

**QUANTIFICAÇÃO DE CAULINITA EM LATOSSOLO
POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X**



EMBRAPA
CENTRO DE PESQUISA AGROPECUÁRIA DO TRÓPICO ÚMIDO
Belém, Pará

MINISTRO DA AGRICULTURA

Ângelo Amaury Stabile

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 Junior	— Chefe Adjunto Técnico
José de Brito Lourenço Junior	— Chefe Adjunto Administrativo

**QUANTIFICAÇÃO DE CAULINITA EM LATOSSOLO POR DIFRAÇÃO
DE RAIOS-X**

Maria Regina Freire Möller

Quim. Ind. M.S. em Solos

Egon Klamt

Eng.º Agr.º Ph.D. em Solos - Prof. Adjunto da UFRS



EMBRAPA
CENTRO DE PESQUISA AGROPECUÁRIA DO TRÓPICO ÚMIDO
Belém, Pará

Centro de Pesquisa Agropecuária do Trópico Úmido
Trav. Dr. Enéas Pinheiro, s/n
Caixa Postal, 48
66000 — Belém, PA
Telex (091)1210

Möller, Maria Regina Freire

Quantificação de caulinita em Latossolo por difração de raios-X.
por Maria Regina Freire Möller e Egon Klamt. Belém, EMBRAPA-CPATU,
1982.

25p. ilustr. (EMBRAPA-CPATU). Boletim de Pesquisa, 39).

1. Solos — Métodos de análise. I. Klamt, Egon. II. Título.
III. Série.

CDD: 631.41

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	5
MATERIAL E MÉTODOS	7
Separação das frações e escolha dos padrões e diluente	7
Preparação das curvas de calibração	9
<i>Quantificação mineralógica</i>	9
RESULTADOS E DISCUSSÃO	10
Relação granulométrica e composição mineralógica	10
Escolha das frações padrões e do diluente para as curvas...	11
Obtenção das curvas de calibração	12
Quantificação mineralógica da fração	18
CONCLUSÕES	23
REFERÊNCIAS	24

QUANTIFICAÇÃO DE CAULINITA EM LATOSSOLO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

RESUMO : O método da soma de áreas de picos de difração e o da curva de calibração com padrão interno foram testados para a quantificação de caulinita por difratometria de raios-X, nos horizontes A₁ e B₂₂ de um Latossolo Amarelo (*typic haplorthox*). A curva de calibração foi obtida utilizando-se o NaF como padrão interno, a fração granulométrica < 0,2 μ calcinada como material amorfo e a caulinita padrão, separada do próprio solo. Os valores encontrados foram semelhantes para os dois métodos testados, mas a quantificação com a curva de calibração refletiu melhor a composição mineralógica da fração argila analisada.

INTRODUÇÃO

O avanço da ciência do solo tem exigido o aprimoramento das técnicas de quantificação dos minerais da fração coloidal dos solos, para melhor entendimento de processos genéticos, sobretudo aqueles onde estão envolvidas transformações mineralógicas, por estar sendo usado como parâmetro na classificação e na interpretação das propriedades físicas e químicas dos solos.

Na quantificação dos minerais coloidais do solo é comum o uso de três técnicas : a) os métodos químicos e físicos propostos por Alexiades & Jackson (1966); b) as análises termogravimétricas e termodiferenciais (Jackson, 1956 e Watanabe & Sugô, 1975); e c) a difração de raios-x (Jackson, 1956 e Brindley, 1972).

Os métodos de Alexiades & Jackson (1966) foram ajustados para minerais ideais. Quando aplicados aos minerais do solo, com diferentes reatividades e composições químicas, nem sempre se mostram adequados (Lindgreen, 1976 e Le Roux, 1973).

As análises termogravimétricas e termodiferenciais, devido à sobreposição dos efeitos térmicos e gravimétricos dos filossilicatos,

a menos que um só mineral desta espécie esteja presente na amostra, são adequadas apenas para a quantificação da gibbsita.

Na quantificação dos argilo-minerais por difratometria de raios-X, a área da difração máxima de um mineral cristalino é proporcional ao número de seus planos cristalográficos na amostra. Como esta área, depende também: a) da perfeição do cristal; b) do tamanho, modo de empilhamento, composição química e orientação do mineral; c) da presença de amorfos; d) das técnicas usadas para o preparo das lâminas; e e) dos pré-tratamentos a que são submetidas as amostras (Witting (1965), Cody & Thompson (1976) e Robert & Tessier (1974), novas técnicas têm sido introduzidas para controlar estas interferências.

A substituição das lâminas orientadas por lâminas em pó (Cody & Thompson, 1976) e o uso do padrão interno (Phillipe & White, 1950), visam evitar, respectivamente, as preferências de orientação dos cristais e as interferências dos diferentes coeficientes de absorção de massa dos minerais.

Entretanto, todas as variações devidas ao mineral do solo e aos pré-tratamentos, só são possíveis de eliminar, se for feita uma curva de calibração, com o mineral extraído do próprio solo que vai ser analisado (Brindley, 1972).

A separação de misturas de minerais padrões foi testada por Rodda (1952), Loughnan (1957) e Kittrick (1961) usando líquidos pesados. Minerais expansivos que mudam sua densidade no líquido e espécies com grande diferença de peso específico foram separados das misturas por esta técnica.

Gibbs (1967) desenvolveu um método para separar os minerais da fração argila de solos pouco desenvolvidos, partindo de uma pré-concentração mineralógica por fracionamento. Aparentemente a técnica de Gibbs não é válida para todos os solos pouco desenvolvidos porque Lindgreen (1976), usando-a, não obteve bons resultados.

O exaustivo trabalho para o uso restrito a que se destinam curvas deste tipo, tem desencorajado outros testes.

(¹) Parte da Dissertação de Mestrado em Agronomia (Setor Solos) Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS.

De um modo geral, todas estas metodologias de quantificação dos argilo-minerais foram desenvolvidas para solos pouco intemperizados, com composição mineralógica diversa dos solos bem intemperizados das regiões tropicais.

Como as espécies mineralógicas se concentram em determinados tamanhos de frações em função da resistência dos minerais ao intemperismo atuante (Jackson, 1956), testou-se neste trabalho a determinação da caulinita em um Latossolo Amarelo (**typic haplorthox**), com a elaboração de curvas de calibração deste mineral extraído do próprio solo.

Esta determinação foi também comparada com a quantificação desse mineral por difração de raios-X, pelo método da soma de áreas.

MATERIAL E MÉTODOS

As análises quantitativas foram feitas na argila dos horizontes A₁ e B₂₂ de um Latossolo Amarelo (**Typic haplorthox**), coletado no Estado do Acre, cuja composição granulométrica e características químicas e mineralógicas são apresentadas na Tabela 1.

Separação das frações e escolha dos padrões e diluente

A fração argila foi separada por sedimentação natural em água de sucessivas ressuspensões, após a remoção da matéria orgânica com H₂O₂ 10% (Jackson, 1956) e do material amorfo com oxalado de amônio pH 3,0 (Mc Keague & Day, 1966). A seguir, foi removido o ferro pelo citrato-ditionito-bicarbonato (Mehra & Jackson, 1959), e efetuado o fracionamento em centrífuga Internacional nº 2 para separar as frações de 2,0 μ — 1,5 μ ; 1,5 μ — 1,0 μ ; 1,0 μ — 0,5 μ ; 0,5 μ — 0,2 μ < 0,2 μ (Tanner & Jackson, 1947).

Estas frações foram saturadas com Mg⁺² e submetidas à difração de raios-X em lâminas orientadas, para a escolha dos padrões (frações com maior concentração de caulinita e menor de argilas 2 : 1) e do diluente (fração com menor teor de mineral 2 : 1).

A gibbsita foi determinada quantitativamente por análise térmica diferencial (Watanabe & Sugô, 1975), nas frações consideradas padrões e na argila do solo.

TABELA 1 — Composição granulométrica e propriedades químicas e mineralógicas do Latossolo Amarelo (typic haplorthox).

