

ISSN 0100-8102

**Boletim de Pesquisa**

Junho, 1984

Número 61

## **INTERSALAÇÃO DE CAULINITAS SEPARADAS DE LATOSSOLOS**



**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária — EMBRAPA**  
**Vinculada ao Ministério da Agricultura**  
**Centro de Pesquisa Agropecuária do Trópico Úmido — CPATU**  
**Belém, PA**

## **MINISTRO DA AGRICULTURA**

Nestor Jost

### **Presidente da EMBRAPA**

Eliseu Roberto de Andrade Alves

### **Diretoria Executiva da EMBRAPA**

Ágide Gorgatti Netto	— Diretor
José Prazeres Ramalho de Castro	— Diretor
Raymundo Fonsêca Souza	— Diretor

### **Chefia do CPATU**

Cristo Nazaré Barbosa do Nascimento	— Chefe
José Furlan Júnior	— Chefe Adjunto Técnico
José de Brito Lourenço Junior	— Chefe Adjunto Administrativo

ISSN 0100-8102

BOLETIM DE PESQUISA Nº 61

Junho, 1984

**INTERSALAÇÃO DE CAULINITAS SEPARADAS DE LATOSSOLOS**

**Maria Regina Freire Möller  
Shigeru Araki**



Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária — EMBRAPA  
Vinculada ao Ministério da Agricultura  
Centro de Pesquisa Agropecuária do Trópico Úmido — CPATU  
Belém, PA

Exemplares desta publicação podem ser solicitados à  
EMBRAPA-CPATU

Trav. Dr. Enéas Pinheiro s/nº

Caixa Postal, 48

66.000 - Belém, PA

Telex : (091) 1210

Tiragem : 1.000 exemplares

Comitê de Publicações : José Furlan Júnior — Presidente  
Mário Dantas  
Alfredo Kingo Oyama Homma  
Paulo Choji Kitamura  
Nazira Leite Nassar  
Emanuel Adilson Souza Serrão  
Luiz Octávio Danin de Moura Carvalho  
Maria de Lourdes Reis Duarte  
Emmanuel de Souza Cruz  
José Natalino Macedo Silva  
Ruth de Fátima Rendeiro Palheta

Möller, Maria Regina Freire

Intersalação de caulinitas separadas de latossolos, por Maria Regina Freire Möller e Shigeru Araki. Belém, EMBRAPA-CPATU, 1984.

20 p. ilustr. (EMBRAPA-CPATU. Boletim de Pesquisa, 61).

1. Caulinita. 2. Mineralogia determinativa. I. Araki, Shigeru. II. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Centro de Pesquisa Agropecuária do Trópico Úmido, Belém, PA. II. Título. IV. Série.

CDD: 549.67

© EMBRAPA - 1984

## **AGRADECIMENTOS**

Aos Profs. K. Kyuma da Universidade de Kyoto,  
T. Hattori e K. Yonebayashi da Universidade Municipal  
de Kyoto pelas tomadas no microscópio eletrônico.

## **S U M Á R I O**

<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>8</b>
<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>9</b>
<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>10</b>
<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>19</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>19</b>

## **INTERSALAÇÃO DE CAULINITAS SEPARADAS DE LATOSSOLOS**

**Maria Regina Freire Möller<sup>1</sup>  
Shigeru Araki<sup>2</sup>**

**RESUMO:** Foram observados os comportamentos de quatro caulinitas separadas de latossolo, frente à hidrazina. A caulinita separada do LA-1 apresentou sobretudo reação de mineral tipo IV, enquanto naquela extraída do LR-4 predominou reação do mineral tipo I. Em LV-2 e LV-3 ocorreu uma mistura de minerais, sobretudo dos tipos I e IV. Em LA-1, LV-2 e LV-3 também notou-se a presença de mineral intermediário, aqui chamado de tipo III/IV. Evidenciou-se que, quanto mais desordenada a rede cristalina da caulinita, menor e por vezes mais perfeito morfológicamente se apresenta o mineral.

Termos para indexação: Caulinitas, cristalinidade, latossolo.

## **INTERSALATION OF KAOLINITE SEPARATED FROM LATOSOLS**

**ABSTRACT:** The behavior of four kaolinite separated from latosols and treated with hydrazine were observed. One kaolinite which was separated from LA-1 presented the mineral reaction of type IV while LR-4 presented the predominant mineral reaction of Type I. The mixture of minerals type I and IV occurred in the samples LV-2 and LV-3. The presence of intermediate mineral denominated as type III/IV in this work, was also noted in LA-1, LV-2 and LV-3. Evidently the more disordered the crystallinity of kaolinite the smaller the particles and sometimes the mineral presented the more morphological perfection.

Index terms: Kaolinite, crystallinity, latosols.

---

<sup>1</sup> Quim. Indust. M. Sc. EMBRAPA-CPATU. Caixa Postal 48. CEP 66.000. Belém, PA.

<sup>2</sup> Eng. Agr. Ph. D. Faculty of Agriculture, Kyoto University Kyoto, 606 Japan.

## INTRODUÇÃO

Freqüentemente tem-se feito generalizações sobre o comportamento das caulinitas, não as considerando como uma família de minerais, cuja estrutura básica 1:1 apresenta variações quanto à sobreposição das camadas, tamanho e perfeição morfológica (Range et al. 1969, Kitagawa & Möller 1980). Esta repetibilidade de células unitárias nos eixos a e b, que se reflete na morfologia e no tamanho dos cristais caulíníticos, por certo influenciará o seu comportamento físico-químico, a exemplo do que observaram Möller & Klamt (1984).

