

MÉTODO RÁPIDO DE PREPARAÇÃO PARA DETERMINAÇÃO DE ARGILOMINERAIS EM SOLOS

Antonio Jácome de Castro

ABSTRACT

This paper presents a new method of sizing, that can be used within the range of silt and clay, and is carried through sieving plus a chemical treatment in order to remove the iron oxides within the clay mineral.

The obtained results are indeed very reasonable bearing in mind that the comparison between the X-Ray diffractograms of the analyses done by both (i) the suggested method and (ii) the classical dispersion (aqueous) method, were equivalent.

MÉTODO RÁPIDO DE PREPARAÇÃO PARA DETERMINAÇÃO
DE ARGILOMINERAIS EM SOLOS

Antonio Carlos Jácome de Castro

INTRODUÇÃO

A importância do estudo de argilominerais no contexto da geociências é sobejamente conhecida.

O comportamento físico e químico de uma grande gama de rochas (mormente: sedimentares e climatizadas), sedimentos e solos estão intimamente associados às variações das espécies de argilominerais presentes. Destaca-se, ainda, a importância como matéria-prima na indústria química. A literatura especializada reporta que nas indústrias químicas de processo, 75% dessas atividades utilizam argilominerais como matéria-prima em diversos segmentos nos processos industriais de fabricação.

A preparação clássica de amostras para separação de argilominerais fundamenta-se na Lei de Stokes na qual, a velocidade de afundamento de uma partícula é função do peso específico da partícula, diâmetro da partícula, peso específico do meio, aceleração da gravidade, viscosidade do meio, tempo e temperatura.

Comumente, na prática, um laboratório se depara com uma grande quantidade de amostras para quantificação das frações granulométricas, separação (por dispersão em meio aquoso) e preparação (tratamento: via de regra químico) da fração argila para análises químicas e determinação por difração de Raio-X ou Térmica-Diferencial. O tempo envolvido nestas operações, por vezes, é demasiadamente longo. Apesar de ser um procedimento usual e correto, em algumas circunstâncias, torna-se tedioso e exaustivo.

OBJETIVO

O objetivo de nosso trabalho é fornecer um método rápido de preparação e tratamento de argilominerais.

A introdução de um jogo de peneiras com anéis de acrílico (Fig. 4) e malhas de nylon em substituição a fase de dispersão em meio aquoso é duplamente compensador:

- Reduz a probabilidade de contaminação pelo uso de peneiras metálicas quando se deseja determinar os elementos em traço (<0,1%) na fração silte-argila.

- Uma quantidade apreciável de amostras pode ser preparada e tratada em um tempo relativamente curto com ácido oxálico em presença de alumínio metálico.

CONSIDERAÇÕES

Diversos métodos de tratamento de argilominerais para remoção de óxidos de ferro são conhecidos. Não é objetivo deste trabalho proceder uma revisão nos métodos propostos, citaremos apenas os mais usuais.

Jeffries (1941) usou hidrogênio nascente produzido pelo alumínio em presença de ácido oxálico. Deb (1950) utilizou o sistema $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4 + \text{H}_2\text{O}$ com modificações para tartarato de sódio e acetato de sódio na faixa de pH = 2,9 - 6,0 a 40°C. (Aguilera e Jackson, 1953) propuseram o uso de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ e citrato de sódio com pH = 7,3 ajustado com 10% de NaOH a 80°C. Mehra e Jackson (1976) numa modificação do método anterior propuseram o sistema $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ e citrato de sódio tamponado com NaHCO_3 .

É evidente que nenhum destes métodos, e outros não citados, assumem um caráter de tratamento geral. A complexidade da natureza da amostra não permite. Em certos casos, são até dispensáveis.

Acreditamos que a opção por um determinado método ou nenhum depende, basicamente, de duas considerações:

- A experiência e habilidade do pesquisador em reconhecer a natureza do material, objeto de pesquisa.

- Previsões fundamentadas nas observações das razões moleculares de SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 na terra fina (Ki) e (Kr) e, a inibição de picos em difratogramas de Raios-X com ou sem elevação do background.

De um modo geral, todos estes métodos de remoção de óxido de ferro apresentam alguns aspectos que merecem registros:

Evita-se o uso generalizado de ácidos minerais (HCl , HNO_3 , H_2SO_4) que possuem um elevado grau de dissociação, para não afetar a estabilidade do mineral de argila e sua destruição. Mas quando necessário, o procedimento normal é se estabelecer uma relação entre concentração e volume. Se necessário se torna o uso de altas concentrações (diluições do tipo 1:1, 1:2, etc.), o volume é mínimo (gotas).

É comum o uso de ácidos orgânicos, baixo grau de dissociação, como acético e oxálico, em presença ou não de metais (Al, Zn, Mg), com produção de hidrogênio nascente que aceleram a remoção do ferro.

