

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE PERNAMBUCO
DEPARTAMENTO DE AGRONOMIA**

**PREPARO DE LÂMINAS PARA ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS
X: CÁLCULO DE ESTIMATIVA DOS FILOSSILICATOS EM
PLANOS SOLOS NO SEMIÁRIDO.**

ARTUR HENRIQUE NASCIMENTO DA SILVA

RECIFE -PE

2019

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE PERNAMBUCO
DEPARTAMENTO DE AGRONOMIA**

ARTUR HENRIQUE NASCIMENTO DA SILVA

**PREPARO DE LÂMINAS PARA ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS
X: CÁLCULO DE ESTIMATIVA DOS FILOSSILICATOS EM
PLANOSSELOS NO SEMIÁRIDO.**

Orientador: VALDOMIRO SEVERINO DE SOUZA JÚNIOR

Relatório estágio apresentado à Universidade Federal Rural de Pernambuco para obtenção de graduação no curso de Agronomia, sob orientação do Prof. Valdomiro Severino de Souza Junior.

Recife-PE
2019

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE PERNAMBUCO
DEPARTAMENTO DE AGRONOMIA**

ARTUR HENRIQUE NASCIMENTO DA SILVA

**PREPARO DE LÂMINAS PARA ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS
X: CÁLCULO DE ESTIMATIVA DOS FILOSSILICATOS EM
PLANOSSOLOS NO SEMIÁRIDO.**

Curso: Agronomia

Aluno: Artur Henrique Nascimento da Silva

Matrícula: 109.018.604-50

Orientador: Prof. Dr. Valdomiro Severino de Souza Júnior

Período: 01/10/2019 a 13/12/2019

Carga horária: 210 horas

Recife-PE
2019

1. INTRODUÇÃO	5
2. OBJETIVOS.....	6
2.1 GERAL.....	6
2.2 ESPECÍFICO	6
3.1. LOCAL DO ESTUDO E COLETA DAS AMOSTRAS	6
3.2. COLETA E PREPARO DAS AMOSTRAS	7
3.3. ANÁLISES MINERALÓGICAS	7
4.1. MINERALOGIA DA ARGILA.....	9
4.2. SEMIQUANTIFICAÇÃO	11
5. CONCLUSÃO	12
6. DIFICULDADES ENCONTRADAS	12
7. REFERÊNCIAS	14

1. INTRODUÇÃO

O termo Planossolo foi inicialmente usado em 1938 nos Estados Unidos da América, e posteriormente adotado no Brasil (FAO 2014). Atualmente é reconhecido pela maioria dos sistemas de classificação referindo-se a solos formados por horizontes de coloração mais clara, que possuem sinais de periódica estagnação de água, com mudança abrupta de textura, sendo o horizonte subsuperficial mais denso (reflexo de maior quantidade de argila) de lenta permeabilidade (FAO 2014; FAO 2016), que pode influenciar na formação de um lençol d'água suspenso com existência variável em diferentes épocas ao longo do ano (LEPSCH, 2011; OLIVEIRA, 2011; EMBRAPA, 2013).

O semiárido, segundo a classificação climática de Köppen-Geiger, se caracteriza por um clima Bsh (Clima quente de estepe) - Clima Semiárido quente. A Região semiárida é delimitada com base na isoietia de 800 mm, no Índice de Aridez de Thornthwaite (municípios com índice de até 0,50) e no Risco de Seca superior a 60% (IBGE). É caracterizado por escassez de chuvas e grande irregularidade em sua distribuição; baixa nebulosidade; e temperaturas médias elevadas e as poucas chuvas de 250 mm a 750 mm por ano, concentram-se num espaço curto de tempo, provocando enchentes torrenciais. As chuvas se concentram entre novembro e abril, sua distribuição é irregular, podendo deixar de ocorrer alguns anos, provocando secas. A vegetação característica desse tipo de clima é xerófila, denominada de Caatinga.

