

# Comunicado técnico

Número 37

5p.

100 exemplares

nov./2000

ISSN 1517-1469

## MÉTODO INTEGRADO DE CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE SOLOS PROFUNDAMENTE INTEMPERIZADOS

Éder de Souza Martins<sup>1</sup>

Existem várias propostas de métodos para identificação e quantificação mineralógica de solos profundamente intemperizados. As técnicas mais convencionais apresentam um conjunto de informações mineralógicas parciais, quando consideradas isoladamente. A difratometria de raios-X (DRX) é uma importante ferramenta na identificação e análise das estruturas dos minerais. A análise termogravimétrica (ATG) permite a quantificação da massa dos componentes que são perdidos durante as reações térmicas, podendo servir como base para a quantificação de alguns minerais, especialmente os hidratados. A espectrometria do infravermelho possibilita a caracterização das ligações moleculares entre ânions e cátions e a determinação, em condições especiais, de diversos minerais. As análises químicas total ou parcial são fundamentais no balanço da massa dos minerais em amostras do solo. Existem outras técnicas instrumentais úteis na mineralogia do solo, mas que, geralmente, são mais restritas em suas aplicações em relação às técnicas supracitadas.

O método proposto integra dados de análise química, DRX e ATG na identificação e quantificação mineralógica de solos tropicais ([Figura 1](#)). Os minerais mais comuns, encontrados na fração argila de solos tropicais, típicos da zona tropical úmida e semi-úmida, são: caulinita,  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ; gibbsita,  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ; goethita,  $(\text{Fe,Al})\text{OOH}$ ; hematita,  $(\text{Fe,Al})_2\text{O}_3$ ; illita,  $\text{K}_{0,7}\text{Al}_{2,7}\text{Si}_{3,3}\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ ; anatásio,  $\text{TiO}_2$ ; e rutilo,  $\text{TiO}_2$ . A integração de diversas técnicas produz resultados mais completos e mais confiáveis do que os obtidos de apenas uma técnica.

A quantificação de goethita e hematita utiliza os seguintes parâmetros: razão  $\% \text{Hm} / (\% \text{Hm} + \% \text{Gt})$  (RHG),  $\% \text{Fe}_2\text{O}_3$  total ( $\%$  de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  obtida da análise química total, subtraída daquela extraída por oxalato) e a  $\% \text{Fe}_2\text{O}_3$  na estrutura desses minerais.

A RHG nas amostras com 10% ou mais de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  é obtida da relação de intensidade dos picos em DRX, relativos a (012) da hematita e (110) da goethita ([Schwertmann & Taylor, 1977](#)):

$$\text{RHG} = 3,5 \times \left( \frac{I_{\text{Hm}(012)}}{I_{\text{Hm}(012)} + I_{\text{Gt}(110)}} \right) \quad \text{Equação 1}$$