Horz.	Prof. (cm)	Distribuição de partículas (%)				C. org. %	pH (1:1)	
		Areia	Silte	Argila	Argila N.		H ₂ O	KCl
A ₁	0 - 17	44	20	36	12	1,37	3,6	3,3
B ₂₂	71 - 107	35	17	48	19	0,49	4,9	4,0
mE/100g		mE/100g				Ataque sulfúrico — 1,47 (%)		
Al± troc.		S	T	V				
				%				
							SiO ₂	Fe ₂ O ₃
3,20	0,30	8,60	3			12,25	1,73*	7,55
2,00	0,10	5,08	2			13,94	14,53	7,55
Composição mineralógica da argila								
Cau.	2 : 1	Gbb.	Ht.	Goe.	Qz.			
+†	+	+	+	+	+			
+†	+	+	+	+	+			

Legenda : Cau — caulinita; 2 : 1 — filossilicatos 2 : 1 e/ou 2 : 2;

Gbb — gibbsita; Ht — hematita; Goe — goethita;

Qz — quartzo.

++ — dominante.

+ — presente.

* — valor provavelmente subestimado.

Nestas determinações, foi utilizado o derivatógrafo F. Paulik J. Paulik e L. Erdey, com 1.000 mg de amostra e padrão, sensibilidade de 1/5 TA, velocidade de aquecimento de 5,1°C/min., em atmosfera normal.

Preparação das curvas de calibração

Para os pontos das curvas de calibração da caulinita por difração de raios-X, foram misturados o padrão interno (NaF) a caulinita padrão separada do solo e o diluente amorfo (fração $< 0,2\mu$ do horizonte A₁ calcinada por duas horas a 575°C), nas seguintes proporções: 20% de NaF; 10%, 20%, 40%, 60% e 80% de caulinita padrão e o restante de diluente.

As misturas de cada ponto da curva foram passadas três vezes em peneira com malha de 270 mesh, para homogeneizar o material, e, depois, montadas em lâminas de pó. Estas sofreram difrações em aparelho Phillips Narelco, com radiações Co-K α , filtro de ferro; variação do ângulo 2θ de 1/2 °/min., sistema de fendas do goniômetro: DS 1°; RS 0,2 mm; SS 1°; 400 cps; velocidade do papel de 20 mm/min.; corrente do tubo de cobalto de 40 KV de 30 mA.

As relações entre as áreas da difração máxima da caulinita e do padrão interno (7,09Å/2,30Å) representam a média das difrações de três lâminas que foram planimetradas em cinco repetições.

Quantificação mineralógica

Amostras de argila, após a remoção de amorfos pelo oxalato de amônio (Mc Keague & Day, 1966) e de óxidos de ferro pelo citrato-ditionito-bicarbonato (Mehra & Jackson, 1959), foram usadas para a quantificação de gibbsita por análise térmica diferencial (Watanabe & Sugô, 1975) e da caulina por difração de raios-X.

Nos extratos oxalato, foram determinados o Fe⁺³ e o Al⁺³, respectivamente, pela ortofenantrolina e aluminon e, nos extratos citrato-ditionito-bicarbonato, o Si⁺⁴, Fe⁺³, Al⁺³, por espectrofotometria de absorção atômica.

A quantificação da caulinita foi feita pelos métodos da curva de calibração com padrão interno e soma de áreas. No primeiro método, comparou-se a relação da área média do pico de difração da caulinita e do padrão interno (adicionado em igual proporção que na cur-

va de calibração), com a mesma relação da curva de calibração obtida anteriormente. No outro método, somaram-se as áreas dos picos de difração da caulinita ($7,09\text{\AA}$) e dos minerais 2 : 1 ($\approx 14\text{\AA}$), considerando-se o somatório igual a 100 e calculou-se a contribuição percentual de cada mineral.

Foram descontados, nos dois métodos, os teores de gibbsita, óxidos extraídos pelo citrato-ditionito-bicarbonato e oxalato, quantificados anteriormente.

As condições de obtenção dos difratogramas foram semelhantes às utilizadas na elaboração das curvas, variando-se a velocidade do ângulo 2θ para $2^\circ/\text{min}$ e a do papel para $10\text{ mm}/\text{min}$.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Relação granulométrica e composição mineralógica

O mineral predominante nas frações $2,0\mu$ — $1,5\mu$; $1,5\mu$ — $1,0\mu$; $1,0\mu$ — $0,5\mu$; $0,5\mu$ — $0,2\mu$ e $< 0,2\mu$ dos horizontes A_1 e B_{22} do Latossolo estudado, conforme mostra a Fig. 1, é a caulinita ($7,09\text{\AA}$ e $3,57\text{\AA}$). Além da caulinita, ocorrem argilominerais 2:1 ($9,88\text{\AA}$ e $4,78\text{\AA}$) e quartzo ($4,21\text{\AA}$ e $3,29\text{\AA}$), principalmente nas frações mais grosseiras de argila ($> 1,0\mu$).

A difração da gibbsita ($4,78\text{\AA}$), apesar de parcialmente mascarada pela sobreposição das difrações secundárias dos minerais 2:1, apresenta maior intensidade nas frações de menor diâmetro, ao contrário da difração $9,88\text{\AA}$, indicando que a gibbsita está concentrada nas frações de menor diâmetro da argila.

Os minerais menos resistentes ao intemperismo degradam-se mais rapidamente quando é reduzido o diâmetro das partículas (Jackson et al. 1948), o que explica a presença de minerais de argila 2 : 1 nas frações mais grosseiras. Já a caulinita e a gibbsita são minerais em equilíbrio no processo de latolização e, por conseguinte, são mais estáveis na fração fina.

É possível que a relação composição mineralógica x tamanho de partículas, observada neste solo, seja comum aos Latossolos. Em solos menos intemperizados, o comportamento é diferente, pois,

nas frações mais finas, ocorre principalmente a montmorilonita (Gibbs, 1967 e Lindgreen, 1976).

Escolha das frações padrões e do diluente para as curvas

As frações dos intervalos granulométricos de $1,0\mu$ — $2,0\mu$ e $< 0,2\mu$, respectivamente, dos horizontes A_1 e B_{22} (Figura 1) foram selecionadas como padrão de caulinita do solo, por apresentarem o menor teor de gibbsita, entre aquelas frações com menores teores de minerais 2 : 1.

Teve-se a preocupação, nessa escolha, em manter um baixo nível de mineral 2 : 1 nos padrões, dada a dificuldade de quantificá-los, sobretudo quando se trata de misturas de minerais (Jackson, 1956, Brindley 1972 e Lingreen 1972). A gibbsita, embora também seja um contaminante nos padrões de caulinita, por ser facilmente quantificável por análise térmica diferencial (Jackson 1956 e Watanabe & Sugô 1975), pode ter seu valor descontado do padrão, no cálculo das curvas de calibração.