Comumente utiliza-se o índice de Hinckley (Hinckley 1963) para determinar a cristalinidade relativa dos minerais caulíníticos. Mas este índice, que relaciona a intensidade das difrações de raios X e  $11\bar{1}$  e  $1\bar{1}0$  dos minerais caulíníticos, não é utilizado para classificar a desordem estrutural dos mesmos. Além deste índice, os fenômenos que apresentam determinados compostos orgânicos, cujas moléculas de tamanho e polaridade adequados reagem em diferentes níveis com as caulinitas (Jackson 1962, Jackson & Abdel-Kader 1978 e Hattori et al. 1979) têm sido úteis para distinguir caulinitas, haloisitas e cloritas.

Um destes compostos, a hidrazina, foi utilizada por Range et al. (1969), numa tentativa de classificar as caulinitas. Estes autores observaram tipos de reações entre o composto e o mineral (tipo I, tipo II, tipo III e tipo IV), sem que haja no entanto, um limite nítido entre eles. A haloisita, que apresenta um outro tipo de comportamento, foi considerada por eles como um grupo à parte.

O método proposto, que avalia a desordem da sobreposição das camadas do mineral, segundo Range et al. (1969), traria a caulinita com reação tipo I, como extremo bem ordenado ou pouco desordenado, enquanto aquelas com reação tipo IV seriam o extremo oposto (desordem nos eixos a e b).

É interessante notar que a desordem interna dos cristais não indica imperfeição morfológica, como observaram Range et al. (1969) e Jackson & Abdel-Kader (1978).

Neste trabalho foram observadas as reações das caulinitas separadas de latossolos frente à hidrazina, e suas morfologias, para enquadrá-las na classificação de Range et al. (1969).



## MATERIAIS E MÉTODOS

Amostras de argilas de quatro latossolos, sendo um Latossolo Amarelo (LA-1), dois Latossolos Vermelho-Amarelo (LV-2 e LV-3) e um Latossolo Vermelho-Escuro (LE-4), cuja localização é mostrada na Fig. 1, separadas da TFSA segundo o método descrito por Jackson (1956) e deferradas pelo citrato-ditronito-bicarbonato (Mehra & Jackson 1959) sofreram intersalação com hidrazina. Os tipos de minerais cauliníticos foram observados pelas diferentes posições assumidas pela difração 001 da caulinita, por difratometria de raios X, segundo Range et al. (1969).

Para tanto, as frações  $< 2\mu$ , deferradas, sofreram os seguintes tratamentos :

a) Saturação com potássio. A saturação com potássio foi obtida por meio de lavagens sucessivas com acetato e cloreto de potássio normal. Posteriormente, as amostras foram lavadas com água, água e metanol e metanol, até ausência de ions cloreto. Este material foi então utilizado na obtenção de lâminas orientadas por sedimentação natural.

b) Intersalação com hidrazina. Sobre as lâminas orientadas anteriormente obtidas (a), foram colocadas gotas de hidrazina 85%, e as mesmas, em placas de petri, foram mantidas em estufa por duas horas, à temperatura de 60°C. O excesso de hidrazina foi posteriormente eliminado com papel de filtro.

c) Eliminação da hidrazina. As amostras de argila intersaladas com hidrazina (b) foram lavadas três vezes com água destilada e posteriormente secas à temperatura ambiente.

d) Glicerolagem. Após o tratamento (c), as lâminas foram gliceroladas por meio de jatos (spray) de glicerol 20%.

Após cada tratamento descrito anteriormente (a, b, c e d), foram obtidos difratogramas de raios X do material, num aparelho Rigaku-Denki, utilizando-se radiações Cu - Ka, filtro de Ni, voltagem de 30 KV e 16mA, com sistema de fendas do goniômetro de 1°DS, 0,15mm R.S. e 1°SS., velocidade do papel de 20mm/min, TC 2 segundos com variação do ângulo  $2\theta$  de 2°/min.



FIG. 1 — Mapa de localização das amostras.

As fotografias foram tomadas num microscópio JEOL JEM 100B, com voltagem de aceleração de 80.000 V.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Fig. 2a, b, c e d, são mostrados os difratogramas de raios X das amostras de caulinitas separadas dos solos, após os tratamentos de saturação com potássio, intersalação com hidrazina, eliminação da hidrazina e glicerolagem.

