

## **Caracterização mineral de um Latossolo vermelho distrófico da região dos Campos Gerais utilizando Difração de raios-x, Espectroscopia do Infravermelho e Fluorescência de Raios-X.**

Thiago Gilberto do Prado (UTFPR/PG)E-mail: [thiagoprado@utfpr.edu.br](mailto:thiagoprado@utfpr.edu.br)

Vinicius Leme de Mello(UTFPR/PG)

Maurício Batista dos Santos (UTFPR/PG)

Luciano Fernandes (UTFPR/PG)

**Resumo:** Devido às atividades agrícolas, a procura por sistemas de manejo que preservem ou melhorem a qualidade do solo, tem se tornado uma busca constante. Com o aumento da população mundial e o consequente aumento da demanda por alimentos, a minimização dos impactos causados no solo é de fundamental importância. Para entender tais aspectos, juntamente com a escolha mais adequada do sistema de manejo, a compreensão da estrutura mineralógica do solo se faz indispensável. Sendo assim neste artigo estaremos caracterizando mineralogicamente por meio de técnicas analíticas com difração de raios-X (DRX), espectroscopia de infravermelho (FTIR) e fluorescência de raios-X um Latossolo vermelho distrófico submetido ao plantio direto e comparando com os resultados do mesmo solo em seu estado natural (solo da mata). As técnicas aplicadas mostraram resultados semelhantes quanto a mineralogia das amostras, sendo que tanto no solo natural quanto no submetido ao plantio direto, foram encontrados praticamente os mesmos minerais. Como resultado encontramos fortes indícios da presença de minerais como gibssita, goethita, haloisita, quartzo, caulinita, rutílio e entre outros.

**Palavras-chave:** Mineralogia, técnicas analíticas, gibssita, goethita, haloisita.

## **Mineral characterization of a dystrophic red Latosol (Oxisol) of the Campos Gerais region using X-ray diffraction, Infrared Spectroscopy and X-ray Fluorescence.**

**Abstract:** Due to agricultural activities, the search for management systems that preserve or improve soil quality has become a constant search. With the increase of the world population and the consequent increase in the demand for foods, the minimization of the impacts caused to the soil is of fundamental importance. To understand these aspects, together with the most appropriate choice of the management system, the understanding of the mineralogical structure of the soil becomes indispensable. Thus, in this article we will be characterizing mineralogically by means of analytical techniques with X-ray Diffraction (XRD), infrared spectroscopy (FTIR) and X-ray fluorescence a dystrophic red Latosol (Oxisol) submitted to no-tillage and comparing with the results of the same soil in its natural state (forest soil). The applied techniques showed similar results regarding the mineralogy of the samples, and in the natural soil as well as in the no-tillage system were found, practically the same minerals. As a result we find strong indications of the presence of minerals such as gibbsite, goethite, haloisite, quartz, caulinite, rutílio among others.

**Keywords:** Mineralogy, analytical techniques, gibbsite, goethite, haloisite .

### **1. INTRODUÇÃO**

A região dos Campos Gerais é uma das grandes áreas produtoras de milho e soja do estado do Paraná. Sendo assim diferentes sistemas de manejo vem sendo aplicados aos solos desta região com o objetivo de aumentar a produtividade por área de plantio, reduzindo custos e agressões ao solo (BRINDLEY, 1980). Sabe-se que a aplicação do manejo Plantio direto tem mudado a qualidade dos solos subtropicais brasileiros (MIELNICZUK et al.,2003). Entretanto a influência da aplicação destes diferentes sistemas de manejo sobre a estrutura mineral destes solos ainda é pouco conhecida (NETO, et al 2008), porém, seu estudo é muito importante para o conhecimento de seus efeitos sobre a estrutura geral do solo.

O Latossolo Vermelho Distrófico está presente em 32,13% do território compreendido pela região dos Campos Gerais no estado do Paraná, correspondendo, aproximadamente, uma área de 377.800 ha (MACHADO SÁ, 2014). Este tem como característica ser um solo mineral, homogêneo, por possuir pouca diferenciação entre seus horizontes e camadas, profundo, muito intemperizados e, geralmente, possuem baixa fertilidade (ANJOS, J. T.; UBERTI, A. A. A.; VIZZOTTO, V. J. et. al., 1994). Sua grande utilização na agricultura, apesar da baixa fertilidade, está ligada ao fato de ocorrerem em áreas de relevo praticamente plano e sem pedras, por possuírem grande profundidade, com boa porosidade, boa drenagem e também permeabilidade (M.A. ARAUJO, 2004).

