CARACTERIZAÇÃO POR ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO DAS FRAÇÕES FÍSICAS DE UM SOLO SUBMETIDO À CALAGEM SUPERFICIAL

Edson Siqueira Vallis (PIBIC), Janaina Shardosin (Coorientadora), Sérgio da Costa Saab (Orientador), e-mail: sergio.saab.1994@gmail.com

Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Física.

Física aplicada à ciências dos solos.

Palavras-chave: Fracionamento físico, Tamanho de partículas.

Resumo

Este trabalho foi realizado com o objetivo de aplicar a técnica de análise por infravermelho (IV) e o espalhamento dinâmico de luz (DLS) em frações do solo obtidas por fracionamento físico (areia, silte e argila). A areia grossa é retida em peneiramento em malha de 53 µm, o silte com a argila e areia fina permanecem em uma mistura uniforme e difícil de separar por sedimentação devido ao tamanho reduzido dos grãos, portanto utilizou-se a centrifuga para aumentar o efeito da gravidade sobre os grãos e assim separar a argila da mistura. O silte a e areia fina foram obtidos posteriormente por sedimentação. Após o fracionamento, as frações foram secas em estufa e submetidas a espectroscopia de IV que identificou os minerais presentes em cada porção de solo. O DLS realizado posteriormente mostrou que o fracionamento foi realizado com precisão.

1. Introdução

A técnica de fracionamento físico confere a segregação das frações de solo através de peneiramento, centrifugação e sedimentação, ou seja, este método se vale das características físicas dos grãos: diâmetro e peso.

Para análise das frações separadas do solo, aplicou-se a técnica de espectroscopia no infravermelho para cada fração. Essa técnica serve para identificar a composição de uma amostra, baseando-se no fato de que as ligações químicas das substâncias possuem frequências de vibração específicas, as quais correspondem a níveis de energia da molécula. Assim cada fração do solo será caracterizada em termos de seus minerais constituintes[1].

Após o término destes processos foi realizada a técnica de DLS (Espalhamento Dinâmico da Luz) para verificar a qualidade no resultado da técnica de fracionamento físico. Esta técnica basicamente se resume a aplicação de um feixe de luz sobre a amostra dispersa em líquido. Como as partículas solta em um líquido se movem aleatoriamente chocando-se umas nas outras (movimento Browniano), o feixe se dispersa de modo que varia com o tempo[1]. A cada leitura de dispersão da luz devido ao movimento, o equipamento registra os padrões e calcula o tamanho de partícula de modo que, ao fim da análise, o equipamento oferece um resultado estatístico em forma de distribuição gaussiana. Assim comparou-se o tamanho obtido para a fração argila no equipamento de DLS com o tamanho tabelado da partícula.[1]

2. Materiais e Métodos

Francionamento físico

Foram utilizadas amostras nas seguintes doses de calcário:1-4 Solo sem adição de calcário (superfície e profundidade); 13-16 -Solo com 20 t ha-1 de adição de calcário (superfície e profundidade) [2]. Os solos de superfície serão representados pela letra A, enquanto que os de profundidade com a letra B.

Foi realizado o processo de fracionamento físico em amostras de solo. As amostras foram submetidas ao processo de dispersão. Para este processo, 20 g de cada amostra, em duplicata, foram colocadas em soluções contendo 200 ml de água destilada e 10 ml de NaOH (1 mol.L^{-1}). Esta mistura permaneceu em repouso por aproximadamente 24 h para a ação do dispersante. Então, a amostras recebeu tratamento ultrassônico com potência média de 20 W e tempo de 1 h [1].