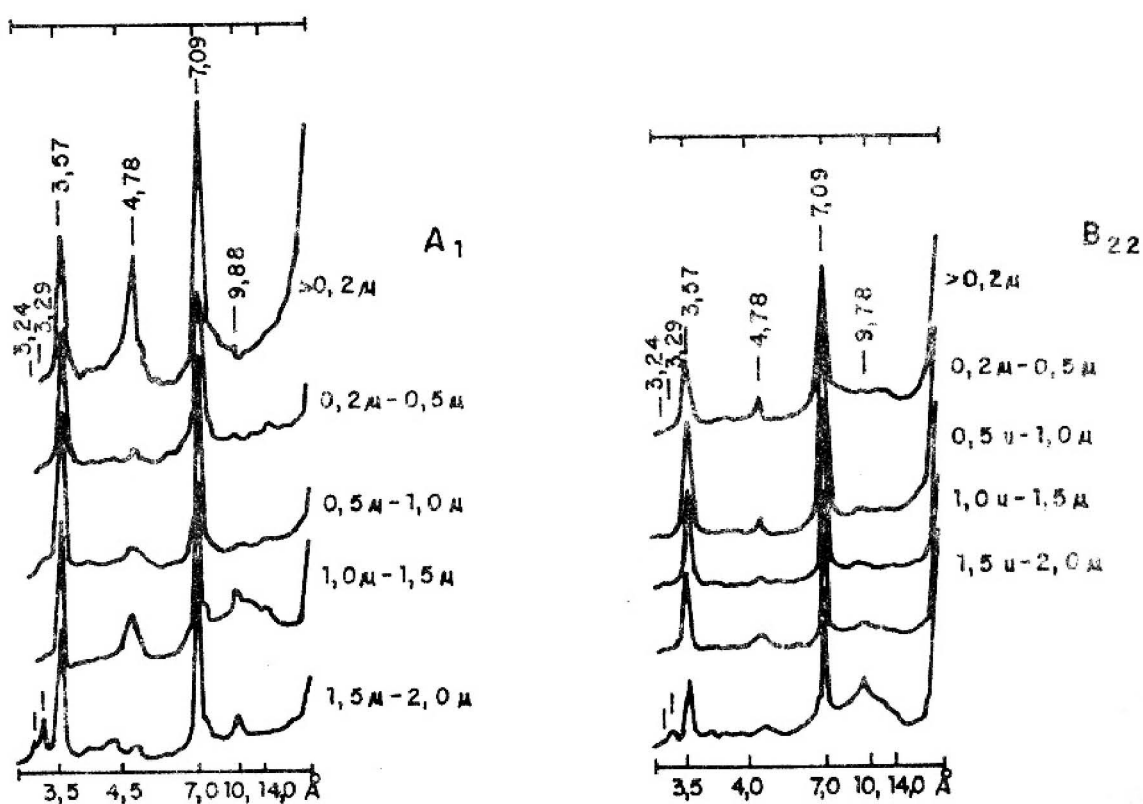


Fig. 1 — Difractogramas de raios-X, em lâminas orientadas, das frações granulométricas da argila dos horizontes A_1 e B_{22} do Latossolo Amarelo.

O padrão de caulinita separado de ambos os horizontes desse solo tem cerca de 2% de gibbsita (quantificação feita por análise térmica diferencial, Fig. 2) e traços de argilo minerais 2:1 ($\approx 13,69A$). Apesar de serem necessárias análises mais minuciosas, para caracterizar melhor a concentração mineralógica obtida, aparentemente a caulinita separada do solo tem pureza satisfatória se considerarmos que a caulinita de Cornwall, Inglaterra, vendida como padrão pela Ward's Natural Science Establishment, USA, tem 18% de impurezas (Pombo 1978) e a caulinita padrão separada do solo por Gibbs tem 10% (Gibbs 1967).

Além disso, esta caulinita padrão separada do solo, sofreu os mesmos pré-tratamentos que a amostra e é química e cristalograficamente igual ao mineral que será quantificado no solo.

Como diluente para preparar as curvas padrão de caulinita, utilizou-se a fração $< 0,2\mu$ do horizonte A_1 (subfração mais abundante da fração argila), para manter um coeficiente de absorção de massa próximo ao da argila e evitar os erros provocados pelos diferentes tamanhos de partículas. A fração escolhida também tem pouca contaminação de argilominerais 2 : 1 que podem, com a calcinação, interferir na região de quantificação da caulinita.

Obtenção das curvas de calibração

Os difratogramas (Fig. 3) da mistura de doses crescentes de caulinita com o padrão interno NaF, usado por Phillippe & White (1950) e Pombo (1978), ilustram a obtenção das curvas de calibração deste mineral, extraído do solo em estudo. Neles, a difração de $\approx 11\text{Å}$ se deve à presença de minerais 2 : 1 na fração usada com o diluente e no padrão.

A curva ilustrada na Fig. 2 foi obtida com o ângulo 2θ , variando de $2^\circ/\text{min}$. Nessas condições, é difícil medir com precisão a área da caulinita nos pontos de baixa concentração, Gibbs (1967) recomenda a velocidade de $1/8^\circ/\text{min}$, para uma precisão de análise ao nível de 5%, mas a grande intensidade resultante para o padrão interno utilizado impediu o uso de velocidade menor que $1/2^\circ/\text{min}$. Esta velocidade, conforme mostram as Fig. 4 e 5, permitiu a intensificação dos picos de caulinita. A boa homogeneização das misturas dos pontos das curvas é responsável pela pequena variação observada entre as repetições, Fig. 4, 5 e Tabela 2.

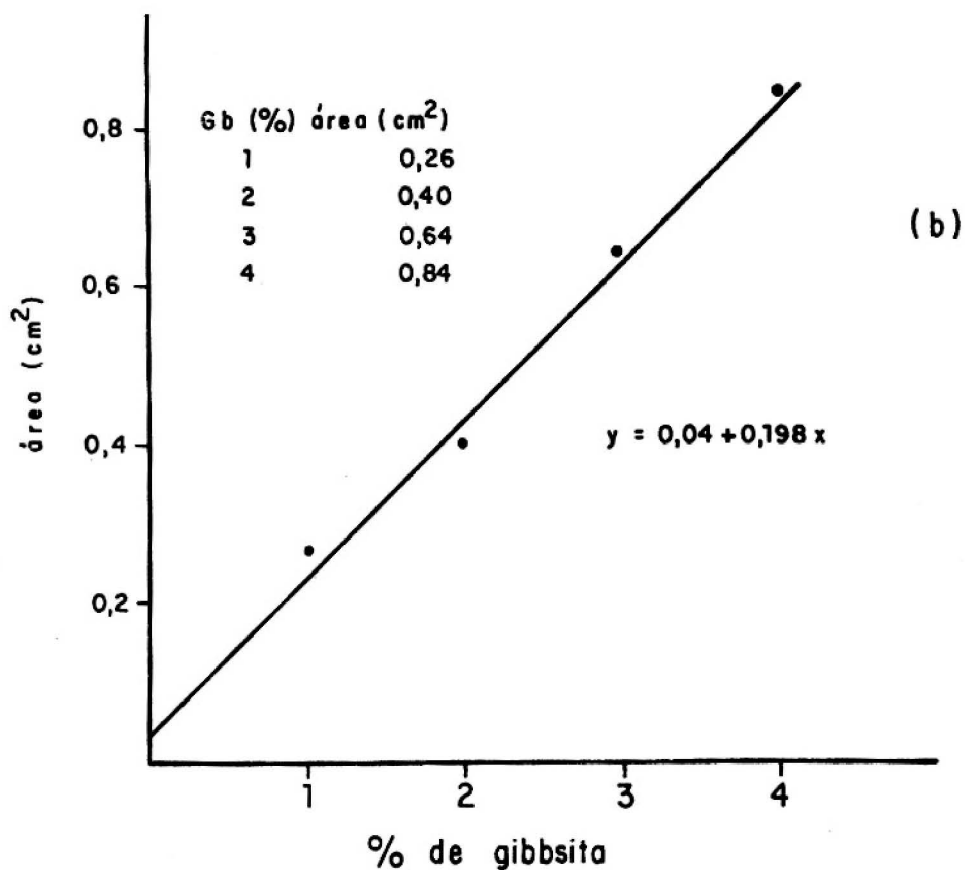
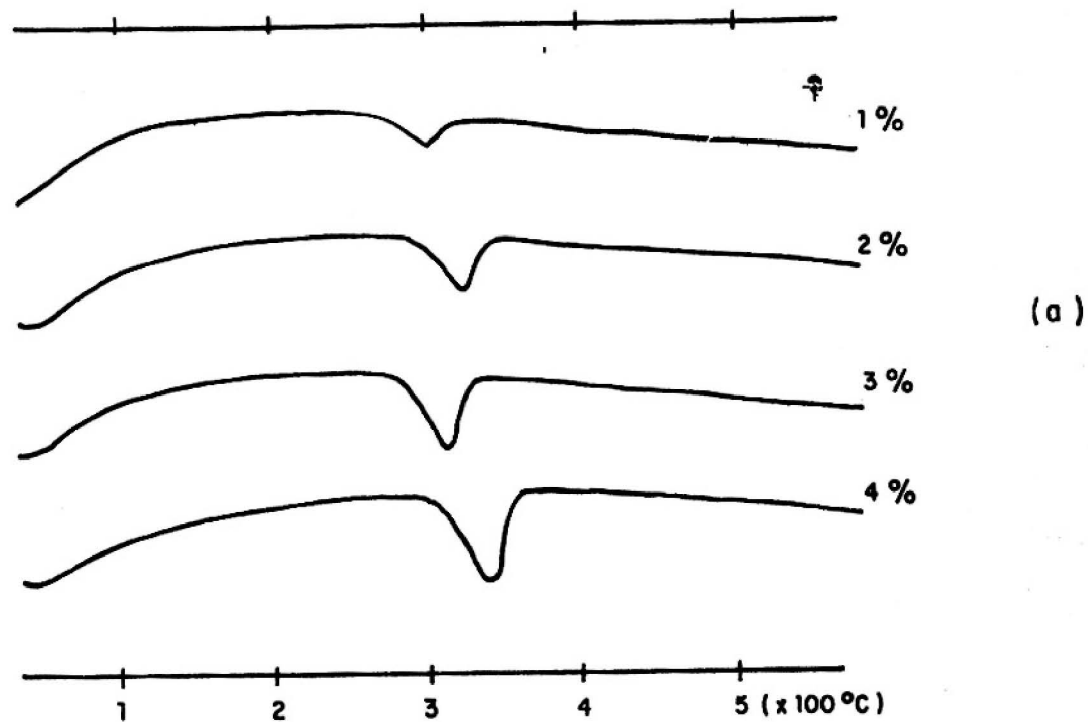