Há preferência por compostos que, em determinadas concentrações e faixas de pH, desenvolvem potenciais de oxidação necessários à remoção mais efetiva de óxidos de ferro, em presença ou não de soluções tampões,

sem prejudicar, sensivelmente, o campo de estabilidade dos argilominerais.

MATERIAL E MÉTODO

A - PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

Quarteia-se até aproximadamente 10g de material "in natura", previamente seco ao ar e destorroado ou, em alguns casos, em estufa com temperatura controlada em 60°C.

Procede-se ao peneiramento em peneiras com anéis de acrílico e malha de nylon de 90 μ . A fração <90 μ é repassada em uma montagem de 180 μ e 300 μ . Da fração <300 μ (silte-argila) são retirados 400mg de material.

B - TRATAMENTO DA FRAÇÃO <300 μ

1. Eliminação da matéria orgânica

400mg da amostra umidecida são tratados com 10mℓ de H₂O₂ (30%) que funciona como agente oxidante e, algumas gotas (em média 3 gotas são suficientes) de H₂SO₄ (1:7) que fornece os potenciais necessários à oxidação da matéria orgânica. Agita-se fortemente a solução para acelerar a reação e eliminar o CO₂.

Quando necessário, se o teor de matéria orgânica for muito elevado, esta operação deve ser repetida várias vezes. Em certos casos, aumenta-se a concentração de H₂SO₄ (1:1) sem alterar a dosagem (3 gotas).

C - Sem inovações, com adaptações nos métodos já existentes, propomos o seguinte procedimento:

400mg de material <300 μ , livre da matéria orgânica, são colocados num beaker de 50mℓ. Adiciona-se 15mℓ de solução 0,5M de ácido oxálico e uma lâmina de alumínio metálico. Coloca-se o beaker com a solução em uma placa aquecedora e aquece-se a 60°C durante 20 minutos. Retira-se cuidadosamente a lâmina de alumínio e, ao esfriar, adiciona-se 5mℓ de solução de NaCl saturada e 5mℓ de acetona. Transferir para um tubo de 100mℓ e centrifugar durante 10 minutos com 1.800 r.p.m.. Se a solução estiver turva adicionar algumas gotas de NaCl saturado e centrifugar novamente. Abandonar a solução e adicionar 50mℓ de água destilada. Centrifugar por 2 minutos e remover do tubo para um beaker a parte sólida com uma pissete e levar à estufa a 60°C até a secura. O material é levado a um gral de ágata com pistilo de ágata (ou porcelana vitrificada) e pulverizado até adquirir o aspecto de pó muito fino. Fixar em uma lâmina de vidro, pequenas quantidades de amostra, com algumas gotas de acetona. Proceder à análise por difração de Raios-X.

ENSAIO

O método foi aplicado em uma amostra do Horizonte B residual de latossolo vermelho-amarelo procedente da Serra do Mendanha, Município de Nova Iguaçu - RJ. Para efeito de comparação utilizamos o seguinte critério:

- 1 - Difratoograma da Fig. 1
Fração argila obtida por pipetagem sem tratamento para remoção dos óxidos de ferro.
- 2 - Difratoograma da Fig. 2
Fração argila obtida por pipetagem com tratamento para remoção dos óxidos de ferro.
- 3 - Difratoograma da Fig. 3
Fração 300μ obtida por peneiramento e com tratamento para remoção dos óxidos de ferro.

CONDIÇÕES DE TRABALHO

Todos os difratogramas foram obtidos utilizando-se um contador proporcional, radiação $\text{CuK}\alpha$, $\lambda_{\text{cu}}=1,54\text{\AA}$ e registro com velocidade de 29/min.

RESULTADOS OBTIDOS E CONCLUSÕES

Com base nos difratogramas obtidos os resultados são satisfatórios.

A inibição parcial ou total dos picos da Caolinita ($d=3,58\text{\AA}$ e $d=7,10\text{\AA}$), Illita ($d=3,34\text{\AA}$, $d=5\text{\AA}$ e $d=10\text{\AA}$) e Gibbsita ($d=4,82\text{\AA}$) provocada pelos óxidos de ferro (essencialmente goethita e hematita) conforme difratograma da Fig. 1 podem ser realçados de acordo com o tratamento proposto e, os resultados comparativos visualizados nos difratogramas das Figs. 1 e 2.

Os difratogramas das Figs. 2 e 3 se equivalem e não observamos nenhuma diferença de monta no que concerne ao procedimento de obtenção da fração argila. Desta forma, a obtenção da fração 300 mesh por peneiramento viabiliza o método.

AGRADECIMENTOS

Queremos externar nossos agradecimentos a Mestranda Geóloga Helena Polivanov que gentilmente forneceu o material para ensaio e a Srtª Christina Barreto Pinto pela datilografia do manuscrito.