<sup>1</sup> Geól. Dr., Embrapa Cerrados, eder@cpac.embrapa.br

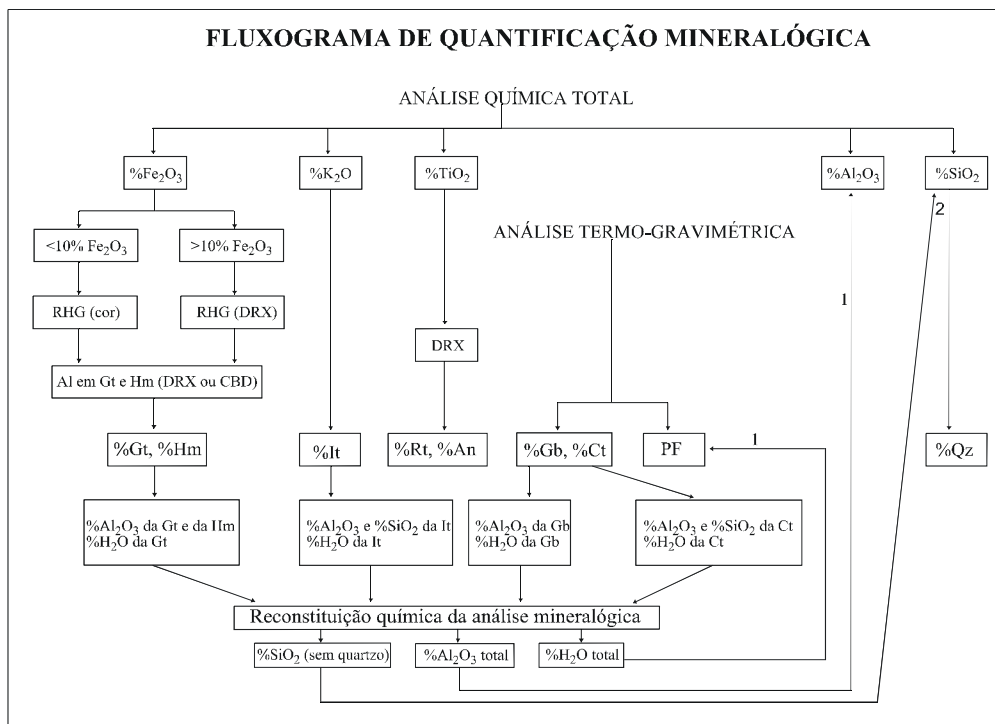


FIG.1 - Fluxograma mostrando as etapas empregadas na quantificação mineralógica. 1 indica comparação de resultados obtidos entre a análise química e mineralógica. 2 indica a diferença entre a %SiO<sub>2</sub> obtido pela análise química e a análise mineralógica. Abreviaturas: Gb: gibbsita; Ct: caulinita; Hm: hematita; Gt: goethita; It: illita; An: anatásio; Rt: rutilo; PF: perda ao fogo.

Nas amostras com teores menores que 10% de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, a RHG foi determinada, utilizando-se a relação que emprega a cor obtida da Tabela de Munsell, como segue (Santana, 1984):

$$RHG = \frac{(FV - 3,5) \cdot \%Hm}{8,33 \cdot (\%Hm - \%Gt)}$$

**Equação 2**

onde, FV é o fator de vermelho, definido como:

$$FV = M^* + C/V$$

**Equação 3**

onde, C é o croma e V o valor. Os matizes (M) dos materiais apresentam amarelo e vermelho (YR) ou somente vermelho (R) quando estão presentes goethita e hematita. M\* assume valores complementares de M quando são misturas de amarelo e vermelho, como, por exemplo, para 2,5YR, M\* é igual a 7,5, ou para 5YR, M\* é igual a 5. No caso do matiz apenas com vermelho, os valores de M\* são os mesmos de M, como, por exemplo, para 10R, M\* é igual a 10.

A quantificação desses minerais seguiu os procedimentos resumidos adiante na forma de equações.

A relação RHG é descrita da seguinte forma:

**Equação 4**

onde, %Hm é a % de hematita e %Gt é a % de goethita na amostra em g/100g.

A equação 4 pode ser escrita, isolando o termo %Hm:

$$\%Hm = (RHG \times \%Hm) + (RHG \times \%Gt) \quad \text{Equação 5}$$

e

$$\text{Equação 6}$$

A %Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>total pode ser escrita da seguinte forma:

$$\%Fe_2O_3total = \frac{\%Gt \times \%Fe_2O_3Gt + \%Hm \times \%Fe_2O_3Hm}{100} \quad \text{Equação 7}$$

onde %Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Gt é a %Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na composição da goethita e %Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Hm é a %Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na composição da hematita.

Substituindo a equação 6 na equação 7, obtém-se:

$$\%Fe_2O_3total = \frac{\%Gt \times \%Fe_2O_3Gt + \%Fe_2O_3Hm \times \left( \frac{RHG \times \%Gt}{1 - RHG} \right)}{100} \quad \text{Equação 8}$$

A equação 8 também pode ser escrita da seguinte forma:

$$\%Fe_2O_3total = \frac{(\%Fe_2O_3Gt - \%Fe_2O_3Gt \times \frac{RHG}{\%Hm} + \frac{\%RHG \times \%Gt}{\%Hm} \times RHG) \times \%Gt}{100 \times (1 - RHG) - RHG} \quad \text{Equação 9}$$

Isolando o termo %Gt, obtém-se:

$$\%Gt = \frac{100 \times (1 - RHG) \times \%Fe_2O_3total}{(\%Fe_2O_3Gt - \%Fe_2O_3Gt \times RHG + \%Fe_2O_3Hm \times RHG)} \quad \text{Equação 10}$$

Dessa forma, a %Gt é determinada a partir dos valores de RHG, de %Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>total, de %Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Gt e de %Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Hm, obtidos de forma independente.

