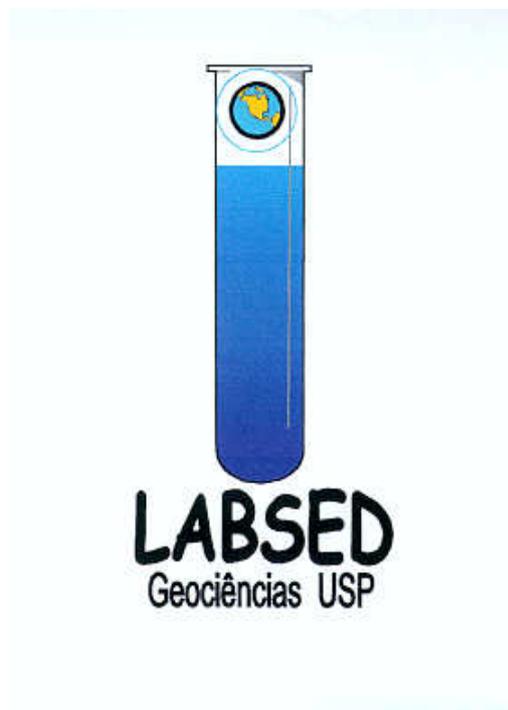


INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS DA USP
DEPARTAMENTO DE GEOLOGIA SEDIMENTAR E AMBIENTAL
LABSED - LABORATÓRIO DE SEDIMENTOLOGIA



MANUAL DE PROCEDIMENTOS ANALÍTICOS

SÃO PAULO
2004

INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS DA USP

DEPARTAMENTO DE GEOLOGIA SEDIMENTAR E AMBIENTAL
LABSED - LABORATÓRIO DE SEDIMENTOLOGIA

MANUAL DE PROCEDIMENTOS ANALÍTICOS

Mário Sérgio de Melo
Elaine Aparecida da Silva Sinfrônio
Paulo César Fonseca Giannini
Marcela Fachini
Mariana Cristina Victorino

SÃO PAULO
2004

SUMÁRIO

	p.
PREÂMBULO	1
1 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA PARA ANÁLISE	1
1.1 Secagem de amostras	1
1.2 Remoção de matéria orgânica de solos e sedimentos	3
1.2.1 Determinação do teor de matéria orgânica em turfa	4
1.3 Remoção de carbonato de cálcio em sedimentos	5
1.4 Remoção de sais solúveis	5
2 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DE SEDIMENTOS	6
2.1 Finalidades das análises granulométricas	7
2.2 Velocidade de decantação de partículas em líquido estacionário (lei de Stokes)	7
2.3 Floculação de sedimentos argilosos e sílticos	9
2.4 Análise granulométrica por pipetagem e peneiramento	10
2.4.1 Análise granulométrica por pipetagem	11
2.4.2 Análise granulométrica por peneiramento	15
2.4.2.1 Elutriação ou deslamagem	15
2.4.2.2 Peneiramento propriamente dito	18
2.5 Análise granulométrica pelo granulômetro a laser	20
2.5.1 Análises granulométrica utilizando o acessório Hydro 2000MU	20
2.5.2 Análise granulométrica utilizando-se o acessório <i>Scirocco</i>	23
3 CONCENTRAÇÃO DE MINERAIS PESADOS	23
3.1 Preparação da amostra	24
3.2 Separação densimétrica	24
3.3 Pesagem	26
3.4 Limpeza dos grãos de minerais pesados	26
3.4.1 Limpeza de películas carbonáticas e ferruginosas	28
3.4.2 Limpeza de películas ferruginosas	28
3.4.3 Limpeza de películas argilosas	29
3.5 Separação magnética com ímã de mão	29
3.6 Separação eletromagnética	31
3.7 Montagem de lâminas de minerais pesados	31
3.8 Recuperação do bromofórmio	32
4 IDENTIFICAÇÃO DE MINERAIS ARGILOSOS	34
4.1 Sedimentação do material fino (argila e/ou silte)	36
4.2 Montagem de lâmina de material fino para análise por difratometria de raio X	39
5 IMPREGNAÇÃO DE ROCHA SEDIMENTAR PARA PREPARAÇÃO DE LÂMINA	39
6 TINGIMENTO (<i>STAINING</i>) PARA DIFERENCIAÇÃO DE CARBONATOS	41
7 CONSIDERAÇÕES FINAIS	43
BIBLIOGRAFIA	43
ANEXOS	44

Índice de Figuras

FIGURA 1: Fluxograma genérico para análises sedimentológicas.....	2
FIGURA 2: Forças atuantes em partícula em suspensão.....	8
FIGURA 3 - Fenômeno da floculação e método de seu reconhecimento em amostras de sedimentos.....	11
FIGURA 4: Fluxograma genérico para análise granulométrica por pipetagem e peneiramento.....	12
FIGURA 5: Pipetagem.....	14
FIGURA 6: Elutriação (deslamagem) de sedimentos contendo finos (silte + argila.....	16
FIGURA 7: Filtragem da amostra elutriada.....	17
FIGURA 8: Peneiramento.....	19
FIGURA 9: Fluxograma de preparação de amostras para medidas no acessório Hydro 2000MU do granulômetro a laser.....	22
FIGURA 10: Fluxograma de separação de minerais pesados a partir de amostras com pouca areia.....	25
FIGURA 11: Etapas da separação densimétrica de minerais pesados, utilizando-se o bromofórmio como líquido denso	27
FIGURA 12: Separação manual de minerais pesados magnéticos	30
FIGURA 13: Visão geral do separador eletromagnético Frantz	33
FIGURA 14: Processo de recuperação do bromofórmio utilizado na separação densimétrica	35
FIGURA 15: Fluxograma de preparação de lâminas de argila (e silte) para análise por difratometria de raios X.....	36
FIGURA 16: Sifonagem após a pipetagem, para coleta da suspensão para preparação de lâminas de argila.....	38
FIGURA 17: Preparação de lâmina de argila para difratometria de raio-x.....	40
FIGURA 18: Impregnação de amostras de rochas friáveis.....	42

Índice de Tabelas

TABELA 1: Relação entre tempo de coleta (pipetagem), profundidade e diâmetro das partículas (para temperatura de 20°C).....	13
--	----

Índice de Anexos (situados a partir da página 44)

ANEXO 1 - Modelo de ficha de controle de amostras

ANEXO 2 - Modelo da planilha de resultados do programa Matéria Orgânica

ANEXO 3 - Modelo da planilha de resultados do programa Carbonato

ANEXO 4 - Tabela de tempos e alturas de pipetagem (até 6 amostras)

ANEXO 5 - Modelo da ficha de anotação de dados de análise granulométrica

ANEXO 6 - Exemplo de planilha de cálculo do programa Phi Labsed (granulometria)

ANEXO 7 - Exemplo de resultados do programa Momento (parâmetros estatísticos)

ANEXO 8 - Ficha de anotação de pesos para cálculo de proporções

ANEXO 9 - Programa Minerais Pesados

PREÂMBULO

Este manual foi elaborado com a finalidade de auxiliar na orientação de usuários do LABSED com relação aos procedimentos laboratoriais. Não é sua intenção abordar aspectos conceituais dos procedimentos, o que poderá ser consultado na bibliografia pertinente (v.g. TUCKER, 1988 e LEWIS & McCONCHIE, 1994).