Fig. 2 — Curva de calibração da gibbsita por análise térmica diferencial: (a) derivatogramas; (b) curva de calibração.

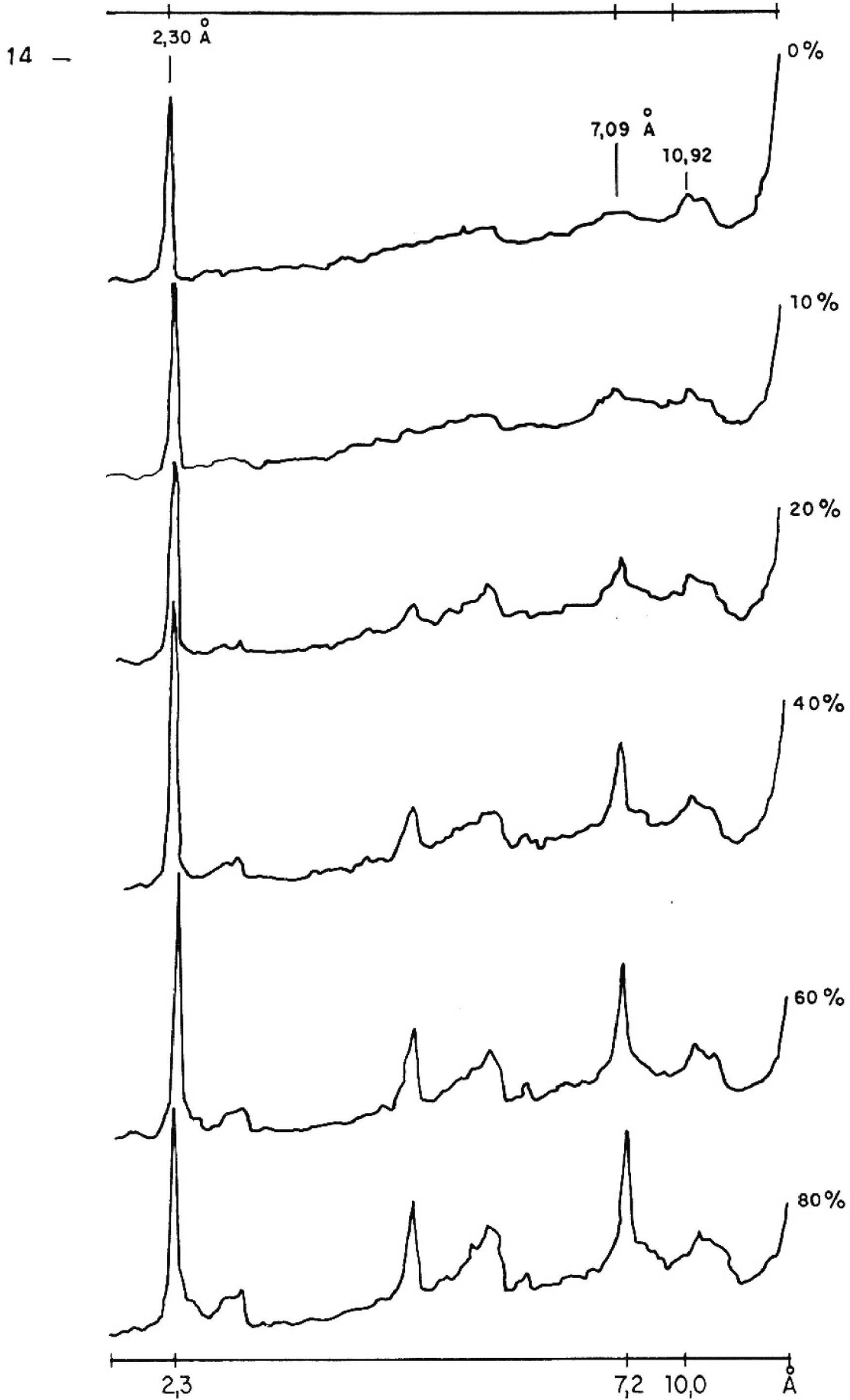


Fig. 3 — Difrátogramas de raios-X, em lâminas de pó, dos pontos da curva do padrão de caulinita separado da fração argila do horizonte A₁ do Latossolo Amarelo com variação do ângulo 2θ de 2°/min.