Quando se trata da gênese dos Planossolos existem várias teorias, todas relacionadas a mudança textural abrupta entre seus horizontes (RANST et al., 2011), a qual pode ser causada por vários fatores, como por processos geogênicos tais como sedimentação de areia sobre camadas de textura argilosa ou por processos pedogenéticos físicos seletivos, como eluviação e iluviação de argila com baixa estabilidade estrutural e processos pedogenéticos químicos (FAO, 2016), como a ferrólise (PARAHYBA et al., 2010; FAO, 2016). Outro fator de destaque para esse tipo de solo é se são originários por influência do material de origem subjacente, material aluvial principalmente argiloso, ou depósitos coluviais (FAO, 2014; FAO, 2016).

A análise de difração de raios x, para interpretação da mineralogia dos filossilicatos em solos, é feita tradicionalmente na amostra orientada da fração argila (BROWN & BRINDLEY, 1980; MOORE & REYNOLDS, 1989). Já que esse procedimento favorece tais minerais pela obtenção do seu plano de difração 001, sendo assim possível identificar as fases minerais individualmente.

A mineralogia da fração argila de planossolos desenvolvidos em ambiente semiárido foi estimada em diversos trabalhos abordando a gênese destes solos. Sendo os principais constituintes dos filossilicatos, a esmectita e caulinita (Oliveira et al, 2004; PARAHYBA 2010.) como também da mica (SOUZA et al, 2019).

Porém nestes trabalhos foram realizadas apenas a avaliação qualitativa dos minerais presentes na fração argila dos solos, não há estudos que realizaram abordagens quantitativas sobre a mineralogia de planossolos no semiárido, sendo assim, a obtenção de tais dados irá contribuir para maior compreensão da gênese destes solos.

A fração mineral do solo é naturalmente heterogênea, logo a intensidade de cada fase mineral presente na fração argila, irá depender das suas propriedades cristalográficas, que são inconstantes no ambiente do solo. Segundo (MOORE AND REYNOLDS, 1997) a tentativa de estimar a quantificação da fração mineral, tomando como base as áreas e suas somas no plano de difração 001 obtidas nos difratogramas tende a falhar. Mesmo assim este tipo de quantificação foi bem recomendada por (Whitton and Churchman, 1987), e vem sendo aplicada em trabalhos realizados em solos brasileiros recentes. (Brighenti et al., 2012; Santos et al., 2017).

..

2. OBJETIVOS

2.1 GERAL

Caracterizar semiquantitativamente, a assembleia dos minerais filossilicatos em Planossolos, buscando compreender a sua Pedogênese.

2.2 ESPECÍFICO

- Caracterização da assembleia mineralógica da fração argila;
- Compreender a gênese de filossilicatos
- Elaborar um roteiro de preparação de lâminas de argila, buscando a semiquantificação dos filossilicatos.

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. LOCAL DO ESTUDO E COLETA DAS AMOSTRAS