Neste trabalho estudaremos as características minerais de um Latossolo Vermelho Distrófico submetido ao plantio direto, para que possamos determinar qual a influencia deste sistema de manejo sobre a estrutura mineral desse solo. Para isso faremos uso de técnicas analíticas, como a espectroscopia na região do infravermelho (FTIR), difração de raios-X (DRX) e fluorescência de raios-X (FRX). Utilizaremos, então, amostras de solo no estado natural (solo da mata) coletado de uma região próximo a do solo submetido ao plantio direto. Com a comparação dos resultados obtidos, esperamos compreender melhor os efeitos da utilização do plantio direto sobre a fração mineral do solo após um tempo prolongado de utilização.

Este artigo será organizado da seguinte maneira: na seção 2, apresentaremos materiais e métodos utilizados no estudo desse solo, na seção 3 apresentaremos e discutiremos os resultados obtidos pelas técnicas analíticas e na seção 4 conclusão.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

Para a coleta das amostras utilizamos a metodologia da Embrapa (Arruda, M. R.; Moreira, A.; Pereira, J. C. R., 2014). Foram coletadas amostras do Latossolo vermelho distrófico da região de Ponta Grossa (S 25°0'28,26'', W50°15'09,31''). Tanto as amostras de solo natural, quanto as de solo submetidas ao sistema plantio direto, foram coletadas de diferentes profundidades, sendo elas de 0,00 a 0,10 m; 0,10 a 0,20 m; 0,20 a 0,40 m e de 0,40 a 0,60 m.

Após coleta as amostras foram levadas para a secagem em estufa a 40° C por 48 horas. Na sequência as amostras foram submetidas à moagem manual para eliminar torrões existentes. Para uma maior homogeneidade, essas foram passadas por peneira de malha de 2 mm e em seguida colocadas novamente na estufa a 40°C, por 24 horas. Ao término, as amostras foram armazenadas em eppendorf e deixadas em estufa a 40°C para garantir que as mesmas permanecessem secas (GONÇALVES, D., 2008).

O procedimento analítico de coleta de dados de Difração de raios-X foi realizado no Difractômetro RIGAKU, modelo Ultima IV, com radiação de Cu K $\alpha$ 1 ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ), voltagem de 30 kV, 100 mA, operando com varredura passo a passo, no intervalo  $50 \geq 2\theta \geq 700$ , passo 0,020, tempo de contagem 5s com amostras pulverizadas (GONÇALVES, D., 2008).

Para a coleta dos dados da FTIR, as amostras previamente secas foram misturadas em proporção 1/100 (amostra/ Kbr) e levadas para o pastilhamento. Utilizamos o equipamento IV – FTIR-8400 SHIMADZU para a obtenção dos dados de FTIR. A identificação mineral foi feita através das bandas de vibração, mostradas pelos espectros (GADSDEN, 1975).

Para as medidas de FRX na técnica de dispersão por energia, utilizamos o espectrômetro Shimadzu Energydispersive X-ray Fluorescence Spectrometer EDX-720, operando com 50 kV no tubo de raios X, alvo de Rh, 10 mA. Colimador de 10 mm, detector: cristal semiconductor Si (Li), resolução de energia de aproximadamente 155 keV (MARTINS, 2010).

Para a caracterização mineral, foi feita a comparação entre os picos mais intensos de difração obtidos para cada mineral, com as informações do bancos de dados (MINERALOGY DATABASE, 2016) e correlacionados com os dados obtidos tanto pela FTIR como pela FRX.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Com a aplicação da técnica de DRX foram obtidos picos característicos de alguns minerais presentes no Latossolo Vermelho Distrófico Natural (Lat nat) e Latossolo Vermelho Distrófico submetido ao plantio direto (Lat PD) para as diversas profundidades coletadas.

As figuras 1 e 2 a seguir mostram os resultados obtidos para a profundidade de 0,00 a 0,10m das amostras Lat nat e Lat PD.