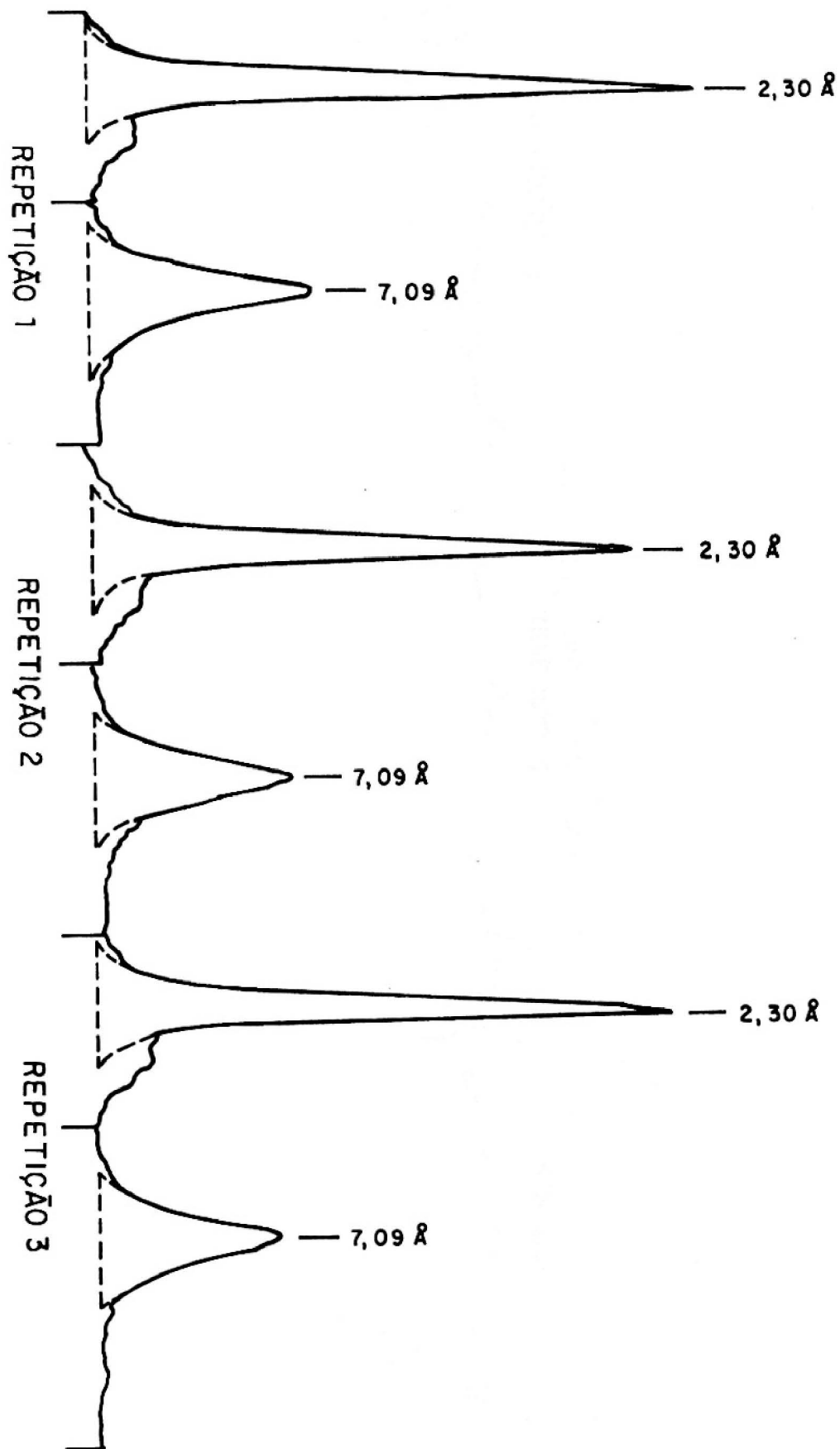


Fig. 4 — Difratomogramas de raios-X, em lâminas de pó do ponto 80% da curva da caulinita separada da argila do horizonte B₂₂ onde houve a maior variação de áreas.

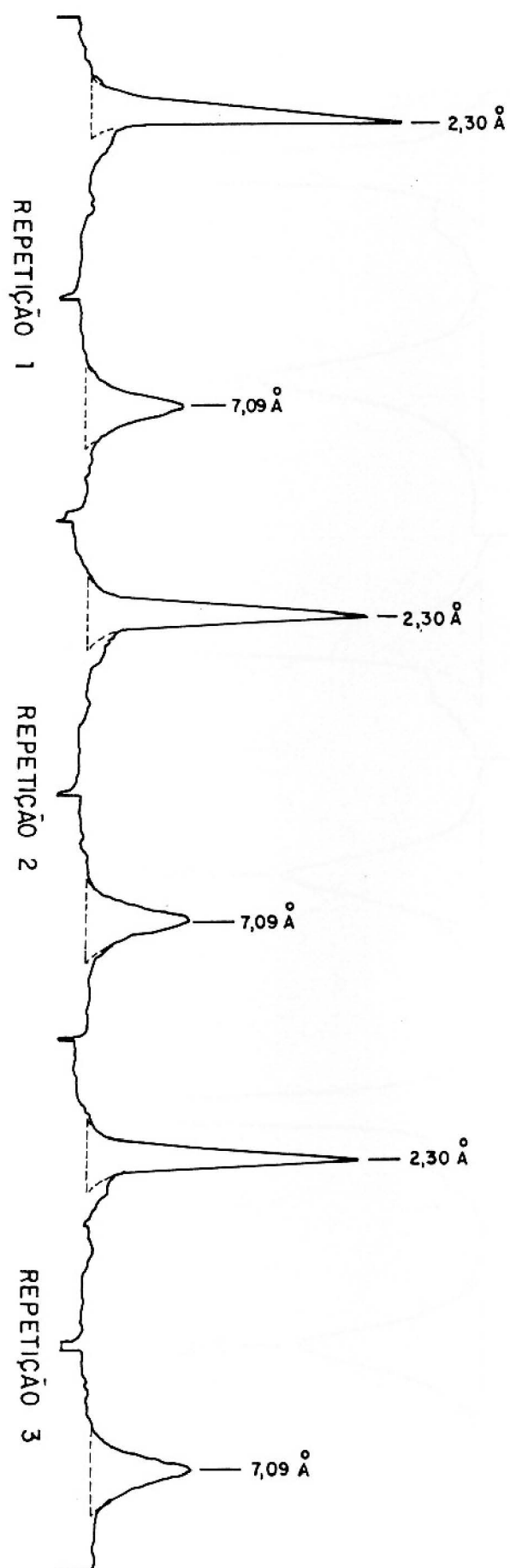


Fig. 5 — Difractogramas de raios-X, em lâminas de pó, do ponto 60% da curva da caulinita separada da argila do horizonte A_1 , onde houve a menor variação de áreas.

TABELA 2 — Dados da curva de calibração para a caulinita do horizonte A₁, com 20% de NaF.

Caulinita adicionada *	9,8	19,6	39,2	58,8	78,6										
Área do pico 7,09Å (cm ²)	1,86	1,44	2,30	4,38	3,90	4,80	10,26	8,52	7,34	14,71	14,88	14,26	21,40	22,62	18,72
Área do pico 2,30Å (cm ²)	24,16	19,60	21,48	19,44	26,68	21,10	24,64	22,22	23,56	26,20	27,52	27,64	23,32	28,84	24,38
Área média 7,09Å/2,30Å	0,09	0,19	0,37	0,54	0,82										

Dados da curva de calibração para a caulinita do horizonte B₂₂, com 20% de NaF.

Caulinita adicionada *	9,8	19,6	39,2	58,8	78,6										
Área do pico 7,09Å (cm ²)	2,91	3,86	3,14	5,68	6,14	6,36	10,20	10,46	11,78	16,52	16,28	18,26	20,08	21,74	26,40
Área do pico 2,30Å (cm ²)	26,90	33,24	30,98	30,08	27,32	29,98	31,10	24,38	27,40	35,34	33,68	—	39,23	36,00	35,92
Área média 7,09Å/2,30Å	0,11	0,21	0,39	0,49	0,61										

* Descontados 2% da gibbsita.

Na Fig. 6, são apresentadas as curvas de calibração da caulinita padrão dos horizontes A₁ e B₂₂ do solo em mistura com o padrão NaF. As duas retas apresentam alta correlação, mas diferem fundamentalmente nas inclinações, devido aos diferentes tamanhos de partículas dos padrões de caulinita utilizados, pois, conforme mostra Gibbs (1967), quanto menor o diâmetro das partículas, menor a inclinação da reta.

Na Fig. 2, é mostrada a curva de calibração de gibbsita por análise térmica diferencial.

Quantificação mineralógica da fração

Na Tabela 3, são apresentados os resultados das quantificações da composição mineralógica da fração argila dos horizontes A₁ e B₂₂ do Latossolo Amarelo, pelos dois métodos usados.

TABELA 3 — Composição mineralógica da argila do Latossolo Amarelo typic haplorthox.

Mineral/horizonte	(%)			
	A ₁	B ₂₂	A ₁	B ₂₂
	(a)		(b)	
Caulinita	72	73	72	69
2 : 1	13	12	13	17
Gibbsita	4	4	4	4
Fe ₂ O ₃ + Al ₂ O ₃ + SiO ₂ (CDB)	11,2	10,1	11,2	10,1
Fe ₂ O ₃ + Al ₂ O ₃ (oxalato)	0,2	0,4	0,2	0,4
Total	100,0	99,5	100,4	100,5

Legenda: (a) caulinita e minerais 2:1 determinados por soma de áreas e a gibbsita por ATD.

(b) caulinita determinada pela curva de calibração, gibbsita por ATD e os minerais 2:1 obtidos por diferença do somatório dos minerais determinados, em relação a 100%.

No método da curva de calibração comparou-se a relação das áreas médias dos picos de 7,09Å e 2,30Å com a curva obtida com o padrão separado do horizonte B₂₂, que representa melhor a granulometria da argila do solo estudado.