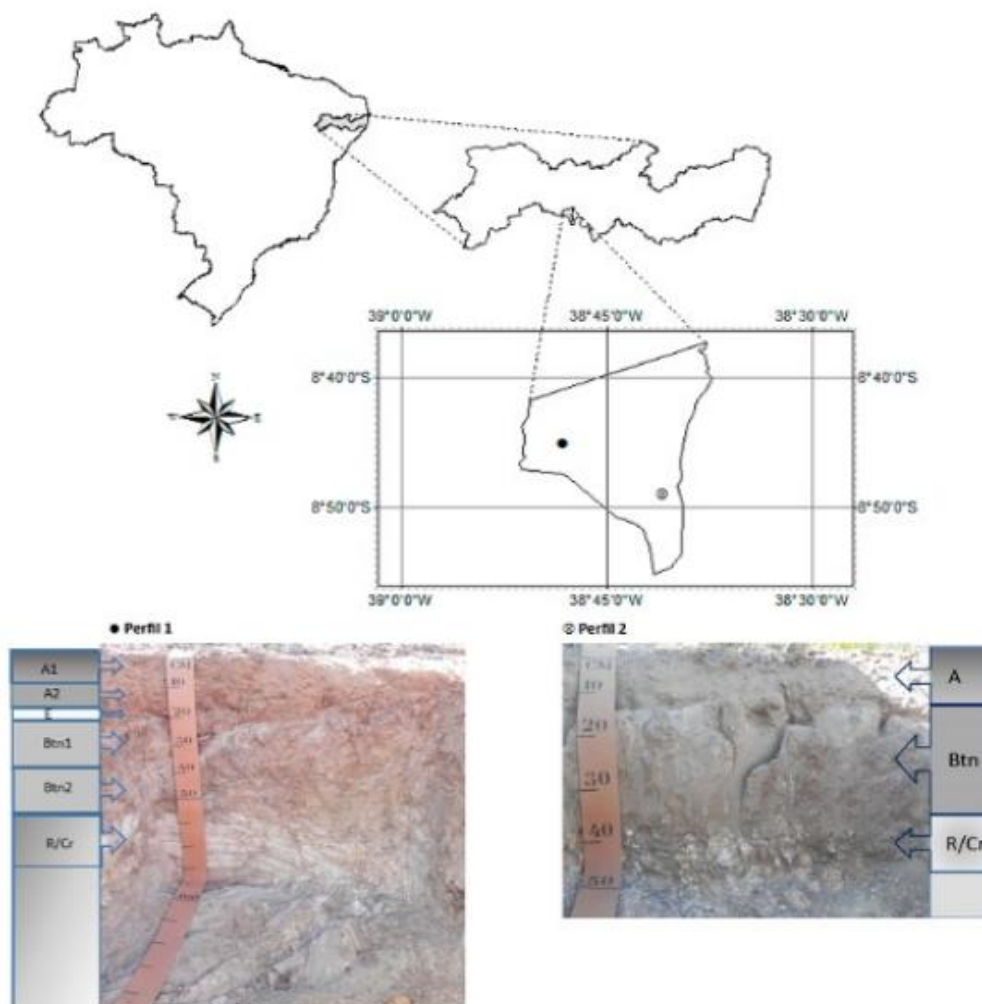


Figura 1 – Localização da área de estudo e imagens dos Perfis com os horizontes

pedogenéticos. Perfil 1 – SXe1 = Área vegetada. Perfil 2- SXe2 = Área sem vegetação.

O estudo foi realizado nas áreas pertencentes aos municípios de Belém de São Francisco e Itacuruba, no estado de Pernambuco, ambos inseridos no perímetro do Núcleo de desertificação de Cabrobó (PEREIRA JUNIOR, 2007).

Área de estudo foi escolhida a partir de estudos geológicos, inserida na unidade geoambiental da Depressão Sertaneja. Apresenta relevo suave-ondulado. Geologicamente, se insere na Província Borborema, constituído pelos litotipos dos complexos Cabrobó e Belém do São Francisco: Granitoides Indiscriminados, Suíte Calcialcalina Conceição.

3.2. COLETA E PREPARO DAS AMOSTRAS

Dois pontos para abertura das trincheiras descrição dos perfis de solo e coleta de amostras em áreas com ocorrência de Planossolos foram escolhidos na paisagem, tendo a presença ou ausência da vegetação como indicador do nível de degradação da área. Nesse contexto, o Perfil 1 foi escolhido em uma área de vegetação densa de caatinga hiperxerófila (área vegetada), enquanto o perfil 2 foi escolhido em uma área desprovida de vegetação pelo agravamento da degradação (área sem vegetação). Ambos os perfis estão inseridos dentro do perímetro do Núcleo de Desertificação Cabrobó, com altitudes semelhantes, condições ambientais iguais e sobre a mesma litologia como material de origem.

Após a abertura dos perfis e coleta dos solos, amostras deformadas foram previamente secas e destorroadas e logo depois foram submetidas à peneira de malha 2mm para aquisição da terra fina seca ao ar (TFSA), após isso todas as amostras foram quarteadas para se obter a homogeneização do material a ser estudado, seguindo o Manual de Métodos de Análise de Solo da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (Embrapa, 2009).