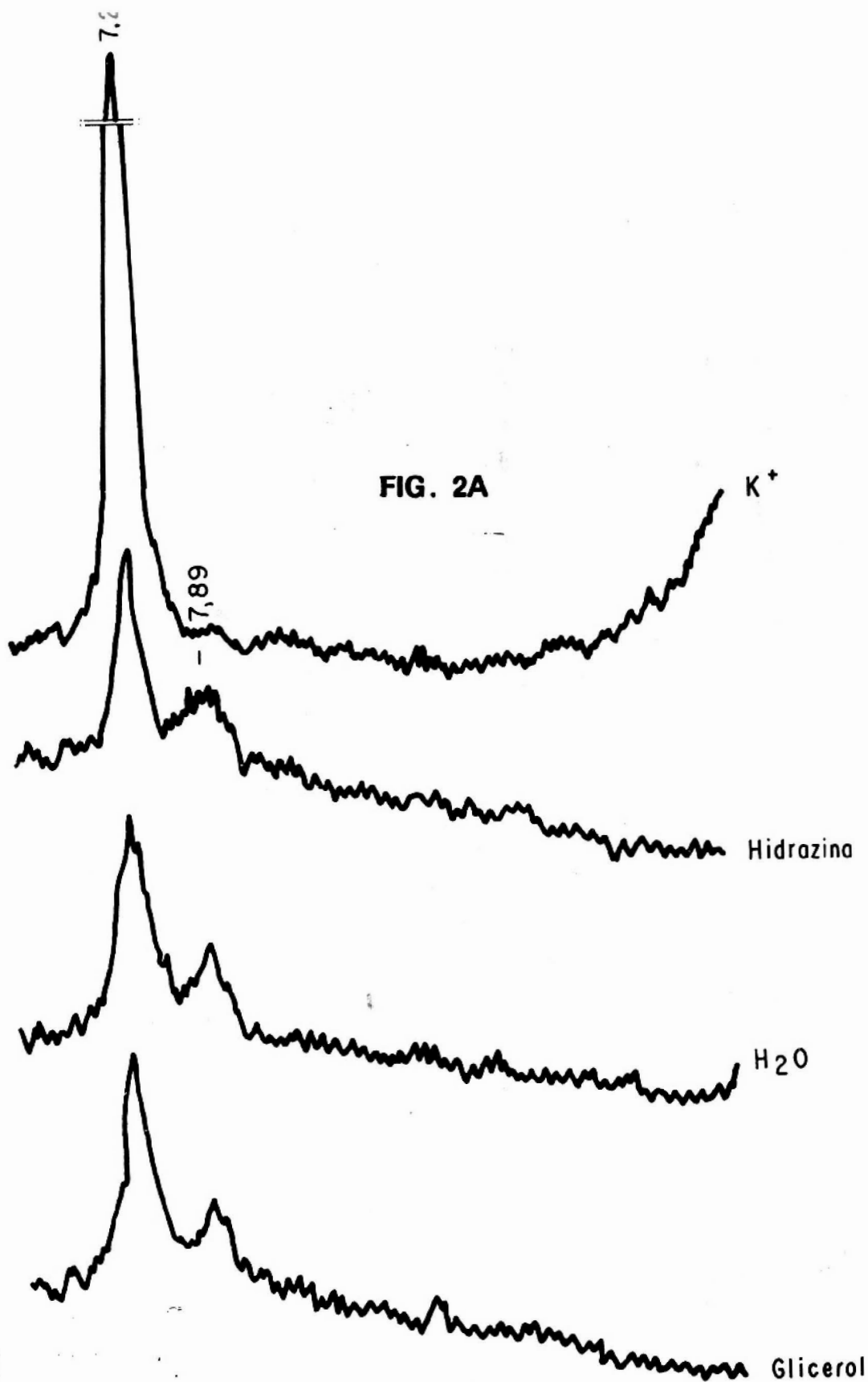
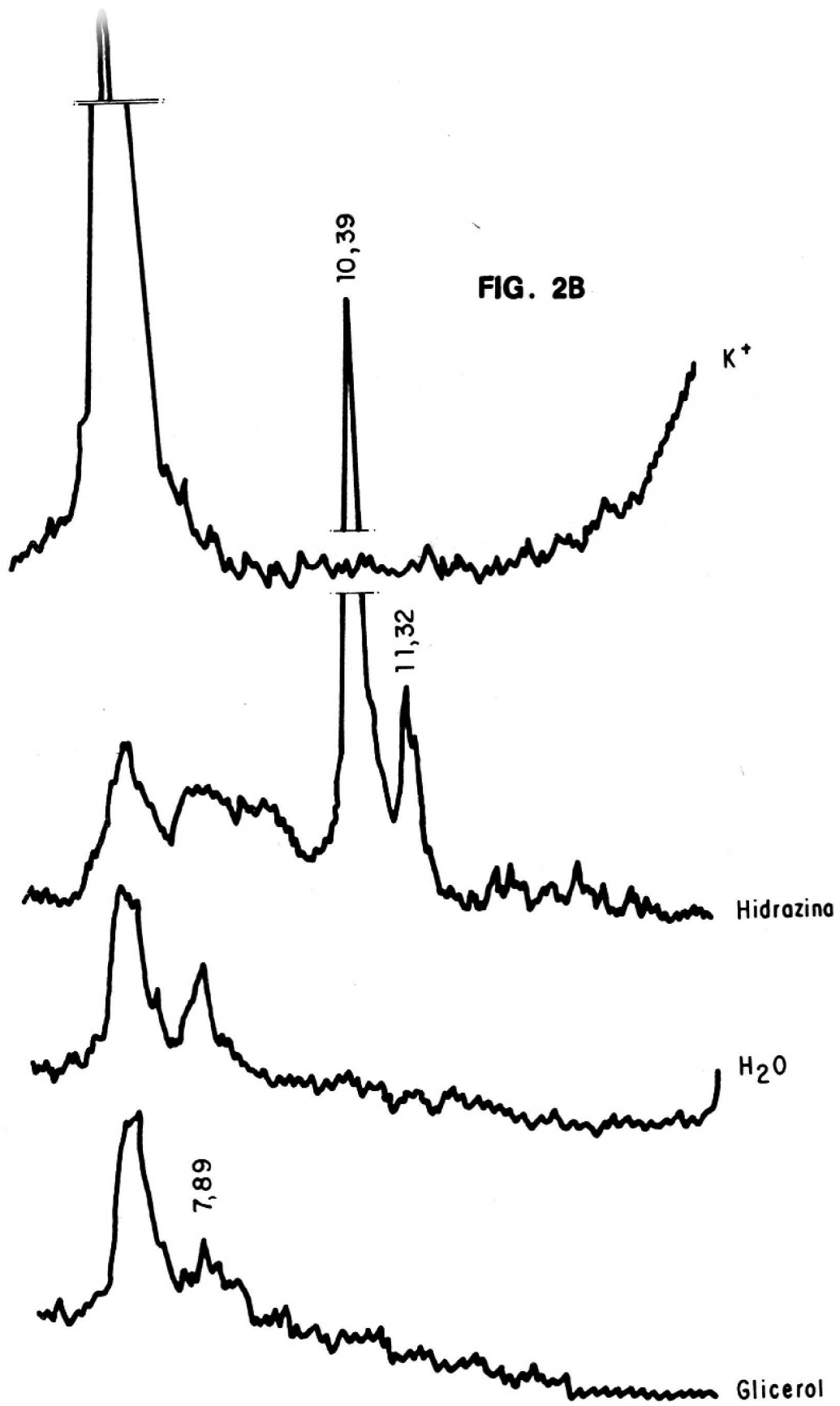