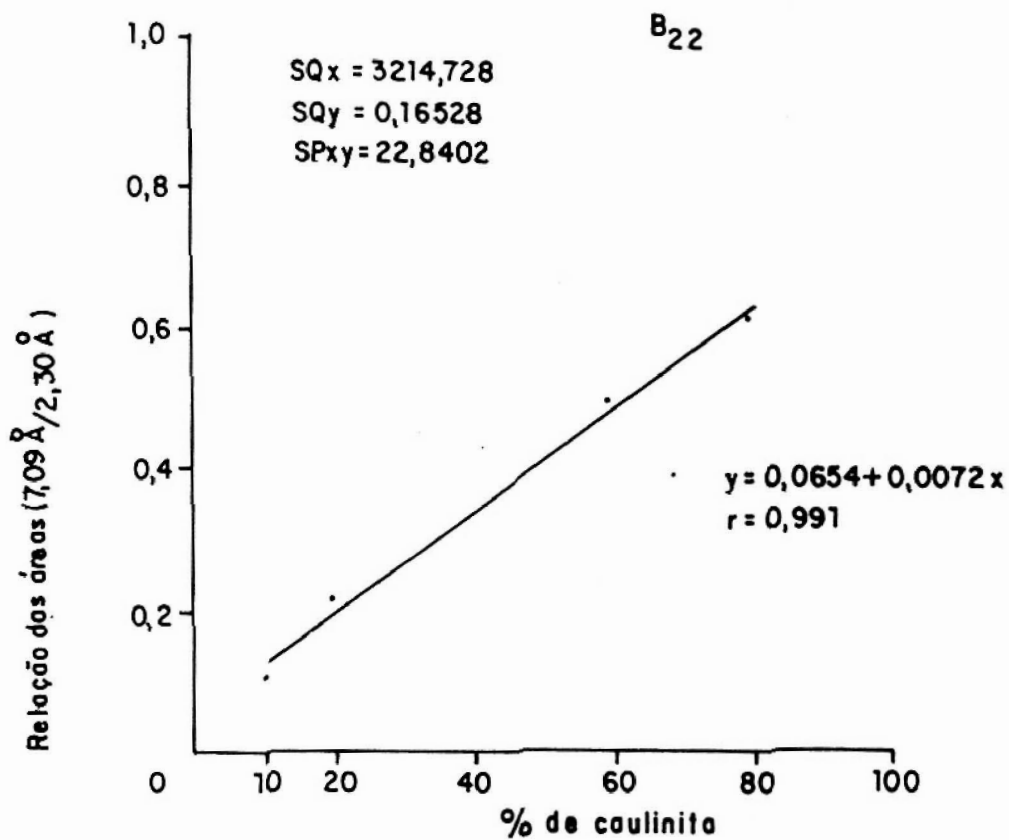
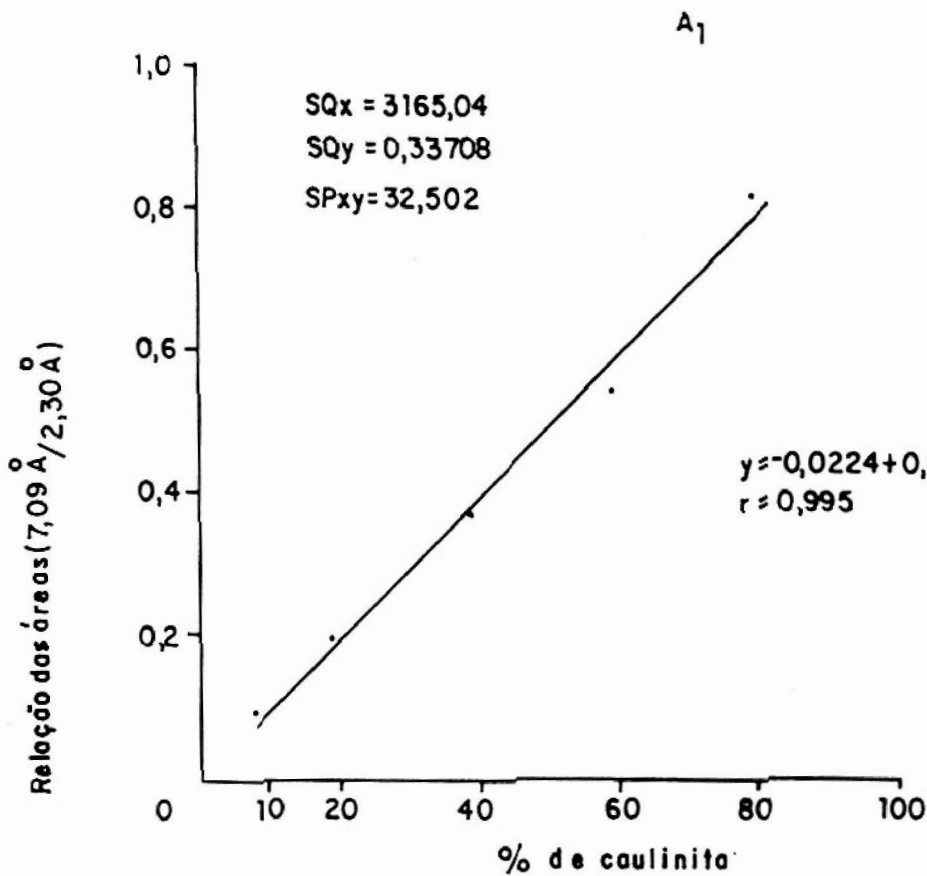


Fig. 6 — Curvas de calibração da caulinita separada das argilas dos horizontes A₁ e B₂₂ do Latossolo Amarelo.

A percentagem de caulinita no solo, obtida pelos dois métodos testados, é semelhante.

Para a gibbsita (Fig. 7), obtiveram-se teores iguais nos dois horizontes estudados.

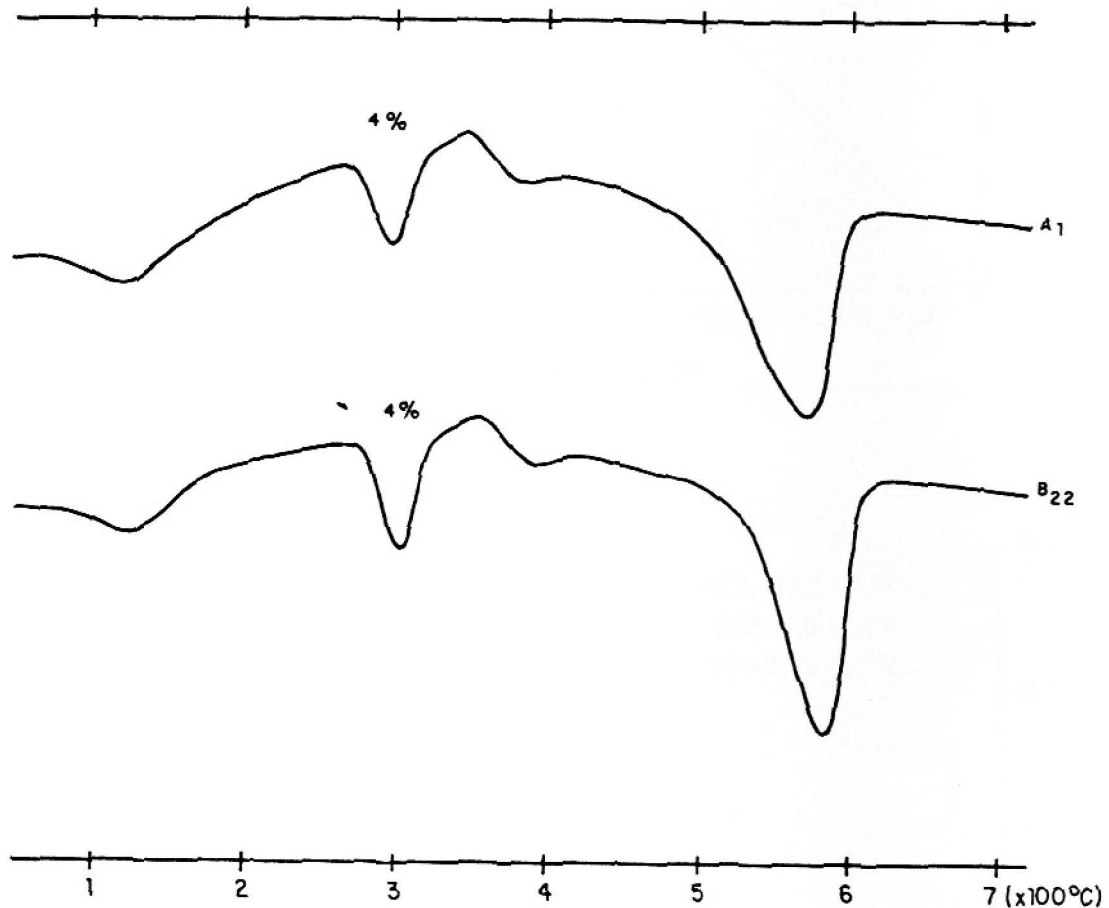


Fig. 7 — Derivatogramas dos horizontes A_1 e B_{22} do Latosso Amarelo.