3.3. ANÁLISES MINERALÓGICAS

Para este estudo foram utilizadas amostras de TFSA do horizonte A, e do horizonte B diagnóstico subsuperficial. As análises mineralógicas foram realizadas de acordo com os métodos de Jackson (1975), nas frações areia, silte e argila de três horizontes de cada perfil.

Primeiramente foi efetuada uma agitação mecânica em agitador tipo *Wagner* (tempo de agitação de 16 horas) e usando como dispersante o NaOH (hidróxido de sódio). A separação da fração areia das demais frações se deu por peneiração, enquanto que argila e silte foram separadas por sedimentação, baseado na lei de Stokes, (Figura 2).



Figura 2 – Processo de separação de frações dos solos, afim de obter a fração argila.

Logo após as amostras de argila foram secas em estufa com temperatura de 60°, maceradas em almofariz de ágata e submetidas à peneira de 80 mesh. As frações foram analisadas na forma de pó não orientado por difração de raios X (Figura 3).



Figura 3 – Preparo de amostra de argila na forma de pó não orientado.

Posteriormente a fração argila foi submetida a tratamentos para eliminação de carbonatos; óxidos de ferro e também saturadas com cátions para assim priorizar os filossilicatos. As argilas foram orientadas em lâminas de vidro através da sedimentação das partículas, onde foi definido uma área de 10cm² (Figura 4) na lâmina e aplicada uma solução homogênea contendo 100mg de argila suspensa em água.

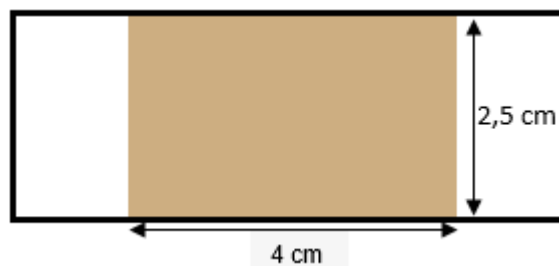


Figura 4 – Preparo de amostra de argila orientada em lâmina com 10cm².

A interpretação dos difratogramas e os critérios usados na identificação dos minerais da fração argila foi baseada no espaçamento interplanar (d). (BROWN & BRINDLEY, 1980; MOORE & REYNOLDS, 1989). A semiquantificação foi feita usando o programa Match!3 de propriedade do Laboratório de Mineralogia do Solo - UFRPE.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. MINERALOGIA DA ARGILA

A fração de argila dos dois perfis exibiu uma predominância de esmectitas, seguida de caulinita e illita, considerando os Difratogramas dos horizontes diagnósticos (B Plânico). No entanto no SXe1 – área vegetada, as reflexões características dos minerais de caulinita foram diagnosticadas pelos picos de maior intensidade a 0,73 e 0,357 nm, que desapareceram com o tratamento a 550°C com maiores intensidades no horizonte A, em comparação aos picos da região dos minerais 2:1.