Após isto, a mistura foi peneirada em malha de 53 µm, com auxílio de borrifador com água destilada, para que somente a fração areia grossa ficasse retida, a qual foi transferida para placas de Petri e secas em estufas a 43°C. A suspensão remanescente, contendo as frações silte, areia fina e argila foram levadas para centrifugação para separação da argila (sobrenadante) das demais frações. Durante este processo foram recolhidas alíquotas amostrais de fração argila. Para determinar o tempo de sedimentação das partículas utilizou-se lei de Stockes (equação 1 abaixo).

$$t = \frac{18.h.\eta}{g d^2 (\eta_p - \eta_L)}$$

Onde h representa a altura da água nos tubos, d o diâmetro da partícula, η a viscosidade da água na temperatura do ambiente, η p a densidade da partícula e η $_L$ a densidade da água.Para a separação da areia fina e silte, o precipitado das amostras que passaram pelo processo de centrifugação, foi transferido para os tubos de sedimentação.

Preparação da amostras para o espectroscopia do Infravermelho (IV)

Depois da obtenção das frações secas, as amostras foram homogeneizadas com KBr, sendo 100 mg de KBr e 1-2 mg de amostra de solo. Depois foram realizadas pastilhas utilizando pastilhador e prensa com pressão de 6 kgf/cm^2. O espectrômetro varreu de 400 - 4000 cm^{-1} em número de onda com 16 'scan' e 4 cm^{-1} de resolução obtendo espetros que foram analisados.

Análise de DLS

Com as alíquotas foi realizado o procedimento de DLS. Primeiramente submete-se cada alíquota a vibração em ultra-som de banho por 30 minutos e em seguida foi agitado no equipamento Vortex. Esse passo inicial serve para separa as partículas de argila que se aglomeraram devido ao tempo de espera. Em seguida cada alíquota foi submetida a análise de DLS pelo equipamento ZETASIZER NANOSERIES NANO ZS90.

3. Resultados e Discussão

Foram obtidos 12 espectros de IV cada um apresentando as frações do solo correspondente, ou seja, obtiveram-se as frações silte, areia fina, areia grossa e argila dos solos 1-4 (A e B), 13-16 (A e B). Segue a baixo o resultado do IV da amostra 1-4A.

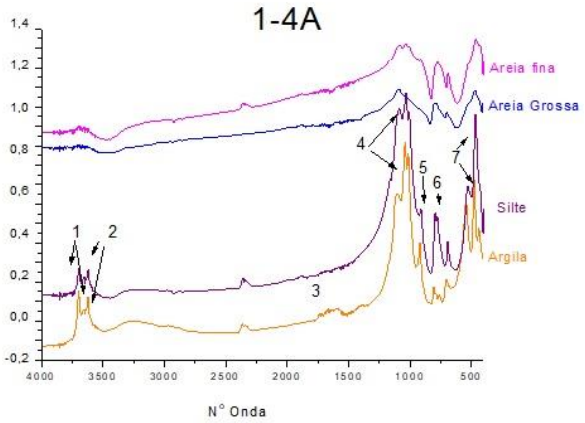


Figura 1 – Espectros de areia fina,argila e silte para o solo 1-4A.

O número 1 representa a vibração de caulinita(Ca) e haloisita(Ha) [3]. O número 2 representa apresenta sinais de gbbisita (Gb) [3]. O número 3 representa haloisita (Ha), vermiculita (Ve) montemorilomita (Mt) [3]. O número 4 representa presença de caulinita (Ca),haloisita(Ha), gbbisita (Gb) e montemorilomita (Mt) [3]. O número 5 representa caulinita (Ca), montemorilomita (Mt)e quartzo (Qz) [3]. O número 6 se refere à presença de caulinita (Ca), quartzo (Qz), montemorilomita (Mt), haloisita (Ha), geothita (Gt) [3]. O número 7 se refere a haloisita (Ha),quartzo(Qz), geothita (Gt) e gbbisita (Gb) [3].

Para o DLS realizado obteve-se 36 gráficos de tamanho de partícula para a fração argila. Todos os gráficos tiveram formas semelhantes com os mostrados abaixo.

