICA DA FRAÇÃO ARGILA FINA E GROSSA DE AMOSTRAS DE UM SOLO SUBMETIDAS A CICLOS DE UMEDECIMENTO E SECAMENTO

Luiz Otavio Ribeiro Solak (PIBIC/Fundação Araucária/UEPG), Luís Valério Prandel, Luiz Fernando Pires, André Maurício Brinatti (Orientador), e-mail: brinatti@uepg.br

Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Física.

Ciências Exatas e da Terra/Física/Física da Matéria Condensada

Palavras-chave: GSAS, Método de Rietveld, Mineralogia, Difração de Raios X.

Resumo

A caracterização mineralógica de amostras de solos e de suas frações granulométricas auxilia na avaliação dos mesmos. Desta forma, o presente trabalho teve como objetivo caracterizar mineralogicamente, de forma quantitativa, a fração argila fina e fração argila grossa, oriunda de um Latossolo Vermelho-Amarelo (LVA) submetido a tratamentos de umedecimento e secamento(U-S), pela técnica de Difração de Raios X (DRX). A partir dos resultados da quantificação dos minerais observou-se que, na medida que o número de ciclos de U-S aumentou, houve diminuição nas quantidades de Caulinita e Haloisita e aumento da quantidade de Muscovita.

Introdução

Propriedades físicas e químicas do solo têm influência direta de seus constituintes minerais, sendo ainda mais relevante quando estes são componentes da fração argila, pois por seu tamanho tais constituintes tendem a ser mais ativos que nas porções de tamanhos maiores (ALLEONI et al., 2009). Por isso, a quantificação mineral da fração argila pode contribuir de forma significativa para o estudo de solos (BERTONI; LOMBARDI NETO, 2008).

Uma ferramenta essencial nos estudos e análise de difratogramas de pó de estruturas cristalinas com dados obtidos por Difração de Raios X (DRX) (MOORE; REYNOLDS,1989) é o Método de Rietveld (MR) (RIETVELD, 1967; RIETVELD, 1969).

Pires et al. (2011) estudaram amostras de um Latossolo Vermelho-Amarelo (LVA) submetidas a ciclos de umedecimento e secamento (U-S). Portanto, investigar se não há perdas significativas de material sólido e sua constituição mineral para auxiliar em um estudo relacionado ao desenvolvimento da estrutura do solo após os ciclos torna-se um estudo importante. Desta forma, Solak et al. (2016) iniciaram tal investigação onde realizaram a análise elementar por FRX e caracterização mineralógica por DRX qualitativamente.

Porém, para dar continuidade ao trabalho com base no estudo de Pires et al. (2011), neste trabalho, as possíveis mudanças da composição mineral da fração argila fina e grossa oriundas de amostras de um LVA submetidas a ciclos de U-S foram investigadas de forma quantitativa, isto é, foi realizado a quantificação mineral das amostras pelo MR-DRX com o uso do programa computacional “General

Structure Analysis System" (GSAS) (LARSON; VON DREELE, 2004) e a interface EXPGUI (TOBY, 2001).

Materiais e Métodos

As atividades iniciaram com amostras oriundas de um LVA submetidas a ciclos de U-S estudadas anteriormente por Pires et al. (2011). Elas são separadas em quatro tratamentos em relação aos ciclos, a saber: Test Testemunha (sem ciclos), T1 (três ciclos), T2 (seis ciclos), T3 (nove ciclos). As amostras da fração argila dos quatro tratamentos, fracionamento realizado por Solak et al. (2016), foram novamente fracionadas e obtidas duas frações de argila: fração argila grossa (entre 2,0 µm e 0,2 µm) (F. Grossa) e a fração argila fina (< 0,2 µm) (F. Fina) (WHITTIG; ALLARDICE, 1986), ambas por meio de centrifugação e liofilização (CORRÊA et al., 2008).
As amostras foram submetidas à DRX no modo passo a passo, para obtenção da quantificação das fases (minerais presentes) na fração argila fina e na fração argila grossa pelo MR-DRX foi feita com o auxílio do programa computacional GSAS. O processo foi iniciado pela organização das fases selecionadas na análise qualitativa, sendo que, primeiramente foram refinados seus fatores de escala juntamente à radiação de fundo. Com um bom número de variáveis de radiação de fundo e um fator de escala estável para cada fase foram refinadas as celas unitárias e seus componentes, diferentes de hidrogênio e oxigênio, em termos da respectiva posição atômica e respectivo fator de deslocamento térmico de cada elemento, feito isso, para todas as fases, como penúltima etapa do processo de refinamento, foram ajustadas as orientações preferenciais e, finalmente, a anisotropia do sistema. Desta forma, o refinamento foi finalizado e obtidos os valores da quantificação mineral.