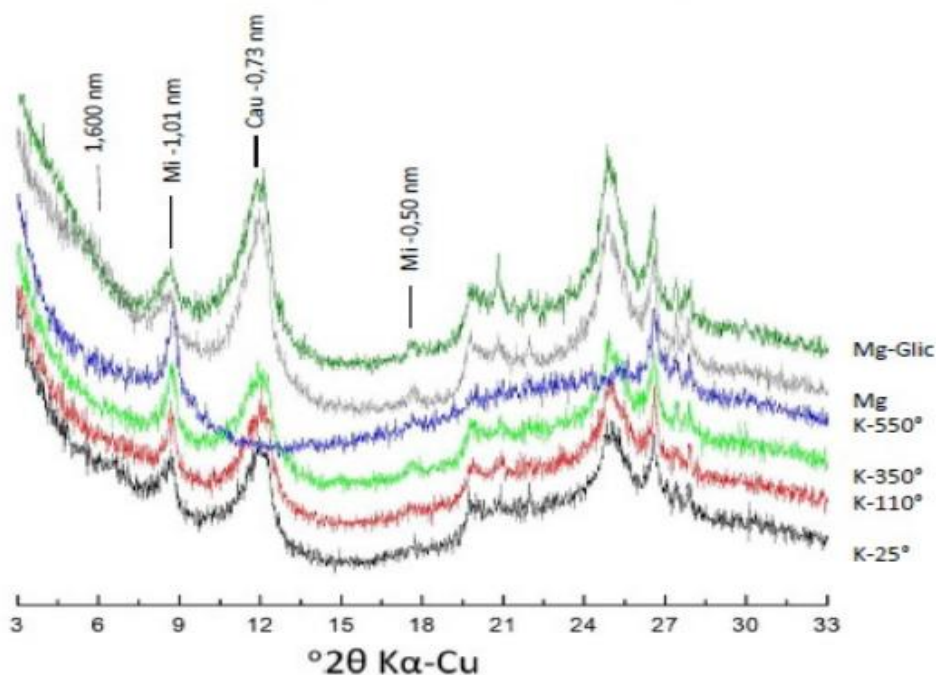


Figura 5. Horizonte A – Perfil 1 SXe1 – Difratogramas de argila desferrificada com tratamentos: K25 = saturação com K e temperatura ambiente; K110 = Saturação com K e aquecimento a 110 °C; K350 = saturação com K e aquecimento a 350 °C; K550 = saturação com K e aquecimento a 550 °C; Mg = Saturação com Mg e MgGlic = saturação com Mg e solvatação com glicerol.

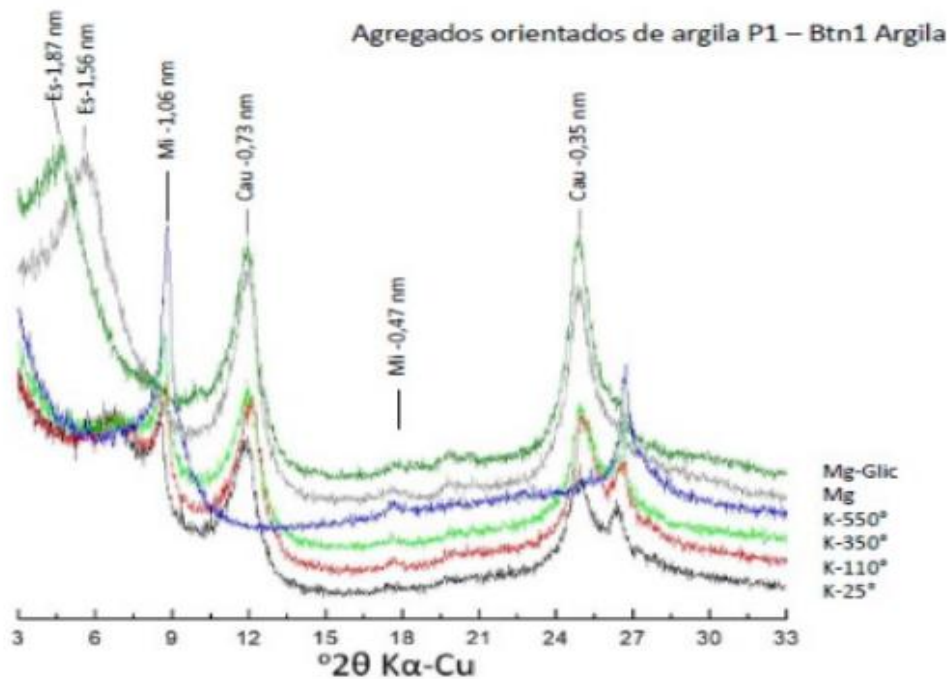


Figura 6. Horizonte Bt1 SXe1 – Difratomogramas de argila desferrificada com tratamentos Btn1 : K25 = saturação com K e temperatura ambiente; K110 = Saturação com K e aquecimento a 110 °C; K350 = saturação com K e aquecimento a 350 °C; K550 = saturação com K e aquecimento a 550 °C; Mg = Saturação com Mg e MgGlic = saturação com Mg e solvatação com glicerol.