Embora sejam apresentados procedimentos detalhados, o procedimento adequado sempre vai depender da natureza do material analisado e das finalidades da análise e objetivos do usuário. Assim, todos os procedimentos apresentados devem ser considerados com flexibilidade, para adaptação à conveniência de cada caso. No sentido de orientar a escolha do procedimento mais indicado, é importante o correto preenchimento da ficha de controle de amostras (ANEXO 1).

1 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA PARA ANÁLISE

Para a realização da maior parte das análises sedimentológicas, peneiramento, pipetagem, granulometria a laser, análise de minerais pesados, etc., é necessário que as amostras estejam com os grãos isolados e não na forma de agregados.

Os sedimentos e solos comumente apresentam-se desagregados, mas nos casos de rochas sedimentares antigas têm-se agregados em que as partículas são unidas entre si, em consequência de processos mecânicos e/ou químicos. A separação dos grãos individuais desses sedimentos é muitas vezes uma operação difícil e mesmo impossível (caso de rochas terrígenas silicificadas), mas facilmente efetuada em arenitos cimentados por carbonato de cálcio (CaCO_3), por exemplo. Neste caso, para a remoção do cimento, quando as partículas constituintes dos arenitos forem quartzosas não ocorre nenhum problema, mas quando existirem algumas partículas detríticas de carbonato de cálcio ao lado dos grãos de quartzo, as primeiras serão dissolvidas, falseando os resultados das análises granulométricas. Este é um dos problemas a serem contornados durante a preparação e escolha do método de análise, que deve levar em conta a natureza de cada amostra, e os objetivos do estudo realizado.

O procedimento geral de preparação de amostras, incluindo secagem, remoção de matéria orgânica e carbonatos, determinação do teor de umidade, matéria orgânica e carbonatos, separação de alíquotas para pipetagem e peneiramento e análise no granulômetro a laser está apresentado na FIGURA 1. Este procedimento geral pode e deve ser alterado, principalmente no que diz respeito à quantidade de amostra, dependendo das análises a serem realizadas.

1.1 Secagem de amostras

Freqüentemente os sedimentos são secos antes de qualquer tratamento, com exceção de amostras nas quais se pretende determinar o teor de água e/ou óleo, ou

quando a petrotrama (petrofabric) da amostra que vai ser investigada é um dado importante, e pode ser modificada durante o processo de secagem, ou ainda no caso da análise granulométrica de amostras essencialmente argilosas.

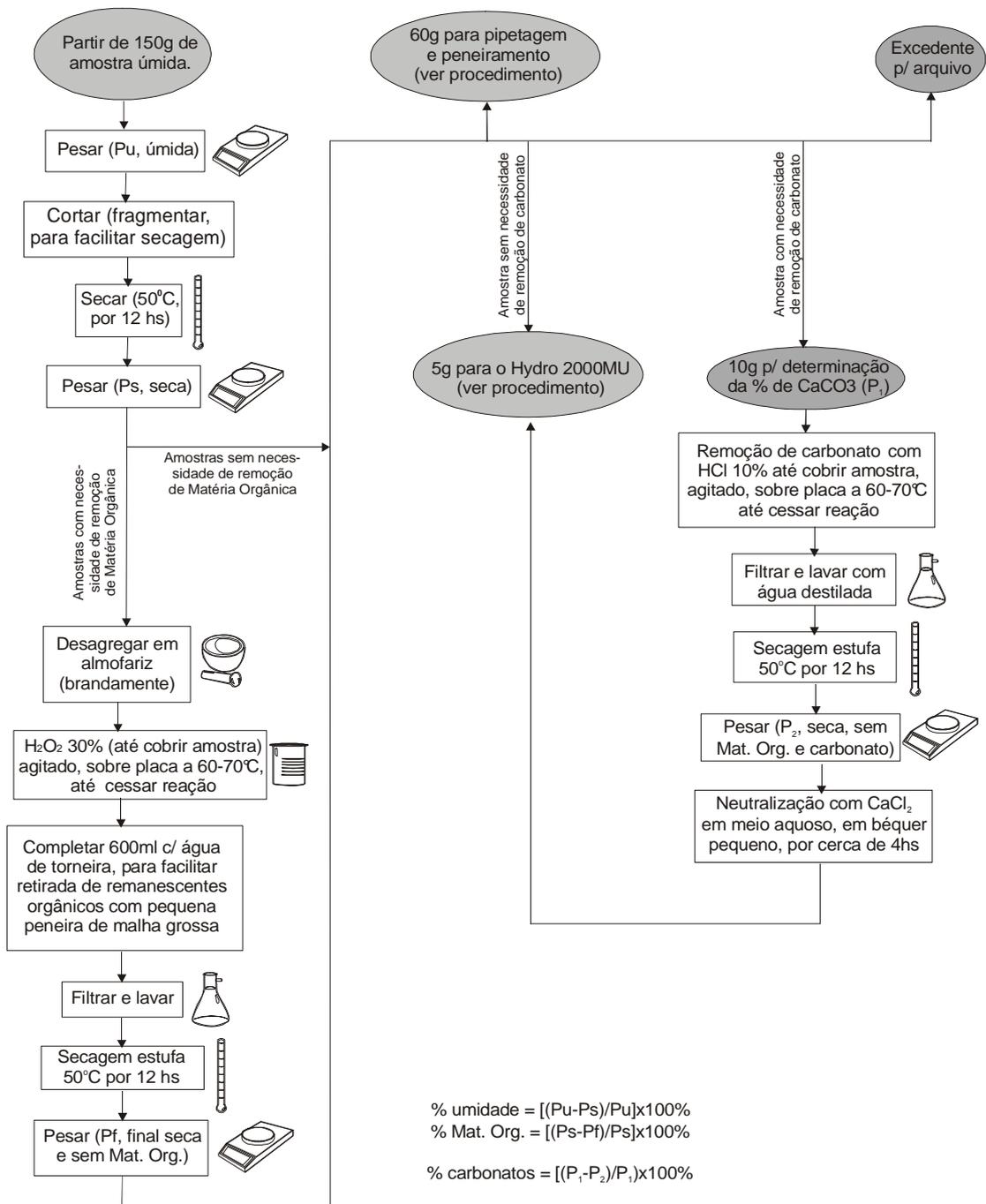


FIGURA 1: Fluxograma genérico para análises sedimentológicas.