Resultados e Discussão

Os resultados do refinamento por MR-DRX forneceram os gráficos de refinamento de Rietveld, apresentado na Figura 1 apenas para a Amostra F. Grossa Test porque as demais são semelhantes. Observa-se que, os traços verticais, na parte inferior das figuras, representam as posições de reflexão de Bragg para os minerais Caulinita (Ca), Goethita (Gt), Quartzo (Qz) e Anastásio (An), Magnetita (Mg), Haloisita (Ha), Gibbsita (Gb), Muscovita (Mu) e Hematita (He) A quantificação mineral é apresentada na Tabela 1 para amostras F. Fina e F. Grossa (Test, T1, T2, T3), respectivamente.
Na análise dos dados a partir dos ciclos U-S, primeiramente para as amostras da F. Fina, observa-se que ao decorrer destes ciclos, para a Caulinita, nota-se um aumento a priori seguido por uma diminuição de aproximadamente nove porcento na sua quantidade, pouco diferente da Haloisita, a qual observa-se apenas a diminuição de sua quantidade em relação aos ciclos. Para o óxido de ferro mais abundante na composição mineral deste solo, a Goethita, observa-se que seu comportamento se assemelha ao que foi observado nos testes de FRX (SOLAK et al., 2016), assim como a Caulinita apresenta um aumento seguido da diminuição de sua quantidade. Ao observar os valores para a Muscovita, nota-se um constante e significativo aumento na sua quantidade no decorrer dos ciclos.
Ao observar o comportamento das amostras da F. Grossa em relação aos ciclos de U-S, observa-se em quase todos os minerais, comportamento similar ao que foi observado nas amostras da F. Fina. A grande diferença está no comportamento da

Muscovita, que não apresenta grandes variações em relação aos ciclos, nota-se o pequeno valor para a F. Grossa T1, fator que será investigado em trabalhos futuros.

Tabela 1 – Quantificação mineralógica a partir do MR-DRX para amostras F. Fina e F. Grossa.

F. Fina	TEST	T1	T2	T3
Fases	(%)	(%)	(%)	(%)
Caulinita	51,9 (0,2)	54,7 (0,2)	48,3 (0,2)	45,4 (0,1)
Goethita	5,51 (0,09)	8,3 (0,1)	7,4 (0,1)	6,1 (0,1)
Haloisita	16,5 (0,2)	13,3 (0,2)	10,5 (0,2)	10,2 (0,3)
Gibbsita	13,6 (0,3)	2,8 (0,2)	5,2 (0,2)	5,3 (0,1)
Hematita	1,2 (0,2)	0,45 (0,01)	2,0 (0,07)	1,1 (0,1)
Magnetita	0,81 (0,04)	1,3 (0,1)	4,5 (0,1)	0,64 (0,08)
Muscovita	7,3 (0,2)	15,7 (0,2)	19,8 (0,1)	27,5 (0,2)
Anatásio	2,36 (0,09)	4,1 (0,1)	2,18 (0,07)	3,6 (0,1)
Rutílio	1,3 (0,1)	1,07 (0,07)	0,08 (0,05)	-
F. Grossa	TEST	T1	T2	T3
Fases	(%)	(%)	(%)	(%)
Caulinita	54,3 (0,1)	60,8 (0,1)	57,1 (0,2)	55,4 (0,1)
Goethita	5,9 (0,1)	6,3 (0,1)	4,3 (0,1)	5,8 (0,1)
Haloisita	18,0 (0,2)	17,9 (0,3)	12,6 (0,12)	10,8 (0,2)
Hematita	3,09 (0,08)	2,54 (0,09)	2,9 (0,1)	2,8 (0,09)
Gibbsita	2,2 (0,1)	3,9 (0,2)	4,5 (0,1)	6,4 (0,2)
Muscovita	9,5 (0,2)	1,3 (0,1)	12,1 (0,2)	11,7 (0,2)
Quartzo	0,69 (0,07)	2,1 (0,2)	0,94 (0,08)	0,63 (0,06)
Anatásio	6,1 (0,2)	4,1 (0,1)	5,0 (0,1)	5,6 (0,2)
Magnetita	0,15 (0,02)	1,07 (0,07)	0,52 (0,03)	0,6 (0,06)

Os desvios são indicados entre parênteses.