Os resultados dos Difratomogramas do SXe2 – área sem vegetação, da fração argila manteve-se com o mesmo padrão de constituintes do SXe1 – área com vegetação, exibindo uma predominância de esmectitas, seguida de caulinita e illita, com base no horizonte B Plânico.

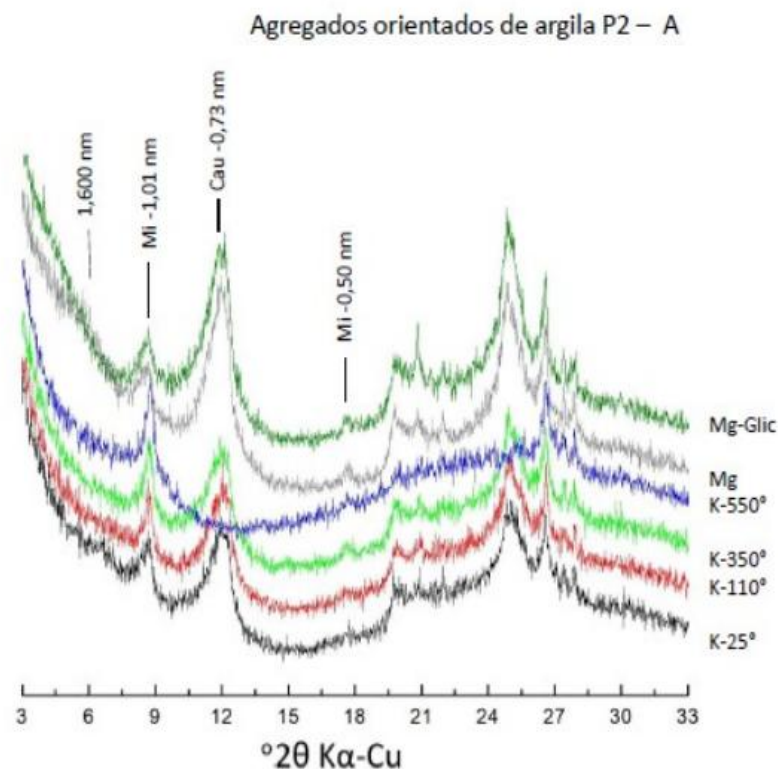


Figura 7. Difratomogramas de argila desferrificada com tratamentos A SXe2 – (área sem vegetação): K25 = saturação com K e temperatura ambiente; K110 = Saturação com K e aquecimento a 110 °C;

K350 = saturação com K e aquecimento a 350 °C; K550 = saturação com K e aquecimento a 550 °C; Mg = Saturação com Mg e MgGlic = saturação com Mg e solvatação com glicerol.