A temperatura de secagem necessária depende das propriedades do material e do tipo de investigação pretendida:

- nos sedimentos arenosos a amostra é seca por 12 a 24h a 40-60°C;
- nos sedimentos argilosos a temperatura não deve exceder 50-60°C, para evitar alterações em argilominerais expansivos que possam estar presentes (ex:

halloysita, que se desidrata parcialmente a 60°C) e evitar o endurecimento rápido da amostra; em muitos casos de sedimentos argilosos, deve-se evitar qualquer secagem prévia, pois mesmo baixas temperaturas podem ser suficientes para a agregação irreversível das partículas coloidais.

De modo geral, o procedimento de secagem pode ser resumido conforme segue (ANEXO 1):

- a) pesar a amostra úmida (partir de cerca de 150g, peso P_u na FIGURA 1);
- b) cortar com lâmina ou espátula ou fragmentar a amostra, para aumentar a superfície de contato com o ar e acelerar a secagem;
- c) secar a 50°C, por 12h;
- d) pesar a amostra seca (P_s);
- e) calcular o teor de umidade $T_u = [(P_u - P_s) / P_u] \times 100\%$ (expresso em porcentagem).

1.2 Remoção de matéria orgânica de solos e sedimentos

Quando a amostra contém argila e silte, a matéria orgânica em decomposição (humus) tem um efeito aglutinante, o que exige a sua remoção quando se pretende a dispersão da amostra para análises granulométricas e para as análises mineralógicas, tais como a análise termo-diferencial, difração de raios-X e infravermelho.

Os passos seguintes podem ser, no geral, adotados para quaisquer amostras que contenham alguma proporção de material fino (silte e argila), com adaptações conforme a conveniência e/ou necessidade (FIGURA 1):

- a) secar a cerca de 50°C cerca de 150g de amostra naturalmente úmida (ver procedimento anterior);
- b) desagregar a amostra seca brandamente, utilizando almofariz de porcelana e pistilo de borracha; a desagregação pode implicar perda de massa, por isso deve ser realizada antes da pesagem;
- c) pesar a amostra (P_s);
- d) colocar a amostra em béquer de 1000ml, e cobri-la com água oxigenada (H_2O_2) 50 vol; colocar a amostra sobre placa aquecedora;
- e) aquecer a amostra a 60-70°C; manter agitação manual (bastão de vidro) ou magnética (placa e "peixinhos" magnéticos);
- f) se for necessário, completar com água oxigenada, até cessar a reação com a matéria orgânica, denunciada pela efervescência;
- g) cessada a reação, preencher o béquer até 600ml com água de torneira; retirar eventuais remanescentes orgânicos flutuantes, com ajuda de pequena peneira;
- h) lavar e filtrar a amostra, utilizando kitasato conectado a tubulação de vácuo;
- i) secar o material filtrado em estufa a 50°C, por 12h;
- j) pesar o material seco (P_f)¹;

¹ Uma forma de pesar é obter previamente o peso do papel filtro seco, pesar ao final o papel filtro mais a amostra, e descontar o peso inicial do papel filtro seco.

k) calcular o teor de matéria orgânica $T_{mo} = [(P_s - P_f)/P_s] \times 100\%$ (expresso em porcentagem).

O programa “Matéria orgânica” (em Lotus) calcula a porcentagem de matéria orgânica (ANEXO 2).

1.2.1 Determinação do teor de matéria orgânica em turfa

A turfa é um material sedimentar essencialmente orgânico, que pode conter em sua composição mais de 90% de matéria orgânica, entre os constituintes sólidos. A turfa é utilizada para produção de energia, para obtenção de material redutor e para adição ao solo agrícola. O teor de matéria orgânica é determinante das propriedades da turfa, e sua determinação torna-se assim importante.

O procedimento a seguir, uma variação do procedimento usual para determinação de matéria orgânica de sedimentos, foi desenvolvido no IPT, pela Técnica Elaine V. dos Santos:

- a) pesar béquer de 200ml (Pbe);
- b) fragmentar cerca de 200g de amostra com umidade natural, e colocá-la no béquer;
- c) pesar o béquer com a amostra úmida (P1);
- d) secar em estufa a 100°C por 12h;
- e) pesar o béquer com a amostra seca (P2);
- f) calcular o teor de umidade $T_u = [(P1 - Pbe) - (P2 - Pbe)] / (P1 - Pbe) \times 100\%$ (expresso em porcentagem);
- g) desagregar a amostra seca, utilizando almofariz de porcelana e pistilo de borracha;
- h) separar cerca de 20g da amostra seca (P3), e colocar em béquer de 1000ml;
- i) adicionar 300ml de água oxigenada 50 vol;
- j) deixar em repouso a frio por 12h;
- k) após as 12h colocar sobre placa aquecedora a 100°C, agitando com bastão de vidro; controlar a reação com adição de água deionizada fria, evitando efervescência exagerada e perda de material;
- l) agitar sobre a placa aquecida por cerca de 10min; ao final, se ainda houver reação (efervescência), retirar o béquer da placa aquecida, deixar decantar e resfriar, e sifonar a água límpida com cuidado para não arrastar material sobrenadante;
- m) adicionar 50ml de água oxigenada e repetir os três últimos passos acima quantas vezes necessário, até não haver mais efervescência;
- n) cessada a reação deixar esfriar e decantar e sifonar o excesso de água;
- o) filtrar e lavar o material restante no fundo do béquer, utilizando kitasato conectado a tubulação de vácuo;
- p) secar o material filtrado em estufa a 50°C, por 12h;

- q) pesar o material seco (P4);
- r) calcular o teor de matéria orgânica $T_{mot} = [(P3-P4)/P3] \times 100\%$ (expresso em %).

1.3 Remoção de carbonato de cálcio em sedimentos

No caso de sedimentos que contenham fragmentos de conchas de constituição carbonática (como os provenientes de ambientes costeiros), o usuário deverá decidir se tais fragmentos deverão ou não ser incluídos nas análises granulométricas. Se for necessário remover os fragmentos carbonáticos, o procedimento geral é o apresentado na FIGURA 1, e pode ser assim descrito:

- a) partir de uma alíquota de cerca de 10g de amostra seca (P1);
- b) colocar a amostra em béquer de 100ml, e cobri-la com ácido clorídrico (HCl) 10%; colocar o béquer sobre placa aquecida a 60-70°C, mantendo agitação manual ou com “peixinho” magnético, até cessar reação (efervescência); este procedimento deve ser realizado em capela com sistema de exaustão;
- c) filtrar e lavar a amostra com água destilada, utilizando kitasato conectado a tubulação de vácuo;
- d) secar o material filtrado em estufa a 50°C, por 12h;
- e) pesar o material seco (P2);
- f) calcular o teor de carbonato $T_c = [(P1-P2)/P1] \times 100\%$ (expresso em porcentagem).

O programa “Carbonato” (em Lotus 123) calcula a porcentagem de carbonato (ANEXO 3).

1.4 Remoção de sais solúveis

Amostras de solo e sedimentos contendo sais solúveis podem ser difíceis de dispersar devido à ação floculante dos sais. A remoção destes constituintes visa simplificar e melhorar os resultados de análises da granulometria, por difratometria de raios X, ATD e microscopia óptica. Deve ser evitado o ressecamento da amostra em todo o procedimento.