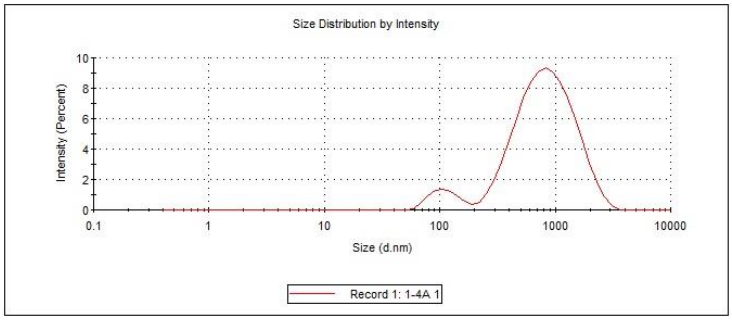


Figura 2- DLS para fração argila 1-4A.

Este gráfico é uma gaussiana e portanto indica a quantidade em porcentagem dos tamanhos de partículas presentes na amostra. No gráfico apresentado temos que o pico de maior intensidade mostra que cerca de 92% das partículas tem tamanho aproximado de 940nm, enquanto o menor pico informa que 7% apresentam tamanho de 113nm. Através de uma média ponderada desses valores obtém-se que o tamanho médio de partícula é de 558nm.

Juntou-se todos os tamanhos médios de partícula de argila, para cada solo na tabela abaixo.

Tabela1- Valores para o DLS em cada solo.

lavagem	Tamanho (nm) Solo 1-4A	Tamanho (nm) Solo 1-4B	Tamanho (nm) Solo 13-16A	Tamanho (nm) Solo 13-16B
1	558,8	359,3	277,3	472,6
2	369,6	299,3	340,1	450,9
3	346,4	373,9	624	266,4
4	446,1	429,8	686,8	416,7
5	611,7	533,4	795,5	386,6
6	1099	641,5	321,2	554,7
7	1371	1718	1234	1180
8	1741	966,3	1549	1194
9	3113	998,6	1716	1392
média	1072,956	533,4	686,8	472,6

A tabela apresenta os valores médios de tamanho de partícula para cada tipo de solo. A última linha apresenta a média dos valores em cada coluna. Para a primeira coluna (amostra 1-4A), encontramos média de 1,1nm, para o solo 1-4B encontramos 0,53 nm, para 13-16A encontramos 0,69 nm e para 13-16B encontramos 0,47 nm.

Como a fração argila apresenta um tamanho menor que 2000nm (ou 2 micrometros) então o fracionamento da fração argila está dentro do esperado.

4. Conclusões

O infra vermelho permitiu identificar minerais presentes nas frações das amostras de solo.

A técnica de fracionamento físico é útil e de fácil execução para se separar as frações de amostras de solo. Através do DLS pudemos também observar que o procedimento foi efetuado corretamente. Contudo, deve-se sempre tomar cuidado com a potência do ultra som para fazer a desagregação das partículas.

5. Agradecimentos

Os Autores agradecem primeiramente a Deus, a Janaina Shardosin, Vicotor, Joceney, André Auler e todo o grupo Fasca e ao Clabmu. De modo especial também agradecemos a CNPq que forneceu a bolsa.

6. Referências

[1]SCHARDOSIN, J. **Caracterização da matéria orgânica humificada (ácido húmico) de solo por técnicas espectroscópicas, análise térmica e microscopia eletrônica**. 2018. 106 p. Dissertação (Mestrado em Física)- Universidade Estadual de Ponta Grossa, Paraná (PR), 2018.

[2] Embrapa, Sistema brasileiro de classificação de solos, Brasilia, 1999, 412p.

[3]MARTINS, T.**Caracterização mineralógica e da matéria orgânica do solo por técnicas espectroscópicas e drx**. 2009. 177p. Dissertação (Mestrado em Física)- Universidades Estadual de Ponta Grossa, Paraná (PR), 2009.