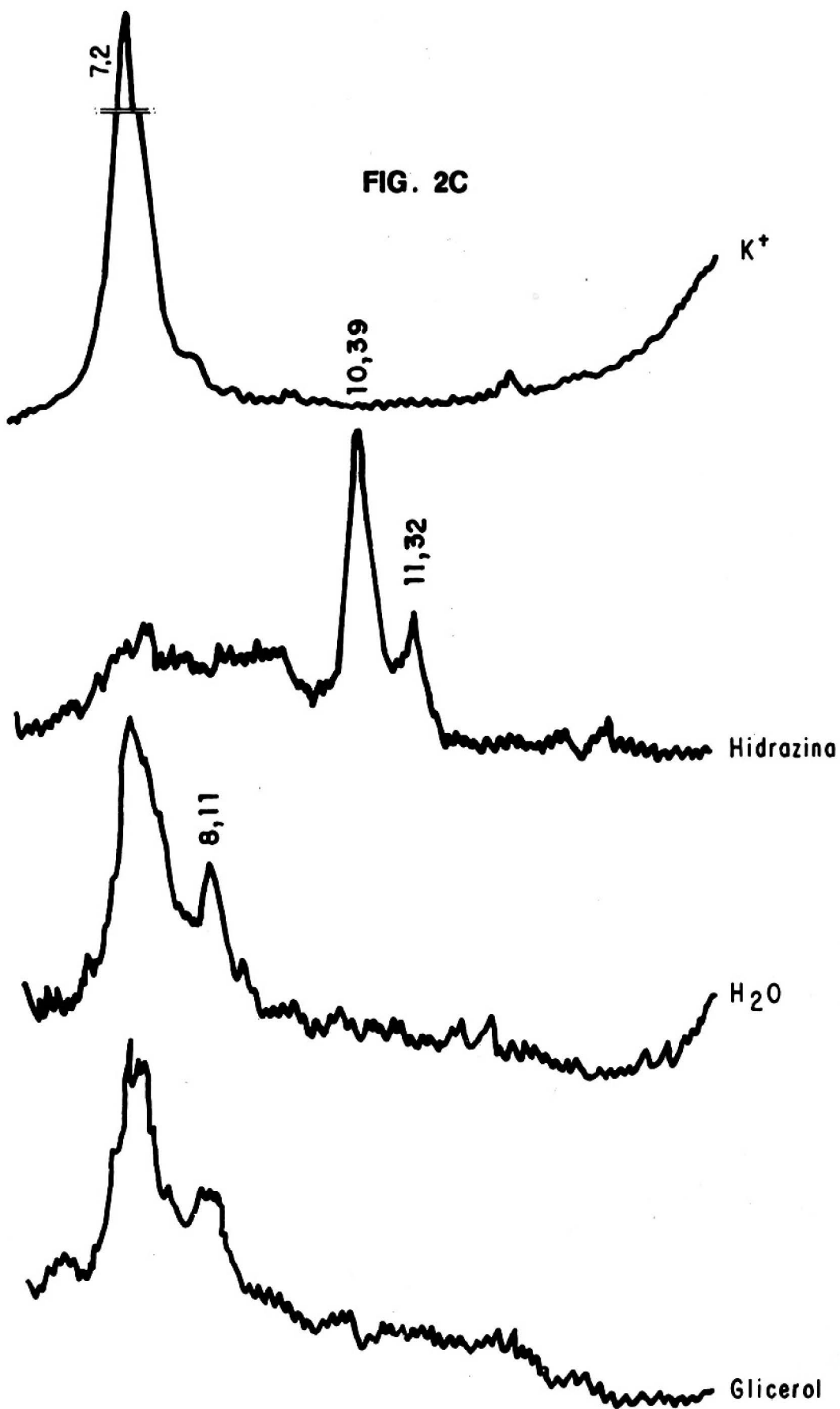
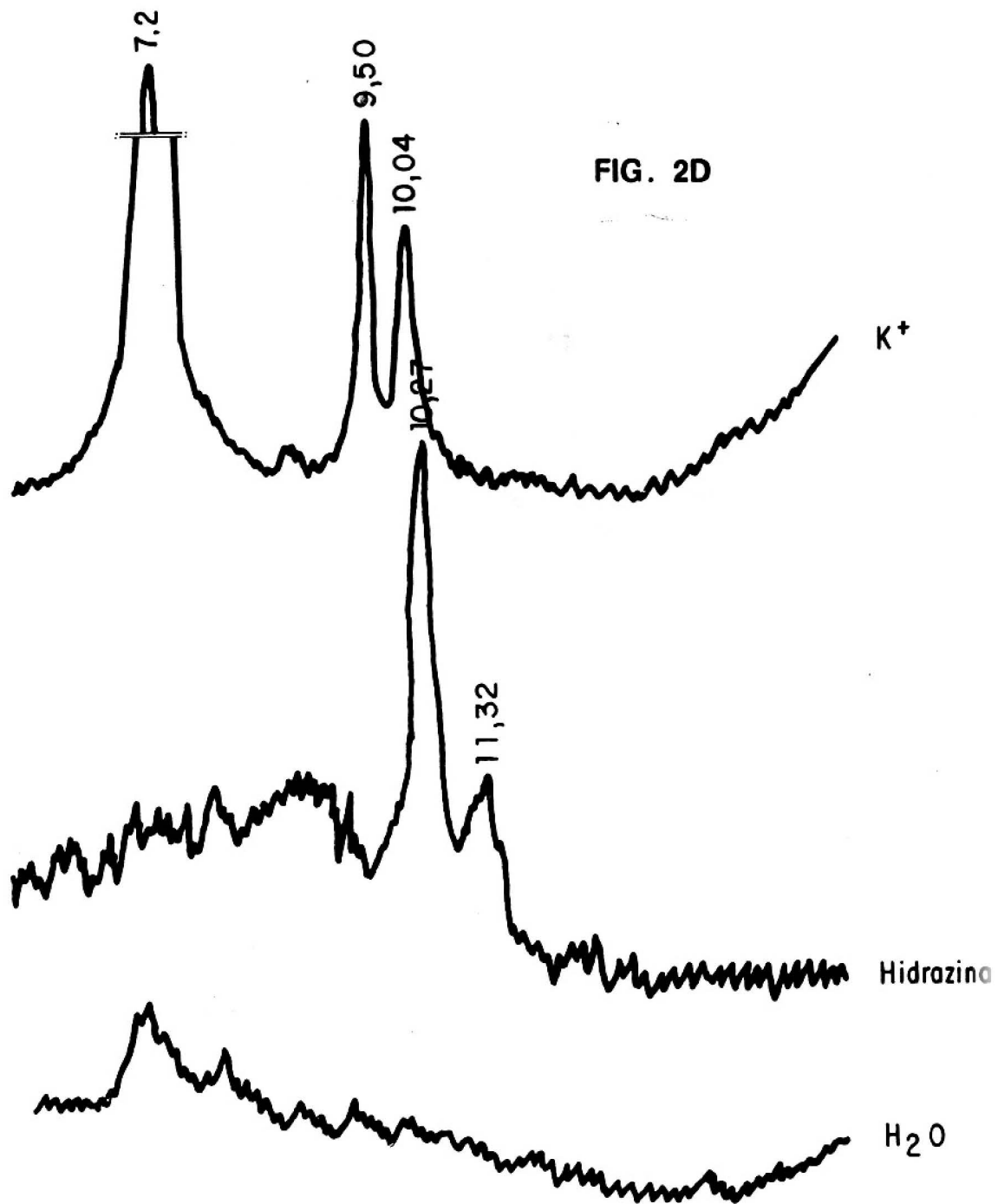