A remoção de sais solúveis ocorre quando a amostra é lavada repetidas vezes, neste caso evitando-se o tratamento com outros solventes, como o acetato de sódio e o ácido acético. Assim sendo, para qualquer tipo de material, lavagens repetidas tenderão a remover os sais solúveis presentes.

Quando da preparação de amostras para análise no granulômetro a laser (ver item 2.5), no processo de centrifugação da amostra para obtenção de pasta homogênea, está prevista a sucessiva lavagem da amostra (sifonagens), até que esta deixe de flocular (não se verifica decantação rápida após agitação manual). Estas sucessivas lavagens são responsáveis pela remoção dos sais solúveis da amostra.

2 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DE SEDIMENTOS

O termo granulometria significa, literalmente, medida de tamanho dos grãos. Certos materiais, minerais ou não, apresentam-se natural ou artificialmente sob a forma de partículas ou grãos. Sendo a granulometria desses materiais uma das suas propriedades físicas fundamentais, freqüentemente estamos interessados em conhecer sua distribuição. A análise que permite estabelecer uma expressão quantitativa da distribuição granulométrica é conhecida como análise granulométrica ou análise mecânica.

Existem três operações distintas envolvidas nas análises granulométricas. Primeiramente, é necessário obter-se a distribuição granulométrica das partículas, e inúmeras são as técnicas disponíveis para a execução desta fase. Em segundo lugar, as distribuições granulométricas das partículas nas amostras são representadas por vários gráficos e diagramas convencionais. Em terceiro lugar, existem inúmeros parâmetros (atributos estatísticos da distribuição granulométrica) que são usados como uma espécie de resumo na descrição dos sedimentos e nas comparações dos sedimentos e outros materiais particulados entre si.

Muito embora usualmente sejam utilizadas determinadas escalas, isto não é imprescindível. Mas nos trabalhos científicos normalmente empregam-se as escalas granulométricas já consagradas na literatura (ver, por exemplo, SUGUIO, 1973, a respeito de análises, parâmetros e escalas granulométricas).

Muito usual é a denominada escala ϕ . Esta escala utiliza um artifício matemático para simplificar a representação numérica das classes granulométricas. A escala ϕ é assim definida:

$$\phi = -\log_2 d \quad \text{onde } d = \text{diâmetro em mm das partículas de sedimento.}$$

Aplicando-se esta expressão, obtém-se a seguinte relação entre medidas em milímetros e a escala ϕ :

fração*1	mm	ϕ
seixo	4,0	-2
grânulo	2,0	-1
areia muito grossa	1,0	0
areia grossa	0,5	1
areia média	0,250	2
areia fina	0,125	3
areia muito fina	0,062	4
silte muito grosso	0,031	5
silte grosso	0,016	6
silte médio	0,008	7
silte fino	0,004	8
argila	<0,004	>8

*1 Considerar o valor indicado de diâmetro como limite inferior da fração

2.1 Finalidades das análises granulométricas

As finalidades das análises granulométricas variam de acordo com o campo de atividades no qual elas são empregadas. Desta maneira, podem ser consideradas as seguintes aplicações:

a) Em Geologia acadêmica permite:

- caracterizar e classificar os sedimentos com o mínimo de subjetividade;
- correlacionar sedimentos de áreas diferentes por meio de tratamentos estatísticos adequados;
- estimar permeabilidade e porosidade dos sedimentos;
- indicar a área-fonte, transporte e condições deposicionais nos casos de sedimentos clásticos (detríticos);
- preparar os sedimentos para outros tipos de estudos, tais como mineralogia de pesados, textura superficial dos grãos, estudo de argilominerais, etc.

b) Em Geologia Aplicada à Engenharia Civil permite:

- caracterizar e classificar os tipos de solo, eventualmente permitindo prever certos comportamentos frente aos esforços e solicitações;
- correlacionar os tipos de solo.

c) Em Pedologia permite:

- caracterizar e classificar os tipos de solo, eventualmente permitindo prever certos comportamentos frente aos problemas ligados à Agronomia;
- correlacionar os tipos de solo.

d) Na indústria permite:

- dimensionar a granulometria necessária de materiais que constituem as matérias-primas usadas na fabricação de vidro, concreto, quartzo para fundente, etc.;
- em alguns casos permite dimensionar e controlar a granulometria necessária para que ocorra o máximo de liberação de um certo mineral-útil, que faça parte de agregados.

2.2 Velocidade de decantação de partículas em líquido estacionário (lei de Stokes)

Um dos princípios fundamentais em que se baseia a análise granulométrica que utiliza a pipetagem é que, em líquido estacionário, partículas de comportamento não coloidal ($d > 0,5 \mu\text{m}$) decantam com velocidades constantes, atingidas tão logo a resistência do fluido iguale-se à força da gravidade que age sobre a partícula. Em geral a velocidade de decantação das partículas depende do seu raio, da sua forma, da sua densidade, da sua textura superficial e da densidade e viscosidade do fluido. Como a lei é válida somente em condições de fluido sem turbulência, a eficiência do método diminui com o aumento da turbulência induzida pelo próprio movimento da partícula. Deste modo,

a pipetagem não é recomendável para grãos maiores que 2 mm, ou mesmo para grãos menores, em presença daqueles.

A mais bem conhecida expressão matemática para velocidades de decantação é a lei de Stokes, que está relacionada, a rigor, com esferas perfeitas. Stokes, estudando as velocidades de queda de esferas dentro de cilindros com líquidos de diferentes viscosidades, chegou à fórmula empírica que calcula o valor da resistência que um fluido oferece à movimentação em seu meio (FIGURA 2). Esta fórmula é a seguinte:

$$R = 6\pi r n v \quad (1)$$

onde

R = resistência à queda em g x cm/s²;

r = raio da esfera em cm;

n = viscosidade do fluido em dinas;

v = velocidade de queda em cm/s.