A %Hm pode ser obtida da equação 6, substituindo a %Gt obtida da equação 10:

$$\%Hm = \frac{RHG \times \%Gt}{1 - RHG}$$

Entretanto, quando a RHG tem valor 1, ou seja, com %Gt nula, a equação 6 é indeterminada uma vez que o denominador e o numerador são nulos. Nesse caso, a %Hm é calculada a partir da %Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>total e da %Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Hm, da seguinte forma:

$$\%Hm = \frac{\%Fe_2O_3total \times 100}{\%Fe_2O_3Hm} \quad \text{Equação 11}$$

A quantificação de gibbsita e caulinita foi feita empregando análise termogravimétrica. Os intervalos de desidroxilação ficam, geralmente, entre 200 °C e 300 °C para gibbsita e entre 400 °C e 600 °C para caulinita. Considerando a quantidade de água nos minerais, 34,62% para gibbsita e 13,95% para caulinita, as relações utilizadas para a quantificação final são as seguintes:

$$\%Gb = \frac{\%peso(200 - 300^{\circ}C) \times 100}{34,62} \quad \text{Equação 12}$$

$$\%Ct = \frac{\%peso(400 - 600^{\circ}C) \times 100}{13,95} \quad \text{Equação 13}$$

onde, %Gb é a porcentagem em massa de gibbsita e %Ct é a porcentagem em massa de caulinita na amostra.

A quantificação de illita foi feita com base nos dados de K<sub>2</sub>O do ataque total, considerando como a única fase contendo K. Assumindo 8,52 como a porcentagem de K<sub>2</sub>O na composição estequiométrica do mineral, a seguinte relação foi utilizada para quantificar illita:

$$\%It = \frac{\%K_2O_{total} \times 100}{8,52} \quad \text{Equação 14}$$

onde, %It é a porcentagem em massa de illita na amostra.

As quantificações de rutilo e anatásio são feitas a partir da %TiO<sub>2</sub> total e das razões de intensidade entre os picos de DRX principais desses minerais, relativos às difrações dos planos (110) e (101), respectivamente.

O método proposto apresenta uma forma de averiguar a sua confiabilidade por meio do balanço de massa dos minerais que contêm Al (caulinita, gibbsita, illita) em relação aos dados de Al obtidos pela análise química total. As diferenças relativas máximas entre a %Al obtida pelo cálculo dos minerais e da análise química para um grupo de 100 amostras testadas é de no máximo de 10%, erro acumulado que está dentro do esperado quando se utilizam várias técnicas analíticas. A soma de todos os minerais, contidos nas amostras, variou de 98,5% a 101%, o que é considerado excelente para análises mineralógicas. Outra vantagem do método é a possibilidade de detectar erros analíticos que, por outra forma, não poderiam ser observados.

A grande desvantagem do método proposto é o longo tempo utilizado no levantamento dos dados analíticos e a necessidade de um conhecimento especializado nas diversas técnicas instrumentais. Além disso, é uma metodologia que pode ser considerada de referência para outras mais simplificadas e que podem ser empregadas em rotina.

## INTEGRATED METHOD OF MINERALOGICAL CHARACTERIZATION OF DEEPLY WEATHERED SOILS

**ABSTRACT** - A mineralogical characterization method is purposed for deeply weathered soils. The method is based on data obtained by chemical analysis, X-ray diffractometry and termogravimetric analysis. The integration of those data starting from equations

makes possible to quantify the present minerals in the samples and to check the analytical results.

Key words: mineralogic characterization; tropical soils; X-ray diffractometry; thermogravimetry.

### **Referências Bibliográficas**

SCHWERTMANN, U. & TAYLOR, R.M. Iron oxides, In: Minerals in Soil Environments, Soil Scienc Society of America: Elsevier, 1977, p. 145-180.

SANTANA, D.P. Soil formation in a toposequence of oxisols from Patos de Minas region, Minas Gerais State, Brazil. West Lafayette: Purdue University, 1984, 129 p. PhD Thesis.



*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária*  
*Embrapa Cerrados*  
*Ministério da Agricultura e do Abastecimento*  
BR 020, km 18, Rodovia Brasília/Fortaleza, Caixa Postal 08223  
CEP 73301-970, Planaltina, DF  
Telefone: (61) 388-9898 FAX: (61) 388-9879