FIG. 2 — Difratôres de Raios X das caulinitas separadas dos Latossolos, após diferentes tratamentos (2A- Latossolo Amarelo — LA1; 2B — Latossolo Vermelho — Amarelo — LV2; 2C — Latossolo Vermelho — Amarelo — LV3 e 2D — Latossolo Vermelho — Escuro — LE4).







Nelas observam-se quatro tipos de comportamentos. No LA-1 e em menor proporção em LV-2 e LV-3, parte da difração de 7,2 Å não se desloca para ângulos menores após a intersalação (Fig. 2a, b, e c). Este comportamento é associado às caulinitas muito desordenadas, classificadas por Range et al. (1969), como tipo IV conforme está mostrado na Tabela 1.

**TABELA 1 — Reações da caulinita saturada com potássio frente ao tratamento com hidrazina, segundo Range et al. (1969).**

Tipo de caulinita	d(Å)							
	7,2	9,5	9,6	9,95	10,0	10,2	10,42	11,10
I	—————>							
	<-----							
II	—————>							
	<-----							
III	—————>							
	<-----							
IV	—————>							
	<-----							
haloisita	—————>							
	<-----							

Legenda: —————> deslocamento da difração 001 da caulinita, pela intersalação com hidrazina 85%; -----> deslocamento da difração 001 após a eliminação da hidrazina; -.-.-.-> deslocamento da difração 001 após a glicerolagem.

Um outro tipo de comportamento é evidenciado nessas mesmas amostras, pela leve reação do mineral com a hidrazina, conforme pode-se observar pelo deslocamento de parte da difração de 7,2 Å, para 7,89 Å, após a intersalação (Fig. 2a, b e c). Esta difração (7,98Å), não retorna à sua posição original nem pela eliminação da hidrazina, nem pela glicerolagem, o que não é previsto na classificação de Range et al. (1969). Esses autores, no entanto, acreditam que ocorra uma gradação entre os minerais mais bem ordenados e aqueles extremamente desordenados. Portanto, aqui associou-se esta fração da amostra a um tipo intermediário III/IV.

O terceiro tipo de reação é observado sobretudo no LE-4 (Fig. 2d), onde parte da difração original deslocou-se para  $10,27\text{\AA}$  após a intersalação com hidrazina e, após a eliminação desta, retorna à sua posição natural. Conforme mostra a Tabela 1, este mineral é do tipo I, mineral muito pouco desordenado.

O quarto tipo de reação observado é o deslocamento de parte da difração 001 do caulinita para  $11,32\text{\AA}$  após intersalação (Fig. 2b, c e d). Com a eliminação da hidrazina e glicerolagem há um deslocamento desta difração para  $8,11\text{\AA}$ . Este comportamento também não é previsto na classificação de Range et al. (1969) e, mesmo após minuciosas observações em microscópio eletrônico, não foi possível associá-lo a nenhum tipo de caulinita.

A presença das duas difrações de  $9,50\text{\AA}$  e  $10,04\text{\AA}$  na amostra LE-4 saturada com potássio (Fig. 2d), deve-se por certo à presença de mineral 2:1, que não interfere nos demais tratamentos devido à saturação com potássio. Sua presença só é notada nesse difratograma devido à boa orientação alcançada pela amostra.

Na Tabela 2 estão sumarizados os resultados obtidos nas caulinitas dos quatro latossolos.