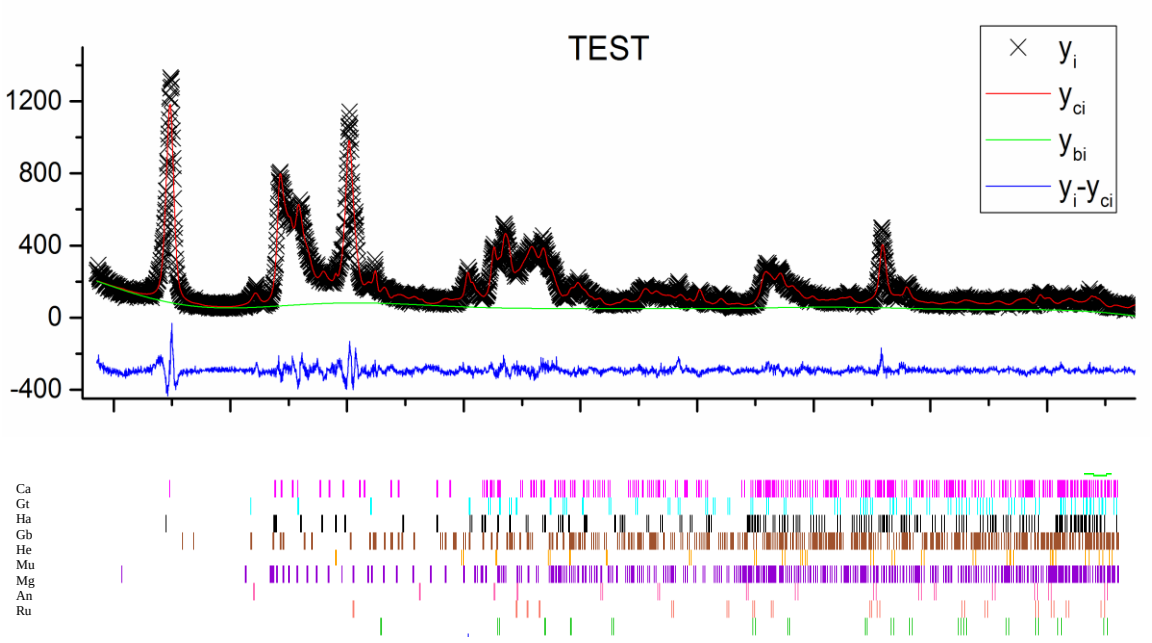


Figura 1 – Gráfico de refinamento de Rietveld para a amostra F. Grossa Test.

Conclusões

E em relação aos ciclos U-S, houve um aumento significativo da quantidade de Muscovita em parte na fração fina da fração argila. Resultado que mostra que a migração do potássio não se dá via migração desse mineral, mas sim de outra forma, por exemplo de fase amorfas. De qualquer forma, o processo como um todo mostrou características importantes da fração argila deste LVA, de forma a contribuir de forma geral para o estudo de solos deste tipo.

Agradecimentos

À Fundação Araucária pela bolsa de Iniciação Científica e ao grupo FASCA pelo constante apoio e ensinamentos.

Referências

ALLEONI, L. R. F.; MELLO, J. W. V.; ROCHA, W. S. D. Eletroquímica, adsorção e troca iônica no solo. In. MELO, V. F.; ALLEONI, L. R. F. (Eds.) **Química e mineralogia do solo**. Viçosa, MG: SBCS, 2009. v.2. cap 12. p. 69-130.

BERTONI, J; LOMBARDI NETO, F. Recursos naturais de caráter renovável. In:_____. **Conservação do solo**. 6. ed. São Paulo: Ícone, 2008. (Coleção Brasil Agrícola). cap. 4. p. 27-36.

LARSON, A.C.; VON DREELE, R.B. **General structure analysis system (GSAS).** Los Alamos National La-boratory, 2004. 231 p.

PIRES, L. F.; VILLANUEVA, F. C. A.; DIAS, N. M. P.; BACCHI, O. O. S.; REICHARDT, K. **Chemical migration during soil water retention curve evaluation**. Anais da Academia Brasileira de Ciências, v.83, p.151-152, 2011.

RIETVELD, H.M. **Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement**. Acta Crystallographica, v.22, p.151-152, 1967.

RIETVELD, H.M. 1969. **A profile refinement method for nuclear and magnetic structures**. Journal of Applied Crystallography, v.2, p.65-71, 1969.

SOLAK, L. O. R. ; MOLETTA, L. F. Y. ; PIRES, L.F.; BRINATTI, A. M. **Caracterização mineralógica qualitativa das frações argila de amostras de um solo submetidas a ciclos de umedecimento e secamento por difração de raios X**. In: XXV Encontro Anual de Iniciação Científica - XXIII EAIC e II Encontro Anual de Iniciação Científica Júnior - II EAICJr, 2016, Ponta Grossa. **Anais...** Ponta Grossa: UEPG, 2016. Disponível em: < http://eaic.uepg.br/storage/uploads/2016/09772798980/2016-09-22_00-08-16.pdf>. Acesso em: 18 ago. 2017.