Embora a incerteza das medidas das difrações associadas aos argilominerais 2 : 1, conforme mostra a (Fig. 8), seja maior que a do padrão interno (Fig. 9), devido à dificuldade de delimitar a área destes; a variação das áreas nas repetições (Tabela 4) é semelhante para os dois métodos testados. Provavelmente a eliminação dos amorfos, óxidos de ferro e a quantificação em separado de gibbsita, que seriam as maiores causas de erro no método da soma das áreas, tenham contribuído para este resultado.

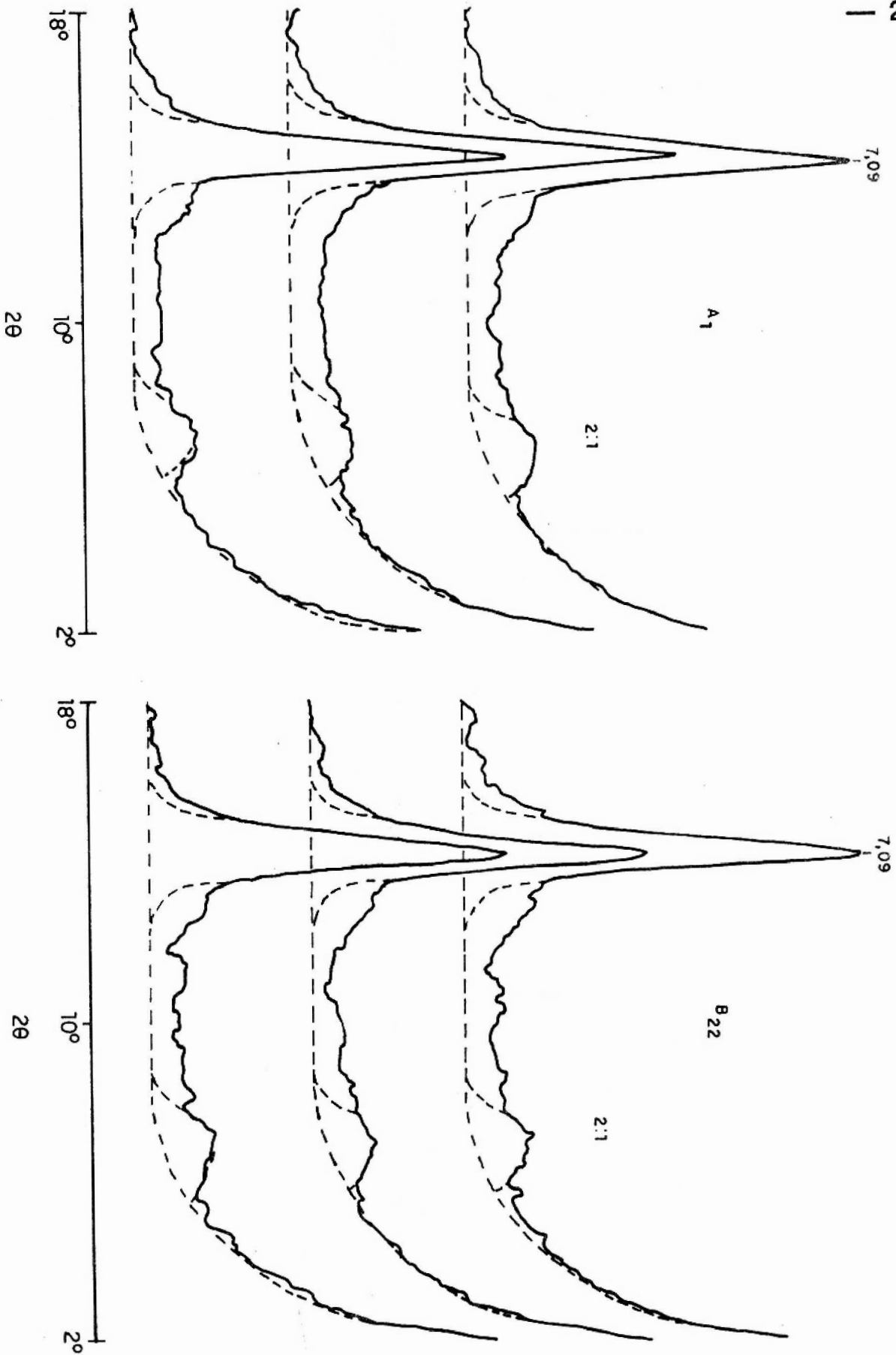


Fig. 8 — Difratomogramas de raios-X, em lâminas de pó, da argila dos horizontes A₁ e B₂₂ do Latossolo Amarelo.