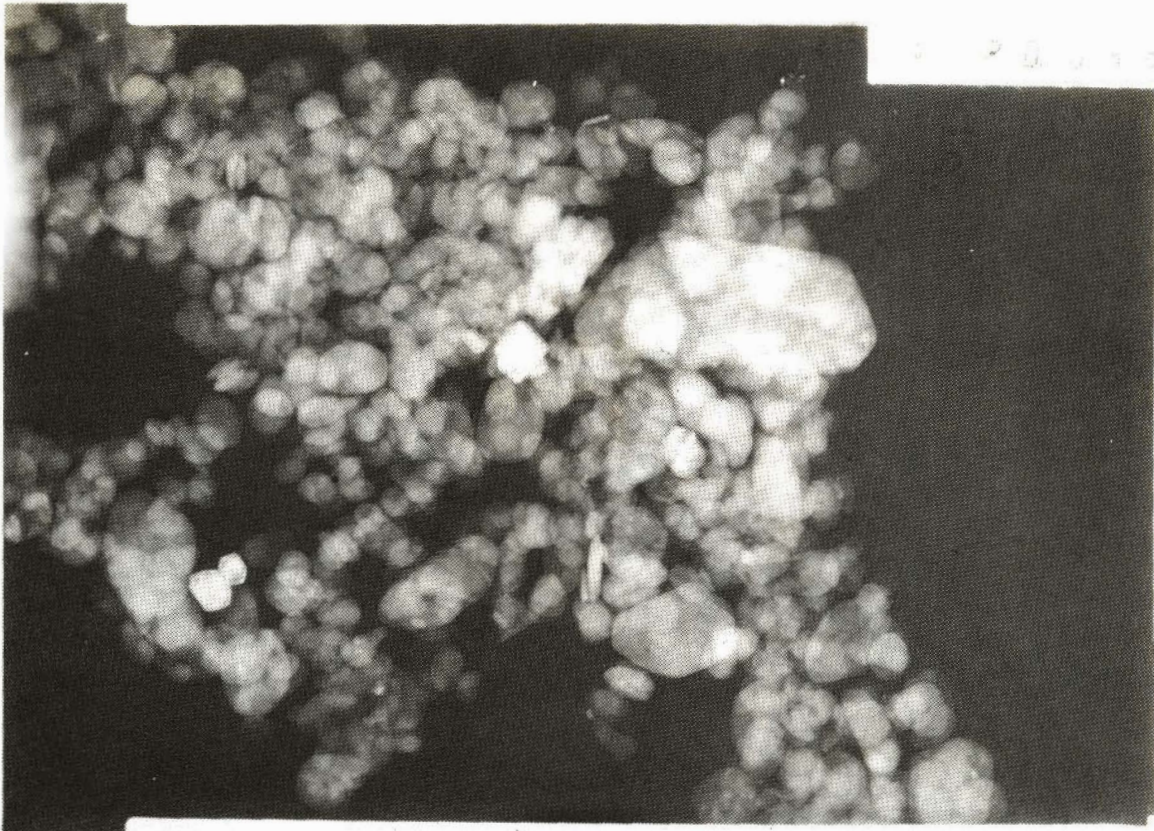
**TABELA 2 — Ocorrência de diferentes reações em caulinitas extraídas dos latossolos, frente ao tratamento com hidrazina.**

Amostra	Tipo de reação				
	I	II	III	III/IV	IV
LA - 1				+	++
LV - 2	++			+	++
LV - 3	++			+	++
LE - 4	++				

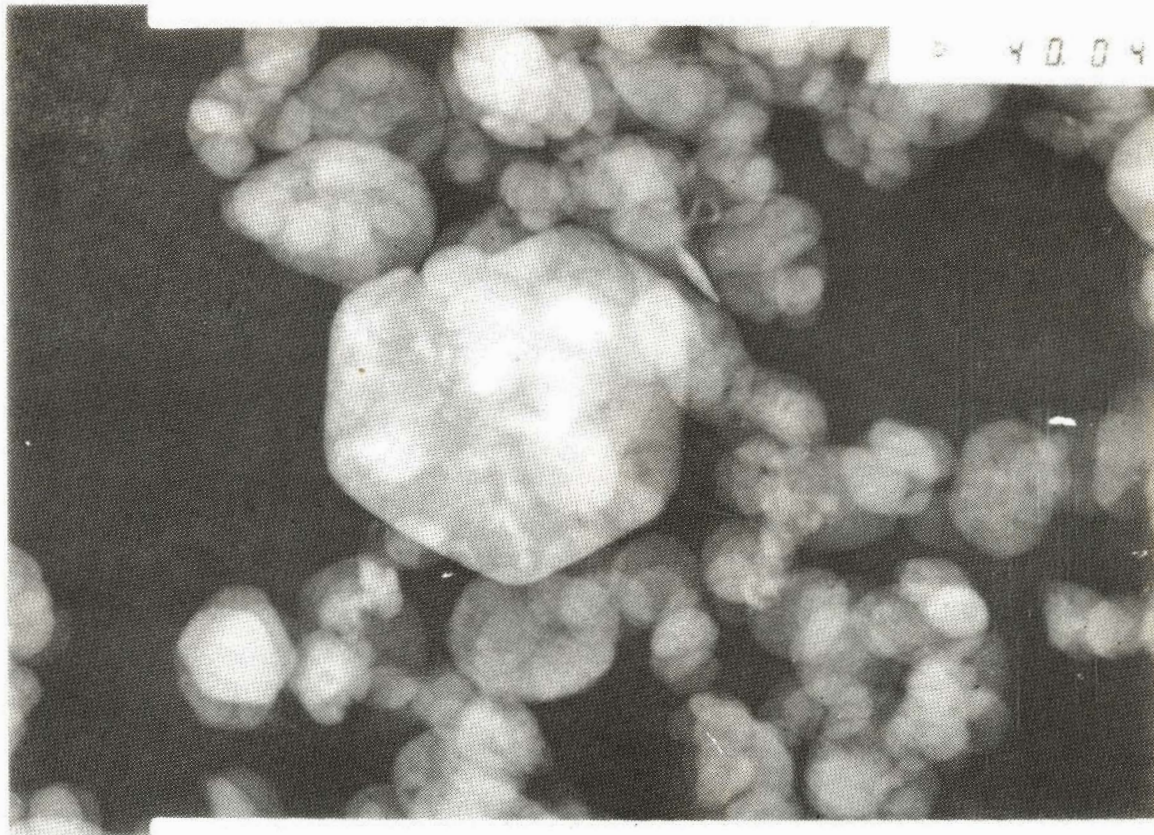
Legenda: ++ Maior componente.  
+ Presente.