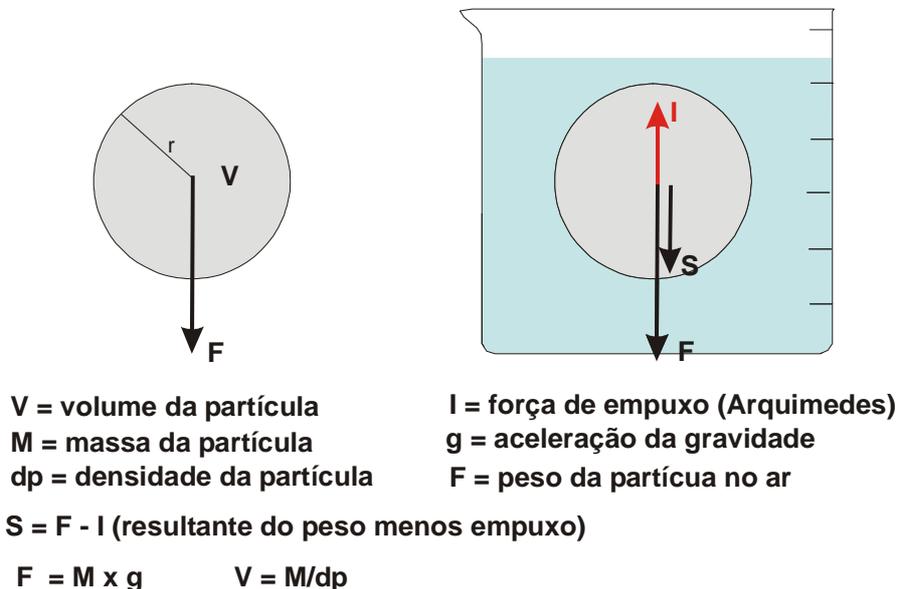


FIGURA 2: Forças atuantes em partícula em suspensão.

A massa de M de uma partícula esférica que afunda em meio fluido pode ser obtida multiplicando-se seu volume V pela sua densidade d_p, isto é:

$$M = V \times d_p = [(4\pi r^3)/3] \times d_p \quad (2)$$

A força F (peso) agindo sobre a partícula que provoca a sua queda pode ser expressa por:

$$F = M \times g \quad (3)$$

onde

F = força;

M = massa da esfera;

g = aceleração da gravidade (980 cm/s²).

Portanto substituindo-se M em (3) pelo valor dado em (2), tem-se:

$$F = [(4\pi r^3)/3] \times d_p \times g \quad (4)$$

O corpo de queda em meio fluido recebe, de baixo para cima, a ação de uma força chamada "empuxo", cujo valor, equivalente ao peso do volume do fluido deslocado pelo corpo, é dado pela fórmula:

$$I = [(4\pi r^3)/3] \times d_f \times g \quad (5) \quad (\text{princípio de Arquimedes});$$

I = força de empuxo;

d_f = densidade do fluido.

Sendo (4) maior que (5), a resultante será dirigida de cima para baixo, ou seja, a partícula decantará no fluido. Esta resultante será igual a:

$$S = F - I = \{[(4\pi r^3)/3] \times d_p \times g\} - \{[(4\pi r^3)/3] \times d_f \times g\}$$

$$S = [(4\pi r^3)/3] \times (d_p - d_f) \quad (6)$$

Quando valor de S (6) torna-se igual ao de R (1), as forças para baixo e para cima se anulam, e a velocidade da partícula tornar-se-á constante. Neste caso, tem-se:

$$R = S \quad \text{portanto}$$

$$6\pi r n v = [(4\pi r^3)/3] \times g(d_p - d_f)$$

Da expressão acima pode-se tirar o valor da velocidade v , de queda de partículas em meio fluido:

$$v = \{[(4\pi r^3)/3] \times g(d_p - d_f)\} / 6\pi r n = \{[(4r^2)/3] \times g(d_p - d_f)\} / 6n \quad \text{isto é}$$

$$v = 2r^2 \times g(d_p - d_f) / 9n \quad (7)$$

Em geral, quando condições ideais são consideradas, isto é, temperatura constante, determinado tipo de fluido e partícula esférica de densidade conhecida, a fórmula de Stokes pode ser expressa por:

$$v = C \times r^2 \quad (8) \quad \text{onde}$$

$$C = 2g(d_p - d_f) / 9n.$$

É com base nestes cálculos de velocidade, que varia com o raio da partícula, que são determinadas as profundidades de coleta de sedimentos em suspensão, para determinação da granulometria através do método da pipetagem.

2.3 Floculação de sedimentos argilosos e sílticos

A floculação (ou coagulação, aglutinação, agregação) dos sedimentos argilosos ou sílticos é um fenômeno que consiste na formação de aglutinados de partículas. Para um mesmo tipo mineralógico, a capacidade de floculação depende do tamanho das partículas. Em suspensões de quartzo a floculação começa a manifestar-se para diâmetros menores que cerca de 0,04 mm e torna-se mais pronunciada abaixo de 5 a 10 μm . É ainda mais acentuada em partículas coloidais², como é comum entre as argilas e matéria orgânica em decomposição (húmus). A capacidade de floculação está relacionada à presença de íons de carga elétrica oposta, valência, ação de modificações de íons com mesma carga que os colóides, absorção de íons e a concentração de eletrólitos na solução. A carga elétrica de um colóide depende do colóide em si e do meio

² Partículas muito diminutas, que apresentam duas fases (sólida e líquida), com comportamento híbrido.

no qual ele esteja em suspensão. Sua formação relaciona-se ao fato que nos limites externos do colóide existem átomos com valências insatisfeitas, que absorvem íons positivos ou negativos, dependendo da natureza do colóide. Sob o efeito do movimento browniano³, as partículas coloidais com carga elétrica são levadas para as vizinhanças umas das outras, mas quando as cargas estão acima do potencial crítico, as partículas repelem-se mutuamente e a aderência é evitada. Entretanto, se as cargas estiverem abaixo do potencial crítico ou zero, as partículas atraem-se, quando ocorre a colisão, de modo que são formados agregados.

Quando tem início a floculação, os agregados começam a ir para o fundo e eventualmente toda a fase dispersa pode decantar formando um precipitado flocculento. A velocidade de floculação pode ser lenta ou rápida, dependendo sobretudo da natureza e magnitude das cargas presentes sobre as partículas. A magnitude da carga, por sua vez, varia apreciavelmente com ligeiras mudanças nas concentrações em eletrólitos da suspensão, e o efeito de um dado eletrólito parece variar com a natureza do colóide. Em argilas, por exemplo, as cargas podem ser reduzidas pela adição de CaCl_2 . Tais substâncias são chamadas de coagulantes ou flocculantes. Outros eletrólitos, como Na_2CO_3 , aumentam as cargas sobre as partículas e são chamadas de peptizantes ou dispersantes. Dentro de certos limites de concentração os peptizantes também causam coagulação. Entre os agentes químicos que têm sido usados para dispersão de solos e sedimentos, pode-se citar NH_4OH e Na_2CO_3 . Nos casos mais comuns de dispersão de sedimentos podem ser usados, além desses eletrólitos, soluções diluídas de pirofosfato de sódio e de hexametáfosfato de sódio. A teoria geral dos colóides mostra que não ocorre floculação quando as cargas estão acima do potencial crítico ou quando a suspensão está completamente isenta de eletrólitos.

O fenômeno de floculação pode ser reconhecido, na prática, colocando-se o material desagregado em suspensão aquosa dentro de uma proveta e, após completar o recipiente com água, deixar repousar por alguns minutos. Verifica-se o fenômeno da floculação quando, ao se inclinar a proveta, a superfície de interface água-sedimento acompanha paralelamente a superfície da interface água-ar. Quando o sedimento não está floculado este fenômeno não ocorre (FIGURA 3).