BIBLIOGRAFIA

- AGUILERA, N.H. e JACKSON, M.L. (1953) - Iron oxide removal from soils and clays. Soil Sci. Soc. Amer., Proc., v. 17, pp 359.
- DEB, B.C. (1950) - The estimation of free iron oxide in soils and clays and their removal. J. Soil Sci., v. 1, pp 212-220.
- JACKSON, M.L. (1974) - Soil chemical analysis - Advanced Course. 2nd Ed., 9th printing. Published by the autor. Departament of Soil Science, University of Wisconsin, Madison, Wis., 53706.
- JEFFRIES, C.D. (1941) - A method of preparing soils for petrographic analysis. Soil Sci., v. 52, pp 451-454.
- MEHRA, O.P. e JACKSON, M.L. (1956) - Iron oxide removal from soils and clays by a dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. Seventh National Conference on Clays and Clay Minerals. Madison, Wisconsin, Wis., pp 317-327.

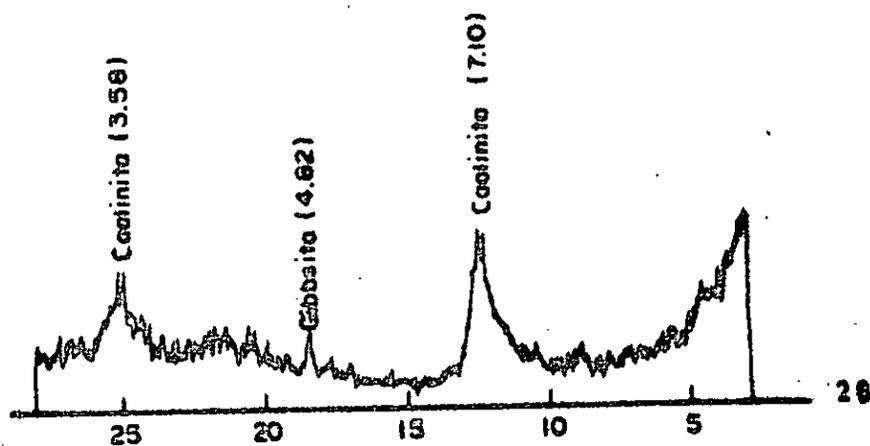


FIG. 1. DIFRATOGRAMA DE RAIOS-X DA FRAÇÃO ARGILA (OBTIDA POR PIPETAGEM) HORIZONTE B RESIDUAL LATOSSOLO VERMELHO AMARELO. SEM TRATAMENTO PARA REMOÇÃO DOS ÓXIDOS DE FERRO.

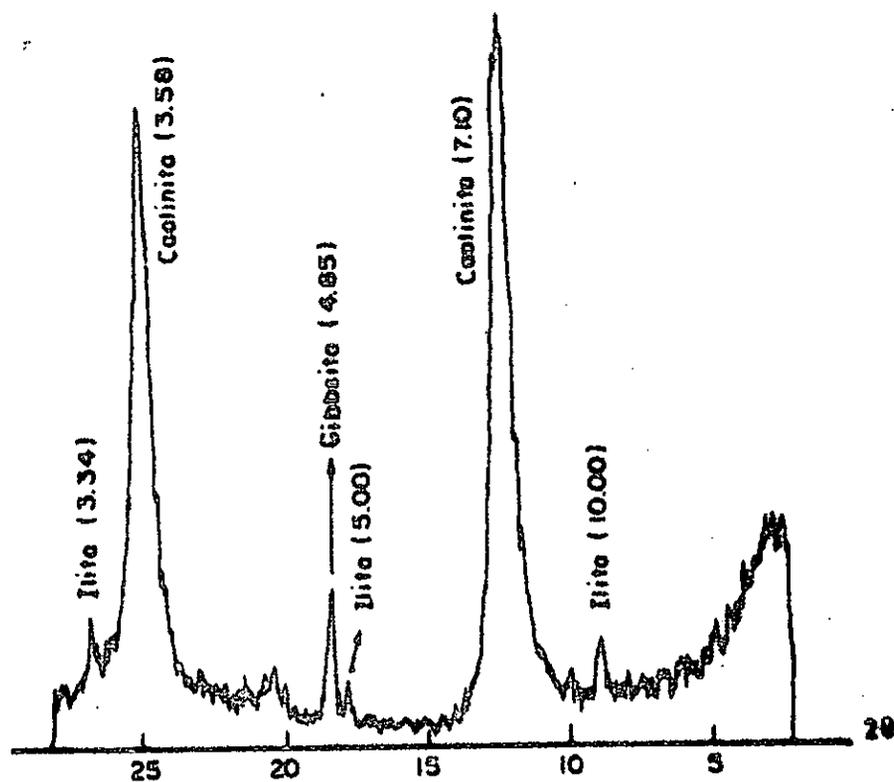


FIG. 2. MESMA AMOSTRA, TRATADA COM ÁCIDO OXÁLICO E ALUMÍNIO METÁLICO PARA REMOÇÃO DOS ÓXIDOS DE FERRO.

FIG.4. ESQUEMA DA PENEIRA DE ACRÍLICO
UTILIZADA (MEDIDAS EM CM).