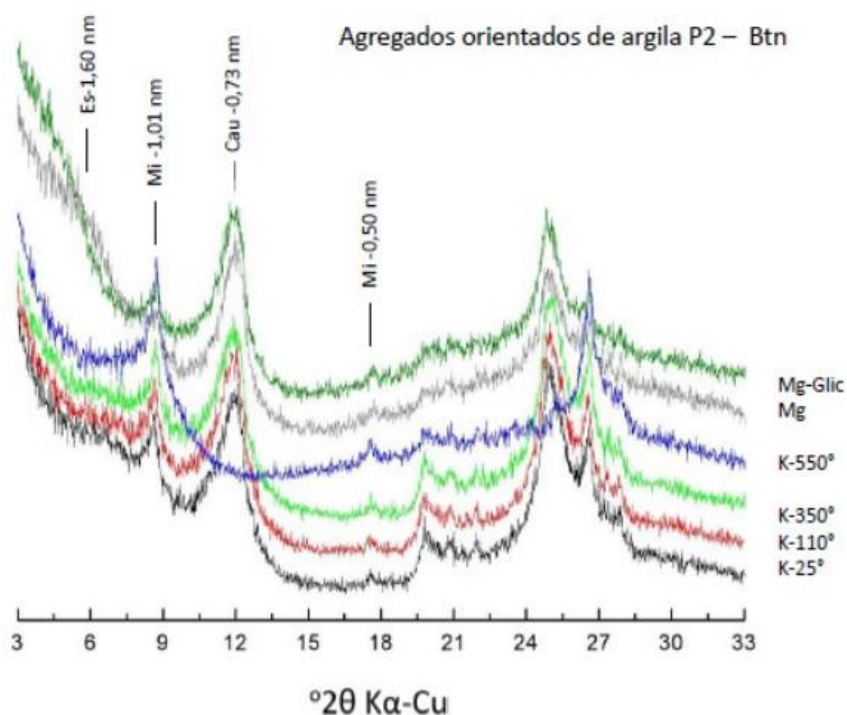


Figura 8. Difratomogramas de argila desferriçada com tratamentos Btn (SXe2 – área sem vegetação): K25 = saturação com K e temperatura ambiente; K110 = Saturação com K e aquecimento a 110 °C; K350 = saturação com K e aquecimento a 350 °C; K550 = saturação com K e aquecimento a 550 °C; Mg = Saturação com Mg e MgGlic = saturação com Mg e solvatação com glicerol.

4.2. SEMIQUANTIFICAÇÃO

A análise de semiquantificação dos filossilicatos, foi realizada nas lâminas preparadas com concentração de argila definida 10mg/cm². Foi utilizado o software Match!3, seguindo as seguintes orientações:

Foi definido a área de análise no intervalo de 3 a 15° sem background, que corresponde aos picos de plano 001 dos filossilicatos, em seguida foi definido no programa cada pico e sua correspondência mineral. ex: 7.2nm = Kaolinite, logo após o software foi capaz de gerar um modelo de integração afim de encontrar as áreas de cada pico, e de acordo com a soma de áreas, estimar a porcentagem de cada fase mineral.

Portanto os resultados encontrados foram:

Quantificação Mineralogia (%)		
HORIZONTES A		
Perfil	1 (Área Vegetada)	2 (Não Vegetada)
Caulinita	74,9	75,82
Esmectita	6,73	11,32

Ilita	10	5,95
Erro Background	10,11	9,8

Tabela 1. Relatório de análise das proporções das fases minerais nos horizontes A obtidos pelo software Match!3.

Quantificação Mineralogia (%)		
HORIZONTES B		
Perfil	1	2
Caulinita	41,9	66,6
Esmectita	52,16	17,64
Ilita	0,11	4,83
Erro Background	7,53	13,87

Tabela 2. Relatório de análise das proporções das fases minerais nos horizontes B obtidos pelo software Match!3.

5. CONCLUSÃO

A assembleia mineralógica destes solos foi semelhante, é destacada a presença de minerais esmectíticos, indicativo da prevalência do processo de bissialitização na formação dos Planossolos.

A semiquantificação se mostrou condizente com os a natureza dos solos, evidenciando um maior porcentagem de caulinita nos horizontes superficiais de ambos os solos, e também uma maior porcentagem desse mineral no horizonte subsuperficial em comparação com o perfil 1, evidenciando que o processo de desertificação contribui para uma maior intemperização do solo, aumentando o processo de monossilatização.

Porém é necessário comparar o teste de quantificação com outras ferramentas mais sofisticadas e precisas, para assim ter uma maior certeza dos resultados.

6. DIFICULDADES ENCONTRADAS

A execução deste projeto durante o estágio supervisionado obrigatório, foi muito proveitosa para minha formação acadêmica, não tive muitas dificuldades na realização da etapa de caracterização mineralógica da fração argila, porém ainda há avanços a se fazer no estudo da semiquantificação.