Os procedimentos utilizáveis para evitar a floculação são:

- 1) adição de defloculante (pirofosfato de sódio, $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$);
- 2) remoção de matéria orgânica (ver FIGURA 1);
- 3) remoção de sais (ver item 2.5.1).

2.4 Análise granulométrica por pipetagem e peneiramento

Este tipo de análise granulométrica é um dos mais usuais. Aplica-se a amostras que contenham partículas com tamanhos variáveis, desde argila até grânulos e pequenos

³ Movimento aleatório de partículas/colóides, observado em algumas suspensões/soluções.

seixos. Vantagens do método são sua ampla utilização e a facilidade de realização. Desvantagens são o tempo necessário e o fato de se combinarem dois métodos baseados em princípios de medição diferentes.

O procedimento genérico para a realização da análise granulométrica por pipetagem e peneiramento está apresentado na FIGURA 4. Dependendo da amostra, poderá ser suficiente realizar somente a pipetagem (materiais finos, menores que $62 \mu\text{m}$), ou somente o peneiramento (materiais grossos, maiores que $62 \mu\text{m}$).

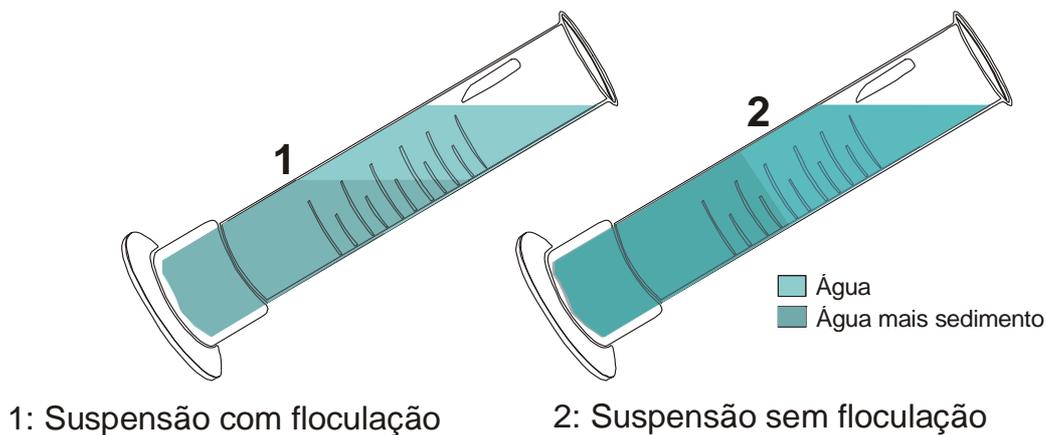


FIGURA 3 - Fenômeno da flocculação e método de seu reconhecimento em amostras de sedimentos.

2.4.1 Análise granulométrica por pipetagem

A análise granulométrica por pipetagem tem por objetivo classificar os diferentes tamanhos de partículas menores que $0,062 \text{ mm}$ (silte e argila), baseando-se no seu tempo de decantação em meio fluido (lei de Stokes, ver item 2.2 acima).

No procedimento genérico de análises granulométricas aqui sugerido (FIGURA 1), o método da pipetagem e peneiramento utiliza cerca de 60 g de amostra previamente pesada, seca e desagregada. Se for o caso, a amostra deve ter sido submetida também a tratamento prévio para remoção de matéria orgânica, cuja presença pode promover a aglutinação das argilas e, portanto, falsear os resultados da análise granulométrica. É importante destacar que o volume da suspensão deve ser medido com precisão antes do início da coleta. A pipetagem é realizada após a amostra ter sido colocada em suspensão em proveta, utilizando-se agitador manual.

Para a pipetagem empregam-se pipetas volumétricas de 20 ml com pipetador acessório, previamente marcadas com caneta para retroprojektor (com tinta insolúvel) ou fita adesiva a distâncias de 10 e 20 cm da ponta, para auxiliar nas coletas (FIGURA 5). Uma seqüência de coleta para uma única amostra, para intervalos de $1,0 \phi$, à temperatura ambiente de 21°C ⁴ seria realizada de acordo com a TABELA 1.

⁴ Atenção: caso não haja climatização do laboratório para estabilizar a temperatura a 21°C , é necessário medir a temperatura da suspensão no momento do ensaio, e utilizar tabela de tempos de coleta em função da temperatura, conforme tabela, por exemplo, em LEWIS & McCONCHIE (1994, p.105).

Na prática, o procedimento é adaptado para permitir realizar coleta de várias amostras ao mesmo tempo, e de modo a simplificar a coleta, encurtando o tempo dispendido. No ANEXO 4 estão apresentados intervalos de tempo e profundidades de coleta para análise simultânea de até seis amostras.