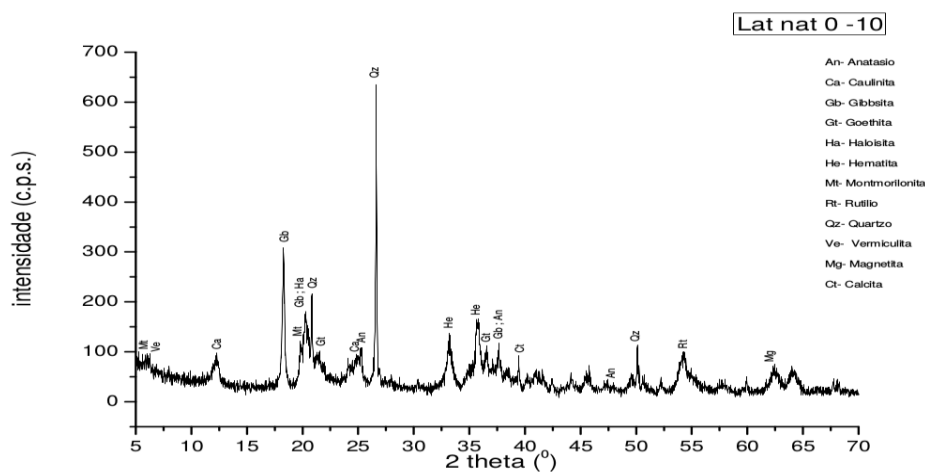


Figura 1- DRX Latossolo Natural profundidade 0,00 a 0,10m.

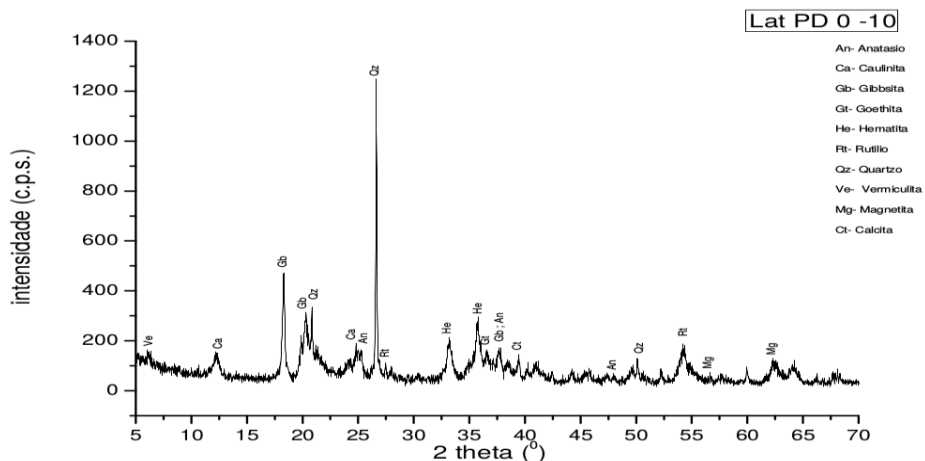


Figura 2- DRX Latossolo Plantio direto profundidade 0,00 a 0,10m.

Nestes difratogramas podemos observar de forma qualitativa diversos picos minerais, entre estes podemos verificar a presença dos minerais Quartzo, Gibbssita, Hematita, Caulinita e Rutílio. Os outros picos minerais mostrados na legendas das Fig.1 e Fig. 2 se mostram apenas em picos duvidosos (não continham outros picos característicos de maior intensidade para verificação por meio da database, (MINERALOGY DATABASE, 2016), desse modo, não

poderam ser verificados com exatidão. Nas demais profundidades não ocorreram diferenças significativas dos minerais presentes nas amostras Lat nat e Lat PD. A Figura 3 mostra os difratogramas de todas as profundidades do latossolo natural.

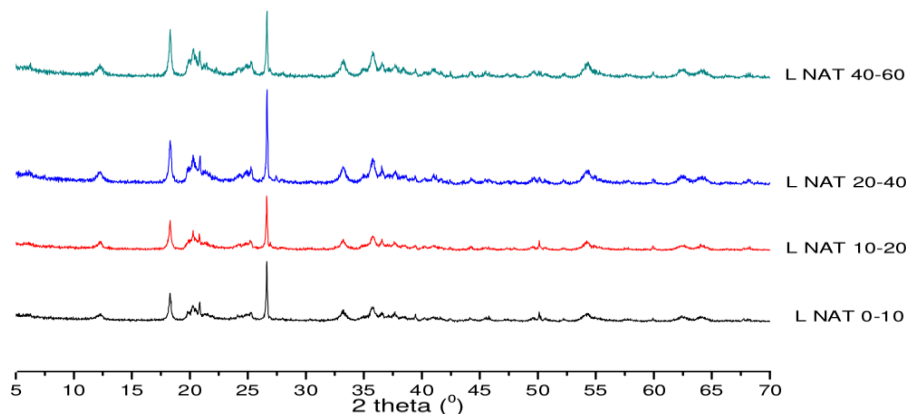


Figura 3- DRX Latossolo Natural, todas as profundidades estudadas.