Agradeço a oportunidade ao meu orientador, professor Valdomiro por estar sempre que possível disponível para sanar as dúvidas que tive, e a todos os outros integrantes do grupo de pesquisa Gênese e mineralogia de solos, da Universidade Federal Rural de Pernambuco que de alguma forma me auxiliaram neste trabalho.

7. REFERÊNCIAS

Brighenti I.; Almeida A. J.; Hofer A. MINERALOGIA E GÊNESE DE ARGISSOLOS DAS SERRAS DO TABULEIRO/ITAJAÍ, ESTADO DE SANTA CATARINA. R. Bras. Ci. Solo, 36:1057-1071

BROWN, G.; BRINDLEY, G.W. X-ray Diffraction Procedures for clay mineral Identification. In: BRINDLEY, G.W; BROWN, G. London: Mineralogical Society, 1980 chapter 5, p.305-360.

DA SILVA L.F.; FRUETTA T.; ZINNB Y.L.; INDA A.V.; NASCIMENTO P.C. Genesis, morphology and mineralogy of Planosols developed from different parent materials in southern Brazil. Geoderma, Amsterdam, v. 341, p. 46-58, 2019.

EMBRAPA. Sistema Brasileiro de Classificação de Solos. 3ª edição. Brasília, DF, 2013. 353p.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. Manual de métodos de análise de solo. 2. ed. Rio de Janeiro: CNPS, 1997, 212p.

FAO. IUSS Working Group WRB. 2014. World reference base for soil resources. World Soil Resources Reports N°. 106. FAO, Roma. 2014.

FAO. Organização das Nações Unidas para a Alimentação e a Agricultura. Disponível em <<http://www.fao.org/docrep/003/y1899e/y1899e12.htm> Acesso em: 15 de setembro de 2016.

in the clay fraction 2:1 side seeking their identification by X-ray diffraction. Revista Brasileira de Ciência do Solo, Viçosa 33: 527-539.

JACKSON, M. L. Soil chemical analysis: advance Course. 29. ed. Madison, 1975. 895 p.

LEPSCH, I. F. 19 Lições de pedologia. São Paulo: Oficina de textos, 2011. 456p.

MELO, V.F.; MATTOS, J.M.S.M.; LIMA, V.C. 2009. Methods for concentration of minerals

MOORE, D. M.; REYNOLDS, R. C. X-ray diffraction and identification and analysis of clay minerals. Oxford: Oxford University Press, 1989. 332 p.

OLIVEIRA, J.B. Pedologia Aplicada. 4 ed. Piracicaba: FEALQ, 2011. 592p.

PARAHYBA, R. B.V.; SANTOS, M. C.; NETO, F. C. R. & JACOMINE; P. K. T. Pedogênese de Planossolos em topossequência do Agreste pernambucano. Revista Brasileira de Ciência do solo v. 34, pp. 1991-2000, 2010.

PEREIRA JUNIOR, J. S. Nova delimitação do semi-árido brasileiro. Biblioteca Digital da Câmara dos Deputados. **Centro de Documentação e Informação**. Brasília DF, 24 p. 2007.

RANST, E. V.; DUMON M.; TOLOSSA, A. R.; CORNELIS, J.T.; STOOPS, G.; VANDENBERGHE, R. E.; DECKERS, J. Revisiting ferrollysis processes in the formation of Planosols for rationalizing the soils with stagnic properties. *Geoderma*, 163, p. 265-274, 2011.

Santos P. G.; Almeida J. A.; Sequinatto L. Mineralogy of the Clay Fraction and Chemical Properties of Soils Developed from Sedimentary Lithologies of Pirambóia, Sanga-the-Cabral and Guará Geological Formations in Southern Brazil. *Rev Bras Cienc Solo* 2017;41:e0160344 A

Whitton, J.S., Churchman, G.J., 1987. Standard methods for mineral analysis of soil survey samples for characterisation and classification in NZ Soil Bureau. NZ Soil Bureau Scientific Report, vol. 79. NZ Soil Bureau, Lower Hutt, New Zealand.