



# ANÁLISE DE SOLOS PELA TÉCNICA DE ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS – X

Rafael Peruch Blauth - José Miguel Zelaya Bejarano\* (orientador)

FACULDADE DE ENGENHARIA AGRÍCOLA - \* CENTRO DE TECNOLOGIA - UNICAMP

PIBIC-SAE

Palavras-Chave: Análise – Solos – Espectrometria

## Resumo

A técnica de análises de solos por espectrometria de fluorescência de raios-X apresenta certas limitações para a determinação da composição química em amostras de solo. A correta determinação da composição química pode ser obtida com ajuda de modelos matemáticos que permitem a obtenção de resultados mais coerentes. Foi usado um espectrômetro de fluorescência de raios-X de energia dispersiva, EDX. Primeiramente as amostras foram analisadas com programas básicos do equipamento. Sob estas rotinas os resultados apresentam uma relação de todos os elementos possíveis que possam constituir uma amostra de solo, com exceção os de baixo peso atômico. Com um conjunto de nove amostras foram avaliadas as porcentagens das frações de areia, argila e silte. Com uma rotina do espectrômetro foi determinada a quantidade dos óxidos presentes em cada fração. Estes resultados mostraram que a distribuição em óxidos de cada elemento varia em cada fração de maneira significativa. Estes resultados podem fornecer uma informação que pode ser aplicada para fins práticos. O objetivo do trabalho é, principalmente, treinar um aluno nas técnicas de análises de solos pelo método de Espectrometria de Fluorescência de Raios –X, EFRX.

## Procedimento Experimental

Para a realização das experiências foram coletadas 9 amostras do campo experimental do INSTITUTO DE ZOOTECNIA DO ESTADO DE SÃO PAULO, localizado no Município de Nova Odessa, denominadas Cana (1, 2 e 3), Pasto (1, 2 e 3) e Milho (1, 2 e 3), conforme o tipo de utilização do solo. A coleta das amostras foi realizada em campo, primeiramente, abrindo um sulco de 15 cm de largura por 20 de profundidade aproximadamente. Do sulco é recolhido o material, procurando retirar quantidades iguais a cada profundidade até atingir a profundidade dos 20 cm, Fig. 1. As amostras foram esparsas sobre papel com 5 cm de espessura por 3 dias em ambiente arejado e seco, Fig 2 e posteriormente secas em estufa por 4 h a 60 °C. Quantidades de 10 g foram moídas manualmente e peneiradas em tamanho de 2 mm, Fig. 3. Este material denominado Terra Fina Seca ao Ar (TFSA) foi analisado num espectrômetro de fluorescência de raios X.



Figura 1

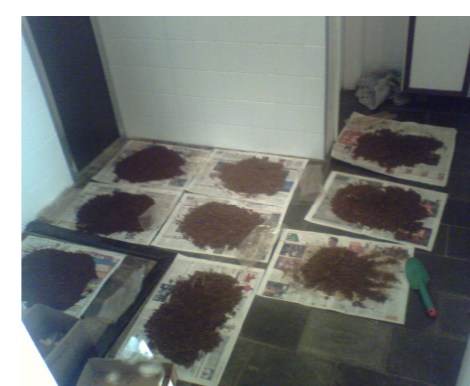


Figura 2



Figura 3



Figura 4



Figura 5



Figura 6

As amostras foram separadas em três frações: Argila, Silte e Areia, Fig. 4. Foi feita a caracterização da amostra com relação à porcentagem de cada uma das frações que a compunham. Obtida uma quantidade de 6 gramas, aproximadamente, as amostras foram compactadas (Figura 5). Todas as compactações de amostras foram realizadas em uma macaco comum de oficina mecânica com cargas de até 6 T. Posteriormente foram realizadas análises em cada fração com o grupo de análise semi-quantitativa em composição tipo óxido do software do espectrômetro (Figura 6).

## Resultados e Discussões

Antes da avaliação química como óxido as amostras foram separadas em frações de Areia, Argila e Silte para a determinação da porcentagem de cada fração. A Tabela 1 mostra estes resultados.

Tabela 1

Amostra	GROSSA	AREIA FINA	TOTAL	ARGILA	SILTE por dif.
Unidade	g/kg	g/kg	g/kg	g/kg	g/kg
Milho	100	316	416	245	339
Pasto	145	324	469	235	296
Cana	114	358	472	298	230

Por disponibilidade de espaço na Tabela 2 somente estão apresentados os resultados de uma amostras (de três) da composição química como oxido do Pasto, Milho e Cana . Os valores obtidos correspondem a análise semi-quantitativa no grupo do próprio espectrômetro. Foram obtidos óxidos dos elementos Ouro, Samário, Selênio, Bismuto e Prata em porcentagens muito pequenos que correspondem a picos mal interpretados no software do equipamento e não representam realmente a presença destes óxidos.