Para as amostras do solo submetido ao manejo plantio direto foram encontrados os mesmos minerais das amostras do solo natural, contudo o pico que diz respeito a caulinita (MINERALOGY DATABASE, 2016) estão mais definidos. Isso deve-se ao fato que caulinita é amplamente usada para correção de solos sobre plantio, sendo assim é natural que o solo submetido ao plantio direto possua picos característicos de caulinita mais definidos (JORIS, et. al., 2012). Porém como a análise é qualitativa nada podemos dizer sobre as quantidades reais deste mineral no solo em questão. A Figura 4, mostra os difratogramas de todas as profundidades estudadas do latossolo plantio direto.

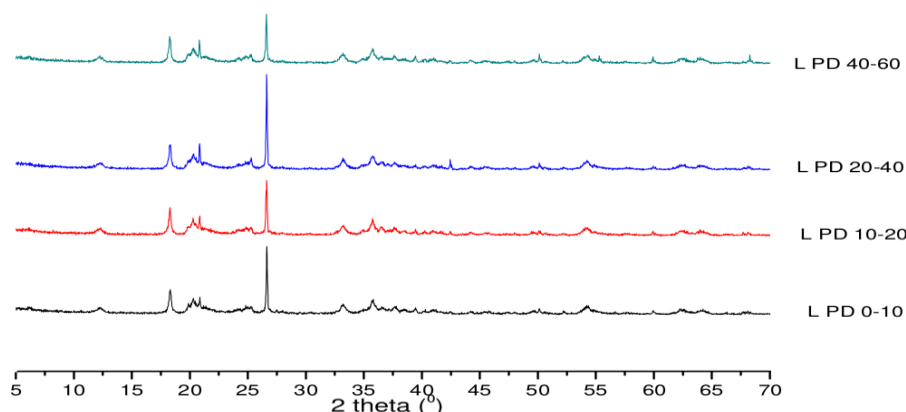


Figura 4- DRX latossolo plantio direto, todas as profundidades.

Assim como no solo natural, a diferença de profundidade não influenciou de forma significativa a estrutura mineral do solo.

Na aplicação da técnica Espectroscopia por Infravermelho (FTIR), as amostras Latossolo Natural (LN) e Latossolo plantio direto (LPD) foram estudadas nas mesmas profundidades estudadas com a DRX. Sendo assim obtivemos os seguintes resultados.