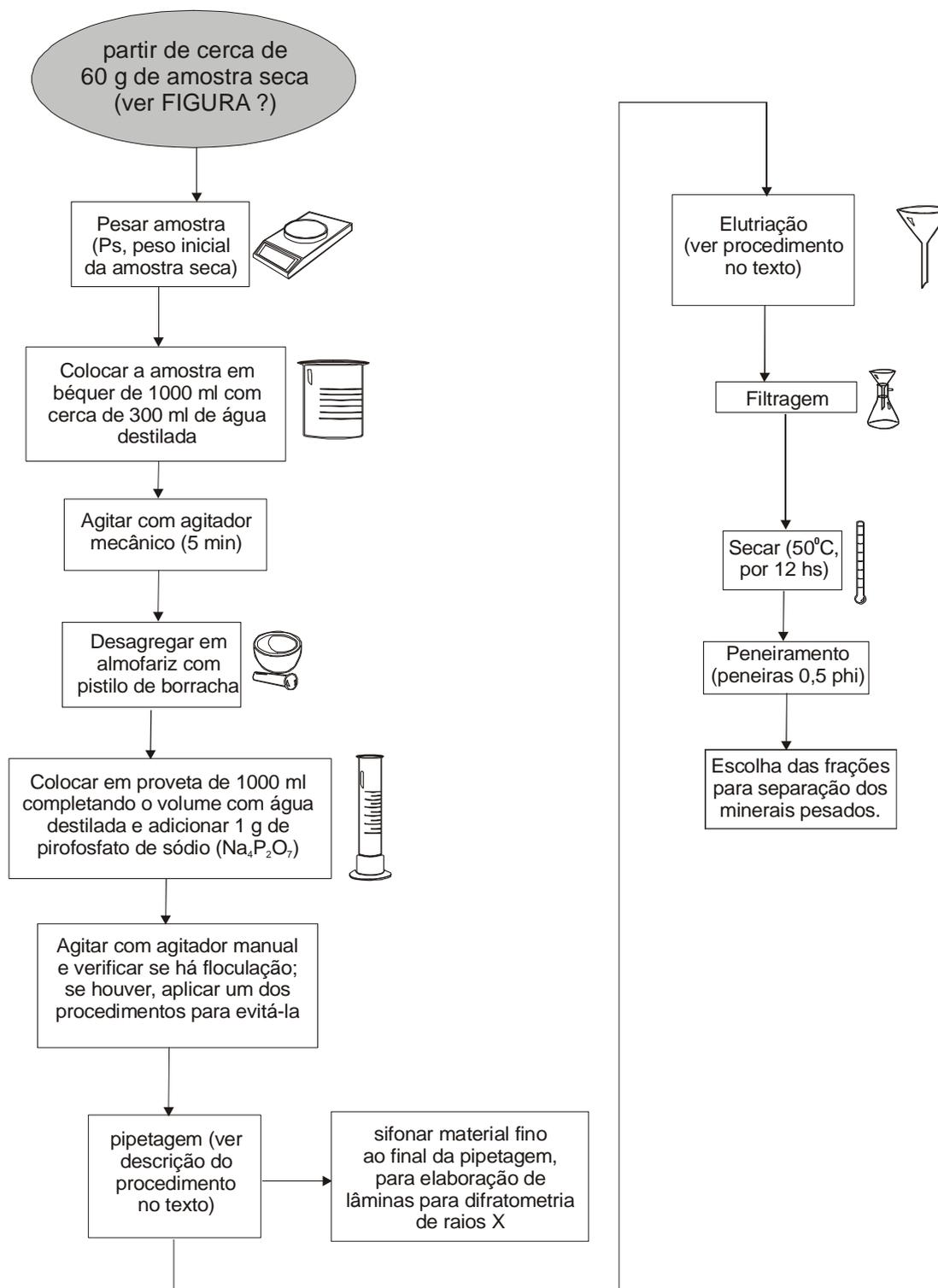


FIGURA 4: Fluxograma genérico para análise granulométrica por pipetagem e peneiramento.

t min ^{*1}	prof cm ^{*2}	diâm ϕ ^{*3}	diâm μ ^{*4}
0:58	20	4,0	62
3:52	20	5,0	31
7:44	10	6,0	16
31:00	10	7,0	8
123:00	10	8,0	4

^{*1} Tempo medido com cronômetro a partir do instante em que a agitação é cessada.

^{*2} Profundidade medida a partir da superfície superior da suspensão.

^{*3} Diâmetro da partícula na escala ϕ , adimensional.

^{*4} Diâmetro da partícula em μm (10^{-3} mm).

TABELA 1: Relação entre tempo de coleta (pipetagem), profundidade e diâmetro das partículas (para temperatura de 20°C).

O procedimento para pipetagem, baseado nos tempos de coleta indicados no ANEXO 4, pode ser assim resumido:

- agitar manualmente a suspensão na proveta, e acionar o cronômetro ao mesmo tempo em que a agitação é cessada⁵;
- nos intervalos de tempo e nas alturas indicadas na tabela, coletar com a pipeta 20 ml da suspensão, os quais são colocados em recipientes de cerca de 50 ml (por exemplo béquers de vidro ou forminhas metálicas) previamente pesados (peso ou massa M1 dos recipientes vazios⁶) e marcados com o código da amostra e respectivas frações granulométricas;
- secar os recipientes em estufa, por até 48 h, a 50-60°C, ou até que toda a água seja evaporada;
- pesar os recipientes com o material seco (peso ou massa M2); o peso do material seco nos recipientes será $M_f = (M1 - M2)$; os resultados são inicialmente anotados na ficha do ANEXO 5, e posteriormente lançados em planilha Excel ("Phi Labsed"), que elabora gráficos de porcentagem por faixa granulométrica e curva acumulada (ANEXO 6) e calcula os valores absolutos e em porcentagem para cada fração granulométrica; a planilha corrige automaticamente os valores em peso obtidos nas diversas frações granulométricas, de forma que o valor final do peso medido da amostra seja igual ao valor inicial.

⁵ A superfície sobre a qual se mantêm as provetas durante a decantação deverão ser planas e isentas de qualquer vibração, pois a validade da lei de Stokes pressupõe inexistência de turbulência.

⁶ Todas as pesagens mencionadas devem ser realizadas em balança digital, com precisão de quatro dígitos à direita da vírgula.



A



B



C



D



E

FIGURA 5: Pipetagem. A - materiais utilizados: provetas com amostras em suspensão; agitador manual; pipetas com pipetadores; cronômetro; tabela de tempos de coleta; recipientes para o material coletado; pisseta; B: detalhe dos recipientes e das pipetas marcadas com fita adesiva a 10 e 20 cm da extremidade; C: agitação manual da suspensão; D: coleta do material (pipetagem); E: colocação do material coletado nos recipientes.

Notar que a planilha do ANEXO 6 apresenta o cálculo do fator de correção M_i/M_f (massa inicial / massa final). Os resultados só devem ser considerados satisfatórios se $0,95 \leq M_i/M_f \leq 1,05$. No caso do valor do fator M_i/M_f ser menor que 0,95 ou maior que 1,05, ou seja, variações superiores a 5% entre a massa inicial e a massa final, indicando perdas significativas de amostra ou erros de medidas, o ensaio deverá ser refeito.

O programa “Momento” (em Lotus) calcula os parâmetros estatísticos pelo método analítico dos momentos de Pearson e compara estatisticamente as amostras (ANEXO 7).

2.4.2 Análise granulométrica por peneiramento

A análise granulométrica por peneiramento tem duas fases, uma preliminar, a elutriação, que consiste na lavagem ou deslamagem da amostra pela remoção dos finos (silte e argila), e outra que é o peneiramento propriamente dito. Entre uma e outra há ainda a secagem dos grãos após a elutriação.

2.4.2.1 Elutriação ou deslamagem

Após a coleta de alíquotas do material fino (silte e argila) através da pipetagem, o material restante na proveta será utilizado para peneiramento. Antes do peneiramento, entretanto, é necessário remover o material fino remanescente, o que é realizado durante a elutriação.

O procedimento genérico para a elutriação, a partir dos decantados existentes na proveta após as coletas por pipetagem, é:

- a) remoção das argilas em suspensão na proveta, de preferência com ajuda de sifão com ponta em “U”, para evitar sucção de grãos; a suspensão com as argilas eventualmente poderá ser coletada em um béquer à parte, para outras análises (preparação de lâminas para difratometria de raios X, por exemplo);
- b) colocar o material decantado da proveta em elutriador de funil, este constituído de funil de 600 ml, suporte, haste e mangueira flexível conectada a torneira de água corrente (FIGURA 6); a transferência do material decantado da proveta para o funil deve ser feita com ajuda de pisseta com água de torneira, de modo que não haja nenhuma perda de material; no momento da transferência o funil deve estar cheio d’água, mas com a torneira fechada ou quase fechada;
- c) abrir lentamente a torneira; a pressão da água deve ser tal que os grãos da amostra mantenham-se dentro do funil, não descendo pela mangueira nem extravasando (FIGURA 6-C); a água que extravasa deve carregar somente o material síltico-argiloso em suspensão, que turva a água;
- d) deixar elutriar até que a água torne-se límpida, indicando que todo material fino em suspensão foi removido; o tempo necessário varia, dependendo da quantidade de finos presente na amostra, mas usualmente a lavagem da

amostra não toma mais que 1 hora; amostras mais argilosas podem tomar até 24 horas;

e) transferir o material lavado do funil do elutriador para béquer, com ajuda do fluxo de água da torneira;



A



B



C



D



E

FIGURA 6: Elutriação (deslamagem) de sedimentos contendo finos (silte + argila); A - Funil conectado a torneira, utilizado na elutriação; B e C - transferência da amostra para o funil de elutriação; D - material arenoso lavado, após a elutriação; E - transferência do material arenoso lavado para béquer plástico.