Pode-se assim dizer que o mineral caulínítico presente na LA-1 é predominantemente do tipo IV, mineral com grande desordem cristalina; em LV-2 e LV-3 ocorre uma mistura de minerais tipo I, IV e III/IV, enquanto no LE-4 há predominância de mineral do tipo IV,





**FIG. 3a**



**FIG. 3b**

**FIG. 3** — Fotografias de microscópio eletrônico das caulinitas separadas dos Latossolos: LA1 (3a e 3b); LV2 (3c) e LE4 (3d).



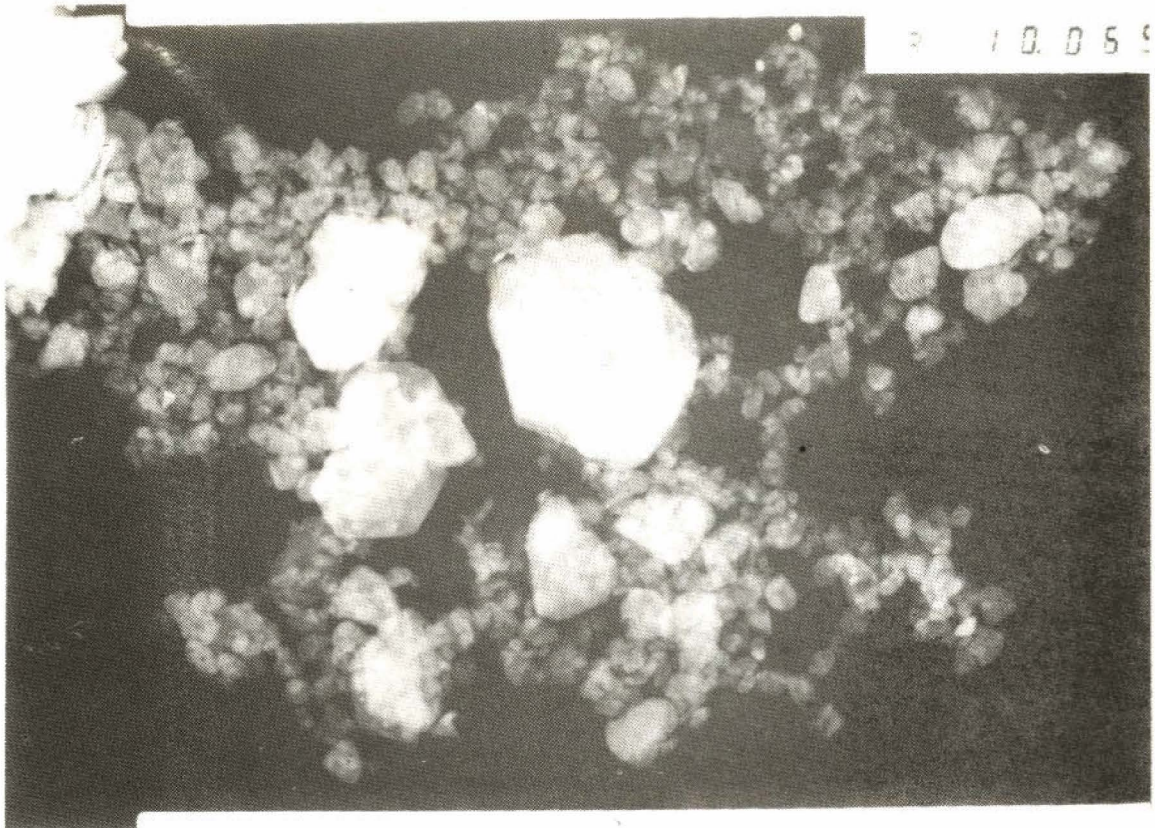


FIG. 3c

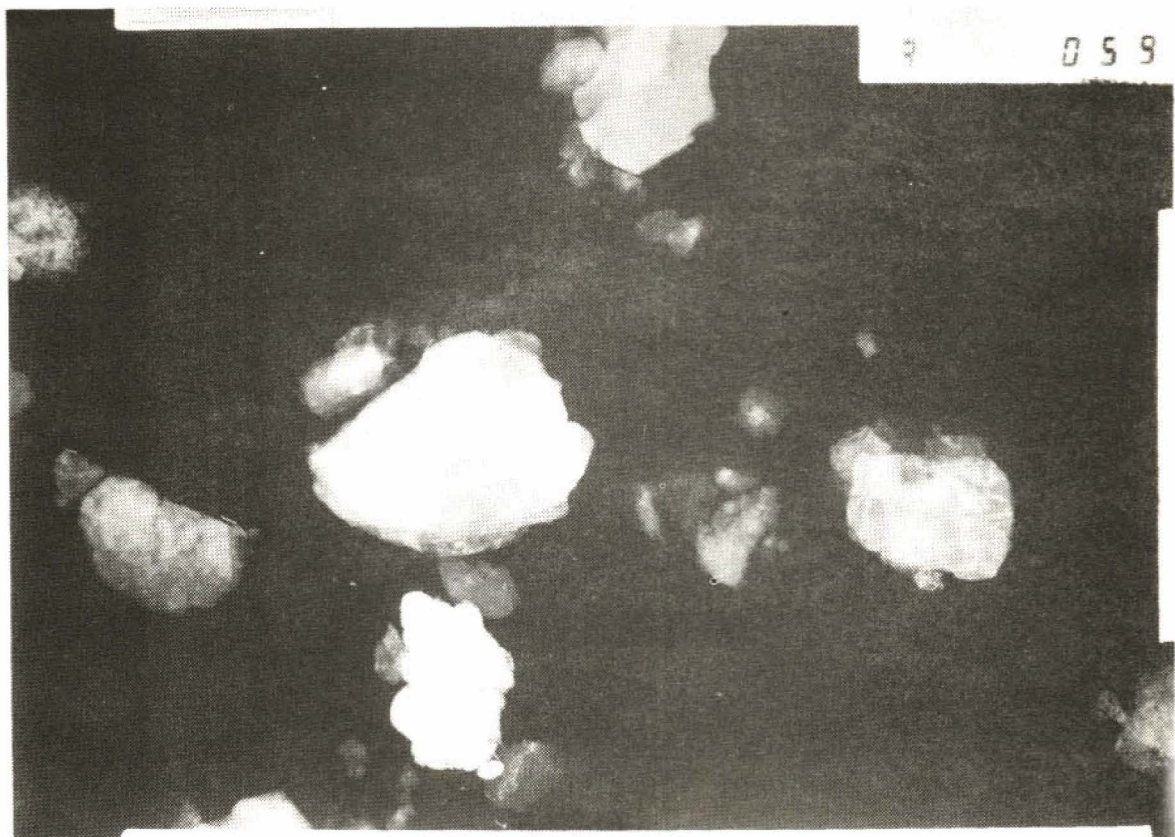


FIG. 3d

bem ordenado. Conseqüentemente, se levarmos em consideração a desordem da sede cristalina, há uma seqüência do tipo LA-1 > LV-2 ≈ LV-3 > LR-4 que é inversa aos teores de óxidos de ferro.

Alguns autores têm associado a desordem cristalina das caulinitas aos teores de óxidos de ferro presentes nos solos (Kitagawa & Möller 1980), mas aparentemente isto não é sempre válido pois, enquanto Möller & Klamt (1984) encontraram caulinita provavelmente tipo "fire clay" numa TE da região amazônica e caulinita morfologicamente imperfeita num PV, aqui se encontrou caulinita do tipo IV no LA-1, enquanto o LE-4 apresentou a predominância de mineral tipo I.

É preciso, no entanto, não confundir desordem interna de cristal com perfeição morfológica pois, surpreendentemente, quanto maior a desordem interna de cristal, por vezes mais perfeito morfologicamente ele se apresenta, embora de menor tamanho, conforme já haviam observado Range et al. (1969) e Jackson & Abdel-Kader (1978).

A Fig. 3a, b, c e d, evidencia este mesmo tipo de comportamento nas amostras analisadas.

Nelas podem-se observar os pequenos cristais de caulinita tipo IV extraída do LA-1 (Fig. 3a), alguns arredondados e outros com grande perfeição morfológica (Fig. 3b); já os minerais caulínicos extraídos do LV-2 apresentam como misturas de cristais pequenos e grandes (Fig. 3c), enquanto no LE-4 encontram-se cristais de caulinitas morfologicamente imperfeitos, mas de maior tamanho (Fig. 3d).