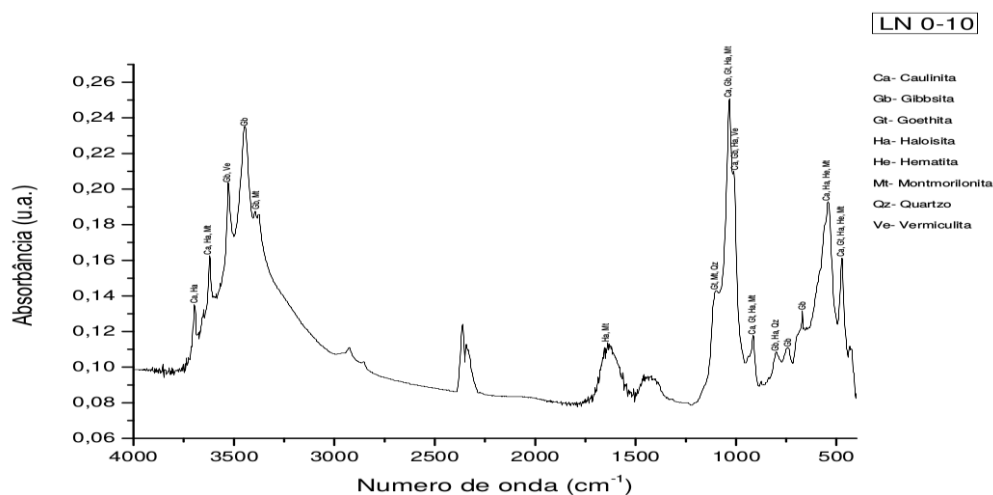


Figura 5 - FTIR Latossolo Natural profundidade 0,00 a 0,10m

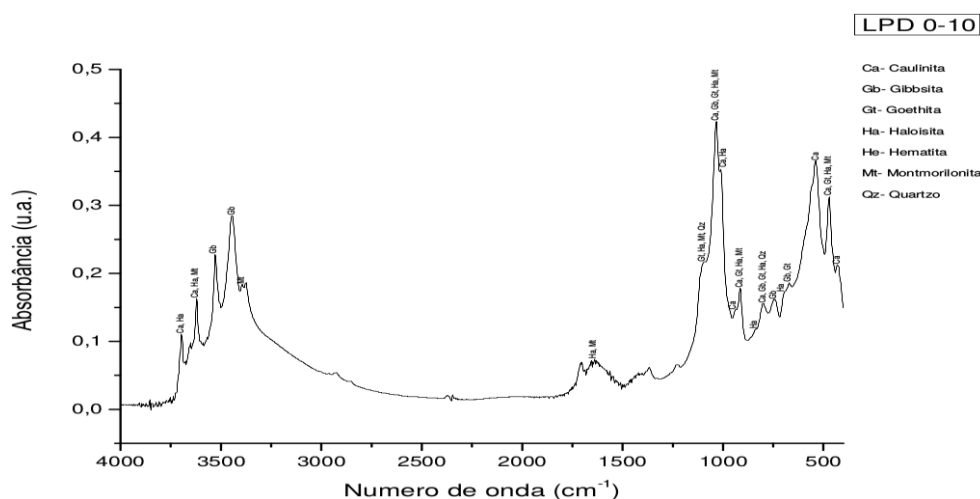


Figura 6 - FTIR Latossolo plantio direto profundidade 0,00 a 0,10m

Foram constatadas para ambas as amostras LN e LPD, através dos picos característicos, indícios de caulinita, gibbsita, hematita, quartzo. Encontramos também, em menores proporções picos de anatásio, rutilo, montmorilonita, vermiculita e mesmo haloisita, todos constatados através de picos menores e portanto duvidosos. Nas demais profundidades não ocorreu diferenciação significativa dos minerais presentes na profundidade de 0,00 a 0,10m. As Figuras 7 e 8 mostram os gráficos de todas as profundidades do latossolo natural e Latossolo plantio direto. Podemos observar novamente que a diferença de profundidade não influenciou de forma significativa a constatação qualitativa dos minerais citados acima.