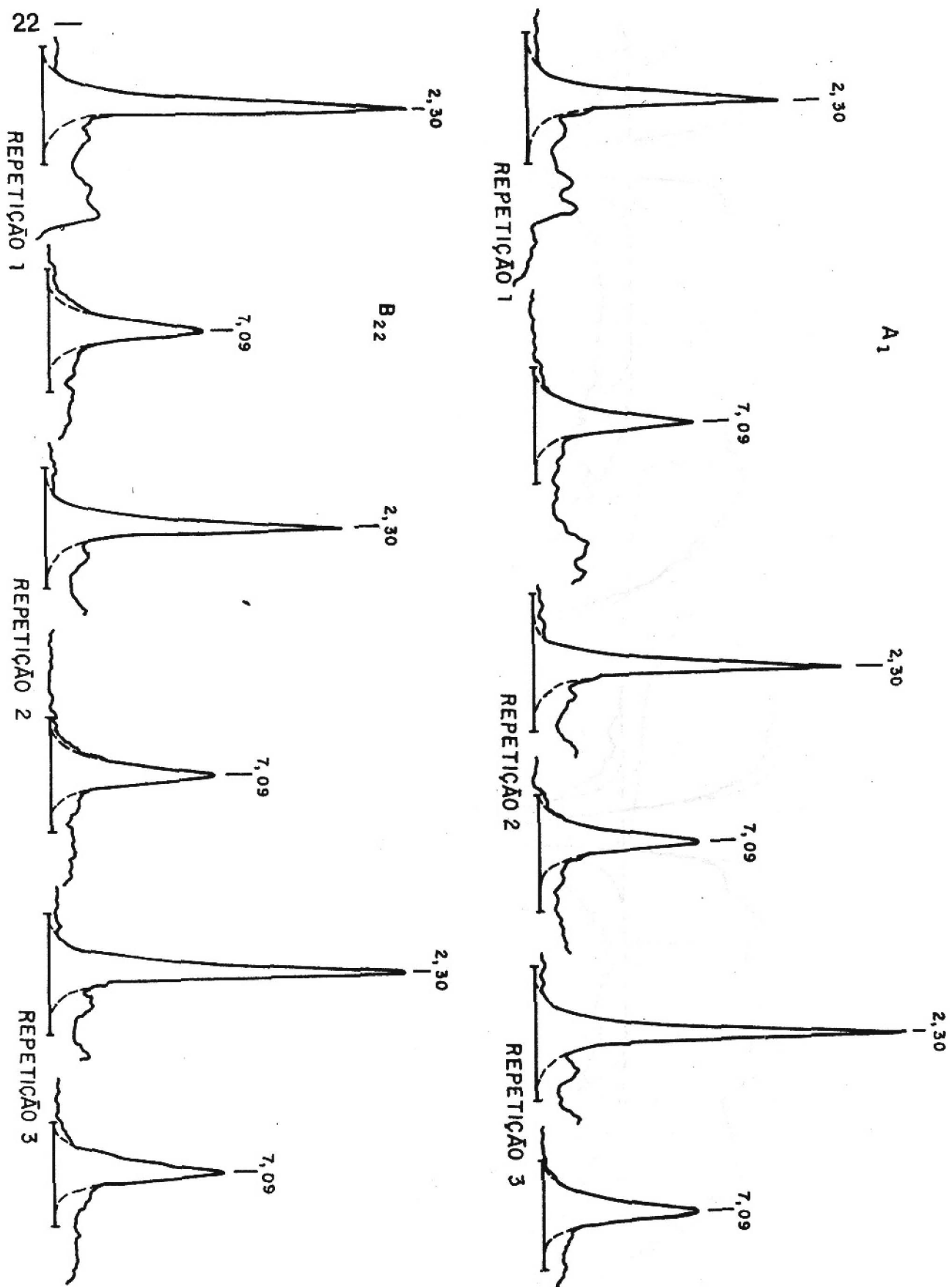


Fig. 9 — Difratogramas de caulinita (7,09 Å) da argila dos horizontes A₁ e B₂₂ do Latossolo Amarelo e do padrão interno (2,30 Å) adicionado.

TABELA 4 — Dados da quantificação da caulinita na fração argila após remoção de amorfos e óxidos de ferro.

Soma de áreas *		A ₁			B ₂₂		
Áreas das difrações	7,09 Å (cm ²)	8,40	8,76	9,32	8,42	8,80	9,40
Áreas das difrações	≈ 14 Å (cm ²)	1,56	1,74	1,44	1,42	1,66	1,28
Média das áreas	7,09 Å (cm ²)	8,83			8,87		
Média das áreas	≈ 14 Å (cm ²)	1,58			1,45		
% caulinita		85			86		
% 2 : 1		15			14		
Curva de calibração		A ₁			B ₂₂		
Áreas das difrações	7,09 Å (cm ²)	6,24	6,44	6,82	6,38	6,72	6,80
Áreas das difrações	2,39 Å (cm ²)	8,22	10,80	10,82	10,58	9,88	11,38
Relação média	7,09 Å/2,30 Å	0,65			0,62		
% de caulinita		81			77		

* Dos valores tomados, não foi descontada a gibbsita.

A quantificação da comparação mineralógica da fração argila pelo método da curva padrão em que o horizonte A₁ apresenta concentração maior de caulinita e menor de argilominaerais 2 : 1 que o horizonte B₂₂, parece refletir melhor a composição mineralógica destes horizontes expressa nos difratogramas das diferentes subfrações da fração argila, conforme mostrado na Fig. 1.

CONCLUSÕES

a) O fracionamento permitiu a separação de padrões de caulinita da fração argila do solo, com pureza aceitável.

b) As curvas de calibração obtidas por difração de raios-X, com os padrões de caulinita e material amorfo separados do solo em

mistura com o padrão interno NaF, apresentaram alta correlação, embora com inclinações diferentes associadas aos tamanhos de partículas.

c) Nos testes de quantificação da caulinita na fração argila do Latossolo Amarelo estudado, o método da curva de calibração com padrões extraídos da própria argila parece refletir melhor a concentração deste mineral nesta fração do solo.

d) A quantificação em separado da gibbsita, associada à extração e quantificação dos amorfos e óxidos livres de ferro, deve ter contribuído para a não-observância de variações maiores nos resultados obtidos nos métodos testados.

MÖLLER, M.R.F. & KLAMT, E. **Quantificação de caulinita em Latossolo por difração de raios-X.** Belém, EMBRAPA-CPATU, 1982. 25p. (EMBRAPA-CPATU. Boletim de Pesquisa, 39).

*ABSTRACT: Quantification of kaolinite by the methods of sum of X-ray diffraction areas and calibration curves with internal standard were performed on A₁ and B₂₂ horizons of a Typic Haplorthox soil. The calibration curves were obtained with NaF as internal standard, the calcinated clay fraction (< 2,0 μ) as amorphous material and standard kaolinite separated from the soil. The results obtained were similar for both methods tested, but the quantification with calibration curves reflected more exactly the clay mineralogical composition of the soil.

REFERÊNCIAS

- ALEXIADES, C.A. & JACKSON, M.L. Quantitative clay mineralogical analysis of soils and sediments. In: NATIONAL CONFERENCE ON CLAYS MINERALS, 14., Berkeley, Calif., 1966. **Clays and Clay Miner.**; Proceedings. Oxford, Pergamon., 1966. p. 35-52.
- BRINDLEY, G.W. Quantitative analysis of clay mixtures. In BROWN, G. ed. **The X-ray identification and cristal structure of clay minerals.** London. The Mineralogical Society, 1972. p. 489-516.
- CODY, R.D. & THOMPSON, G.L. Quantitative X-ray powder diffraction analysis of clays using an orienting internal standard and pressed disks of bulk shale samples. **Clays and Clay Miner.**, 24: 224-31, 1976.
- GIBBS, R. Quantitative X-ray diffraction analysis using clay mineral standards extracted from the samples to be analysed. **Clay Miner.**, 7: 79-90, 1967.

- JACKSON, M.L. Soil chemical analysis; advanced course. Madison. University of Wisconsin, Department of Soils, 1956. 991p.
- ; TYLER, S.A.; WILLIS, A.L.; BOURBEAN, G.A.; PENNINGTON, R.P. Weathering sequence of clay-size minerals in soils and sediments. *I.J. Phys. Coll. Chem.*, **52**: 1237-60, 1948.
- KITTRICK, J.A. The density separation of clay minerals in thallos formate solutions. *Am. Mineral.*, **46**: 744-7, 1961.
- Le ROUX, J. Quantitative clay mineralogical analysis of Natal Oxisols. *Soil Sci.*, **115**: 137-44, 1973.
- LINDGREEN, H.B. Instrumental and chemical methods for characterization of soil clays. *Kgl. Vet. og. Landbohojsk. Arsskr.* **6**: 133-54, 1976.
- LOUGHNAN, F.C. A technique for the isolation of montmorillonite and halloysite. *Am. Mineral.*, **42**: 393-7, 1957.
- Mc KEAGUE, J.A. & DAY, J.H. Dithionite and oxalate extractable Fe and Al as aids in differentiating various classes of soils. *Can. J. Soil Sci.*, **46**: 13-22, 1966.
- MEHRA, O.P. & JACKSON, M.L. Iron oxide removal from soils and clays by a dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. *Clays and clay Miner.*, **7**: 317-27, 1959.
- PHILLIPE, M.M. & WHITE, J.L. Quantitative estimation of minerals in the sand and silt fraction of soils with the Geiger-counter X-ray spectrometer. *Soil Sci. Soc. Amer. Proc.*, **16**: 138-41, 1950.
- POMBO, L.C.A. *Testes e calibração de métodos para análise mineralógica por difratometria de raios-X*. Porto Alegre, UFRS, Faculdade de Agronomia, 1978. 74p. Tese mestrado.
- RODDA, J.L. Anomalous behavior of montmorillonite clays in clerici solution. *Am. Mineral.*, **37**: 117-9, 1952.
- ROBERT, M. & TESSIER, D. Methode de preparation des argiles des sols pour des études mineralogiques. *Ann. Agron.*, **25**: 859-82, 1974.
- TANNER, G.B. & JACKSON, M.L. Normographs of sedimentation times for soil particles under gravity or centrifugal aceleration. *Soil Sci. Soc. Amer. Proc.*, **12**: 60-5, 1947.
- WATANABE, Y. & SUGÔ, S. *An application of simultaneous differential thermal analysis and thermogravimetry to quantitative estimation of kaolin minerals and gibbsite in soils*. 1. Tokio, National Institute of Agricultural Sciences, 1975. 5p.
- WHITTING, L.D. X-ray diffraction techniques for mineral identification and mineralogical composition. In: BLACK, C.A. ed. *Methods of soil analysis*. Madison, American Society of Agronomy, 1975. v. 1. p. 671-98. (American Society of Agronomy. Agronomy, 9).