Tabela 2

Elemento %	Areia			Silte			Argila		
	Cana	Pasto	Milho	Cana	Pasto	Milho	Cana	Pasto	Milho
SiO <sub>2</sub>	94,3304	97,0104	96,2437	81,4821	89,2768	90,9838	33,3579	35,6755	41,4763
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,1340	1,7374	1,3271	7,3192	3,3142	2,2140	53,0085	37,1432	41,1380
SO <sub>3</sub>	1,7866	-	1,5697	1,1724	-	1,3134	-	-	-
TiO <sub>2</sub>	1,2996	0,9459	0,4970	8,5098	6,2114	4,5204	4,2047	4,4666	4,8840
Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,2113	0,1387	0,1457	-	-	-	-	-	-
ZrO <sub>2</sub>	0,0724	0,0512	-	1,2745	0,9915	0,6832	0,2720	0,2765	0,3333
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,0511	-	0,0233	-	-	-	0,1761	0,1905	0,2002
SnO <sub>2</sub>	0,0395	-	0,0379	-	-	-	-	-	0,0677
AgO <sub>2</sub>	0,0321	0,0340	-	-	-	-	-	-	-
GeO <sub>2</sub>	0,0232	-	-	-	-	-	-	-	-
ZnO	0,0198	0,0222	-	-	-	-	0,0450	0,0514	0,0581
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	0,0837	0,0704	0,0601	0,0480	0,1504	0,1397	0,1483
MnO	-	-	0,0291	0,1195	0,0656	0,0401	0,3541	0,4250	0,4281
Au <sub>2</sub> O	-	0,0386	0,0170	-	-	-	-	-	-
SeO <sub>2</sub>	-	0,0215	-	-	-	-	-	-	-
Cs <sub>2</sub> O	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	0,0189	-	-	-	-	-	-
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	0,0271	0,0206	0,0192	-	0,0197	0,0258
NbO	-	-	-	0,0249	0,0127	0,0123	0,0209	0,0246	0,0285
AgO <sub>2</sub>	-	-	-	-	0,0288	-	0,0684	-	-
Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	0,0182	-	-	-	-
K <sub>2</sub> O	-	-	-	-	-	0,1656	-	3,4413	2,0428
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-	-	-	-	-	-	7,6691	17,1804	8,1437
CaO	-	-	-	-	-	-	0,5904	0,8342	0,8063
Ir <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	-	-	-	-	-	0,0826	-	0,1121
SrO	-	-	-	-	-	-	-	0,0345	0,0283

A fração areia apresentou porcentagens de SiO<sub>2</sub> praticamente acima de 95 % sendo que os óxidos dos elementos restantes estavam abaixo de 2,5 %. Na fração Silte a porcentagem de SiO<sub>2</sub> possui uma faixa de 80 a 90 % (variação em 10 %) entre a região milho e cana. O óxido de TiO<sub>2</sub> apresentava variação de 8 a 4 % entre a cana e milho e o óxido de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> uma variação 5 % entre a cana e milho. Estes óxidos conferem propriedades magnéticas mais acentuadas nesta fração, já detectada por outros trabalhos. A fração argila apresentava a maior porcentagem de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, seguida pelo SiO<sub>2</sub> e significativa porcentagem de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. É importante mencionar que estes resultados mesmo sendo semi quantitativos fornecem uma informação quantidade dominante de cada elemento como óxido.

Os valores obtidos neste trabalho apresentam maior concentração para o SiO<sub>2</sub> na areia e silte. No trabalho não foi abordado a análise após a homogeneização das três amostras de cada região, pela não disponibilidade de um equipamento adequado para este fim.

## Conclusões

1 – A técnica de análise de solos por espectrometria fluorescência de raios X é uma ferramenta que fornece um informação muito fiel do teor dos elementos químicos presentes no material.

2 – Com este projeto foi possível adquirir um conhecimento mais profundo sobre como focar a análise química de solos, considerando as vantagens de desvantagens da metodologia.

3 – Inicialmente foi proposto a avaliação de análises quantitativas em base a padrões conhecido. Mas um erro involuntário impediu a apresentação destes resultados.

## Agradecimentos

Ao CENTRO DE TECNOLOGIA da Unicamp, ao INSTITUTO DE ZOOTECNIA de Nova Odessa, ao LABSOL FEAGRI da UNICAMP e ao CNPQ-PIBIC