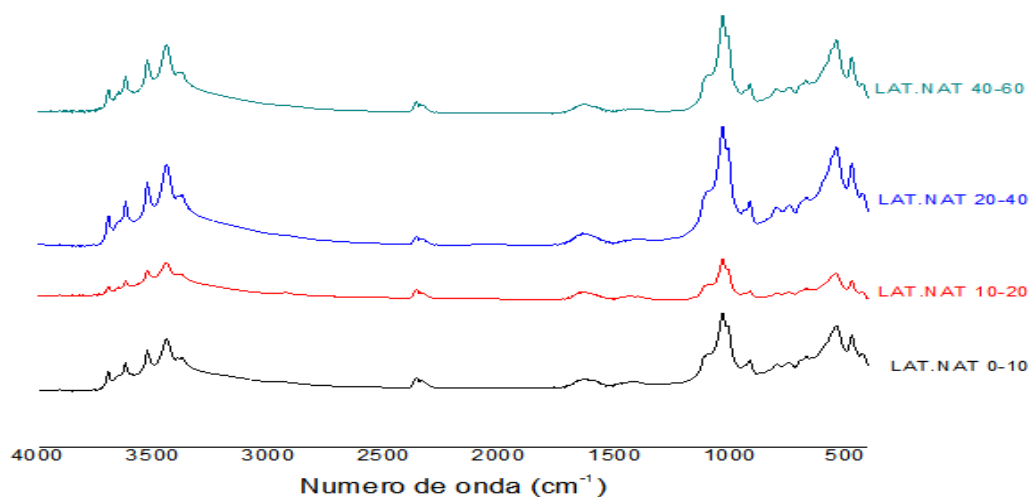


Figura 7- FTIR Latossolo Natural, todas as profundidades estudadas

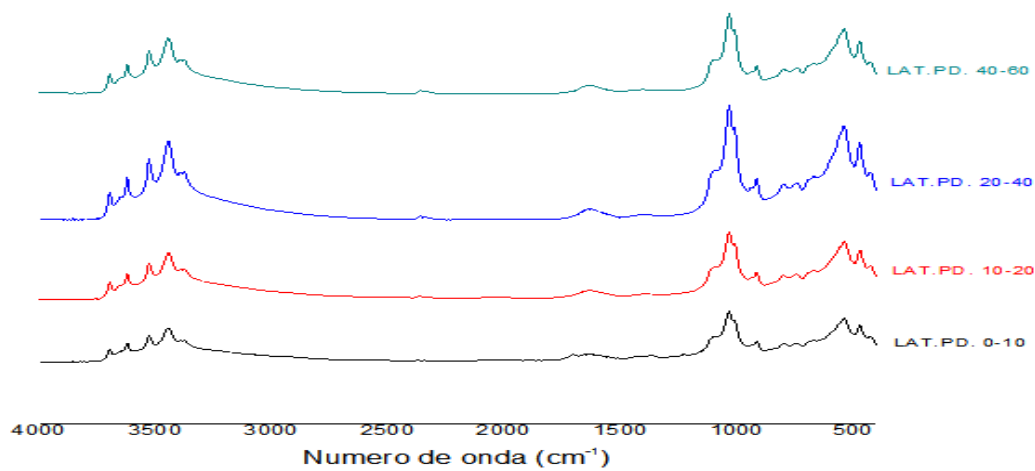


Figura 8- FTIR latossolo plantio direto, todas as profundidades

Para a técnica da Fluorescência de Raios-X (FRX) a Tabela 1 a seguir mostra os dados obtidos em porcentagem de cada óxido encontrado nas amostras.

Tabela 1- Dados da Fluorescência de Raios-X em porcentagem de cada mineral

Oxi/prof	Latossolo Natural				Latossolo Plantio Direto			
	0 a 10	10 a 20	20 a 40	40 a 60	0 a 10	10 a 20	20 a 40	40 a 60
Al	40,72	41,70	42,18	43,53	39,90	41,88	42,18	42,06
Fe	32,59	33,08	32,17	31,46	32,81	32,63	32,28	32,26
Si	20,03	18,65	19,62	19,93	19,19	18,74	18,99	18,54
Ti	3,15	3,04	3,47	3,47	3,13	3,11	2,96	2,89
Ba	1,42	1,39	0,00	0,00	1,59	1,22	1,51	1,52
S	1,05	1,14	1,29	0,72	1,28	1,01	0,90	1,21
K	0,28	0,27	0,30	0,32	0,27	0,24	0,24	0,23
P	0,20	0,26	0,39	0,00	0,44	0,20	0,36	0,39
Zr	0,09	0,14	0,12	0,12	0,11	0,13	0,12	0,14
Mn	0,13	0,10	0,12	0,11	0,15	0,10	0,09	0,12
Cr	0,07	0,07	0,05	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
Ca	0,16	0,07	0,08	0,06	0,73	0,43	0,17	0,24
Cu	0,05	0,05	0,05	0,05	0,15	0,17	0,11	0,12
Zn	0,02	0,02	0,02	0,02	0,03	0,03	0,02	0,02
Br	0,02	0,01	0,00	0,01	0,00	0,01	0,00	0,00
Nb	0,00	0,01	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,01
Bi	0,03	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
V	0,00	0,00	0,13	0,01	0,00	0,00	0,00	0,21
Ga	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00
Sr	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00
Ac	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00
Ir	0,00	0,00	0,00	0,00	0,04	0,03	0,00	0,00
Y	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00
Os	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01

Os resultados obtidos, tanto na técnica de DRX quanto na FTIR, foram praticamente os mesmos, esses minerais foram confirmados com a presença de óxidos de Al, Si e entre outros encontrados na FRX. Foram encontrados com clareza minerais como o quartzo, gibbsita, hematita, caulinita e o rutilo, estes normalmente presentes em latossolos em geral (GONÇALVES, 2008). Os demais minerais listados mostraram apenas picos duvidosos. Isso aconteceu, devido ao fato de os minerais com picos mais intensos acabarem encobrindo e interferindo nos picos próximos. Para que esse problema seja resolvido, faz-se necessário um fracionamento físico das amostras do solo (MARTINS, 2010).