## CONCLUSÕES

Nos latossolos encontra-se uma mistura de caulinitas com diferentes cristalinidades, tendo-se observado predominância de mineral bem ordenado num Latossolo Vermelho-Escuro e mineral extremamente desordenado num Latossolo Amarelo.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- HATTORI, T.; YONEBAYASH, K. & KYUMA, K. Intercalation index eith hidrazine, morphology and surface microtopography of kaolinitic clays in the tropical asian soils. *Soil Sci. Plant Nutr.*, 25(3):425-36, 1979.

- HINCKLEY, D.H. Variability in "crystallinity" values among the kaolin deposits of the coastal plain of Georgia and South Carolina. In: NATIONAL CONFERENCE ON CLAYS AND CLAY MINERALS, 11, 1963. **Proceedings**. New York, Pergamon, 1963. p. 229-325.
- JACKSON, M. L. **Soil chemical analysis; advanced course**. Madison. University of Wisconsin. Department of Soils. 1956. 991p.
- JACKSON, M. L. Significance of kaolinite intersalation in clay mineral analysis. In: NATIONAL CONFERENCE ON CLAYS AND CLAY MINERALS, 9, 1962. **Proceedings**. New York, Pergamon, 1962. p.424-30.
- JACKSON, M. L. & ABDEL-KADER, F. H. Kaolinite intercalation procedure for all sizes and types with X-ray diffraction spacing destiative from other phyllosilicates. **Clays and Clay Miner.**, 26(2):81-7, 1978.
- KITAGAWA, Y. & MÖLLER, M.R.F. Kaolin minerals in the amazon soils. **Soil Sci. Plant Nutr.**, 26(2):255-69, 1980.
- MEHRA, O.P. & JACKSON, M.L. Iron oxide removal from soils clay by a dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. **Clays and Clay Miner.**, 7:317-27, 1959.
- MÖLLER, M.R.F. & KLAMT, E. **Sorção de fósforo por colóides inorgânicos extraídos de dois solos da Amazônia**. Belém, EMBRAPA-CPATU, 1984. (em fase de publicação).
- RANGE, K.J.; RANGE, A. & WEISS, A. Fire-clay type kaolinite or fire-clay mineral? experimental classification of kaolinite-halloysite minerals. In: INTERNATIONAL CLAY CONFERENCE, 4, 1969. **Proceedings**. New York, Pergamon, 1969. p.3-13.