#### 4. CONCLUSÕES

Com a análise e cruzamento dos dados obtidos a partir das técnicas analíticas foi possível observar a presença de vários minerais entre eles: quartzo, gibbsita, hematita, goethita e caulinita. Alguns minerais podemos apenas constatar traços nas amostras sendo estes:

anatásio, rutilo, montmorilonita, vermiculita e haloisita. Não foi possível constatar as principais influências do manejo plantio direto e das aplicações de corretivos agrícolas no Latossolo Vermelho Distrófico estudado. Este fato se deve principalmente a todas as técnicas serem puramente qualitativas (SKOOG, D.A., HOLLER, F.J., NIEMAN, T.A., 2002). Para uma melhor análise e comparação, faremos o fracionamento físico do solo e submeteremos as suas frações novamente a DRX (ALBERS, 2002) onde então poderemos aplicar o método Rietveld de refinamento da técnica, obtendo assim resultados mais precisas quanto a mineralogia deste solo.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Fundação Araucária pela concessão da bolsa de estudo, a UEPG pela colaboração científica.

## REFERÊNCIAS

**BRINDLEY, G. W.; BROWN, G., (Ed.)** *Crystal structures of clay minerals and their X-ray identification*. London: Mineralogical Society, 1980., p.496 (Mineralogical Society Monograph, n.5).

**MIELNICZUK, J.; BAYER, C.; VEZZANI, F.M.; LOVATO, T.; FERNANDES, F.F. & DEBARBA, L.** Manejo de solos e culturas e sua relação com os estoques de carbono e nitrogênio do solo, 2003.

**RINATTI, A. M.** Uso e espectroscopias e difração de raios X aplicadas à caracterização de solos. 2001, 316 f. Tese (Doutorado em ciências; Física aplicada) – Instituto de Física de São Carlos, São Carlos, SP, 2001.

**F.S. NETO, Luís; V. INDA, Alberto.** Óxidos De Ferro Em Latossolos Tropicais e Subtropicais Brasileiros Em Plantio Direto, Revista Brasileira de Ciência dos Solos, 32:1873-1881, 2008.

**MACHADO SÁ, M. F.** Patrimônio natural dos campos gerais paraná. 1. ed. Capítulo 6. Ponta Grossa: Editora UEPG, 2014.

**ANJOS, J. T.; UBERTI, A. A. A.; VIZZOTTO, V. J. et. al.** *Propriedades físicas em solos sob diferentes sistemas de uso de manejo*. Revista brasileira de ciência do solo, Vol. 18, p. 139-145, 1994.

**ARAÚJO, M.A..** *Propriedades físicas de um latossolo vermelho distrófico cultivado e sob mata nativa*. R. Bras. Ci. Solo, 2004.

**ARRUDA, M. R.; MOREIRA, A.; PEREIRA, J. C. R.** *Amostragem e Cuidados na Coleta de Solo para Fins de Fertilidade*. EMBRAPA, Manaus (2014)

**GONÇALVES, D.** Caracterização Mineralógica por Difração de Raio X e o método Rietveld da Fração Argila de um latossolo Vermelho Distrófico em três manejos diferentes. Universidade estadual de Ponta Grossa, 2008.



**GADSDEN, J. A.** Infrared Spectra of Minerals and Related Inorganic Compounds .  
Chichester, Butterworth, 1975. 277 p.

**MARTINS, E. C.** Caracterização e quantificação mineralógica da fração argila do horizonte Bi de Cambissolos da região de Irati, Paraná, pelo método Rietveld. Dissertação (mestrado em química aplicada) –Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, PR, 2010.

**JORIS, H. A. W.; DA FONSECA, A.F. ; ASAMI, V.Y. ; BRIEDIS, C. ; BORSZOWSKI, P.R. ; GARBUIO, F. J. .** Adsorção de metais pesados após calagem superficial em um Latossolo Vermelho sob sistema de plantio direto. Revista Ciência Agronômica (UFC. Impresso) , v. 43, p. 1-10, 2012.

**MINERALOGY DATABASE.** Disponível em: <<http://webmineral.com/data>>. Acesso em: 27 de jun. de 2016.

**ALBERS, P. F.; MELCHIADES, F. G.; MACHADO, R.; BALDO, J. B.; BOSCHI, A. O..** Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X. Universidade do Vale do Paraíba, UNIVAP, 2002.

**SKOOG, D.A., HOLLER, F.J., NIEMAN, T.A.** Princípios da Análise Instrumental. 5. Ed. São Paulo: Bookman, 2002. 836p.