A



B



C



D

FIGURA 7: Filtragem da amostra elutriada. A - conjunto para filtragem: pisseta com água, kitasato conectado a tubulação de vácuo, funil com raias longitudinais internas, papel-filtro marcado com o código da amostra, béquer com a amostra elutriada; B e C - transferência da amostra do béquer para o funil de filtragem, com auxílio da pisseta; D - papís-filtro contendo amostras elutriadas, na estufa de secagem, juntamente com material pipetado.

f) filtrar o material lavado, despejando-o, com ajuda de pisseta, em papel filtro qualitativo colocado em funil sobre kitasato conectado a tubulação de vácuo (FIGURA 7); o papel filtro qualitativo, previamente marcado com o código da amostra em tinta resistente à água e à temperatura da estufa, deve ter forma

circular com cerca de 25 cm de diâmetro; o funil deve ter raias longitudinais internas, para facilitar o escoamento da água;

- g) após a filtragem, dobrar cuidadosamente o papel filtro, e colocá-lo para secar em estufa a 50-60°C, onde deverá permanecer para secagem por cerca de 12-24 horas.

2.4.2.2 Peneiramento propriamente dito

O peneiramento propriamente dito inicia-se quando o material a ser peneirado, ou seja, o material elutriado, encontra-se devidamente seco. As etapas são:

- a) preparar conjunto de recipiente de base e 11 (onze) peneiras empilhadas com malha decrescente do topo para a base (FIGURA 8), conforme segue (variação de 0,5 ϕ):
- a1) 2,000 mm (-1,0 ϕ);
 - a2) 1,410 mm (-0,5 ϕ);
 - a3) 1,000 mm (0 ϕ);
 - a4) 0,707 mm (0,5 ϕ);
 - a5) 0,500 mm (1,0 ϕ);
 - a6) 0,354 mm (1,5 ϕ);
 - a7) 0,250 mm (2,0 ϕ);
 - a8) 0,177 mm (2,5 ϕ);
 - a9) 0,125 mm (3,0 ϕ);
 - a10) 0,088 mm (3,5 ϕ);
 - a11) 0,062 mm (4,0 ϕ);
 - a12) fundo;
- b) despejar o material seco do papel filtro na peneira superior (malha mais grossa); colocar o conjunto de peneiras em vibrador acondicionado em caixa para amortecer ruído e vibração (FIGURA 8-A); calibrar o vibrador para cerca de 70-90% da capacidade máxima (reostato na posição 7-9), e deixar vibrar por cerca de 15-20 minutos (o vibrador funciona a 3.600 rpm);
- c) recolher o material retido em cada peneira e no recipiente da base em folhas de papel A3 previamente marcadas com o código da amostra e a respectiva fração granulométrica; utilizar pincéis limpos para auxiliar na remoção do material das peneiras, movimentados sempre em direção diagonal à malha, para prevenir sua deformação e prolongar a vida útil da peneira; dobrar cuidadosamente cada folha de papel com o material de respectiva peneira, para pesagem;
- d) para cada peneira, pesar inicialmente a folha de papel juntamente com o material retido (peso P1); utilizar balança digital, com leitura de quatro casas após a vírgula; após esta primeira pesagem, com auxílio de pincel limpo transferir o material retido para saco plástico auto-selante, previamente

identificado (caneta de retro-projetor) com código da amostra e fração granulométrica; pesar de novo a folha de papel utilizada (peso P2); o peso do material retido nessa peneira será $P_m = (P1-P2)$; após repetir o procedimento para todas as peneiras anotar os valores dos pesos obtidos para o respectivo material retido na ficha do ANEXO 5, e posteriormente lançá-los na planilha “Phi Labsed” (ANEXO 6);



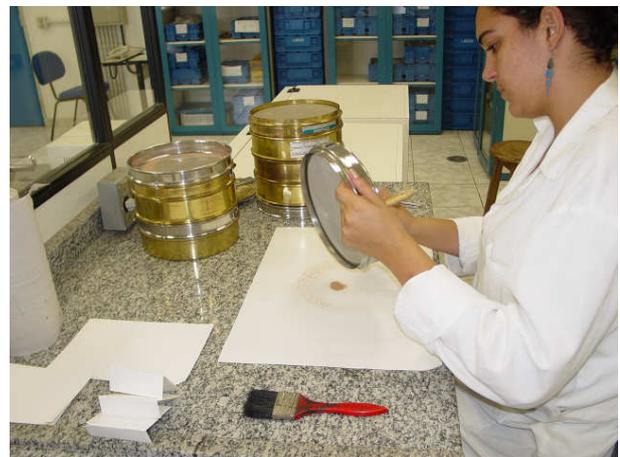
A



B



C



D



FIGURA 8: Peneiramento; A - conjunto de peneiras montado sobre vibrador, em caixa para amortecimento de ruído e vibração; B - detalhe do conjunto de peneiras; C - preparação do material para início da retirada das frações retidas nas peneiras; D - retirada das frações retidas nas peneiras; E - acondicionamento da fração retida nas peneiras para posterior pesagem.

E

- e) acondicionar todos os envelopes das diversas frações em outro envelope maior com o código da amostra, para arquivo e/ou outros procedimentos.

2.5 Análise granulométrica pelo granulômetro a laser

O LABSED do IGc-USP dispõe do equipamento Mastersizer 2000 da Malvern, que tem dois tipos de acessórios para análises granulométricas, o Hydro 2000MU (para amostras em suspensão) e o *Scirocco* (para amostras secas).

2.5.1 Análises granulométrica utilizando o acessório Hydro 2000MU

Existe no LABSED manual de utilização deste equipamento, onde podem ser vistos detalhes sobre seu uso.

Trata-se de equipamento que calcula matematicamente a granulometria dos sedimentos (ou outras partículas) a partir da difração que as partículas provocam num feixe laser. O modelo matemático adotado considera as partículas como esféricas, com o diâmetro da esfera equivalente à maior dimensão da partícula.

Esta premissa assumida na modelagem matemática para cálculo das partículas no granulômetro a laser é responsável por uma esperada diferença de resultados em relação ao ensaio de pipetagem, onde os cálculos baseados na lei de Stokes também partem do princípio de que as partículas são esféricas. Acontece que partículas com uma ou duas dimensões maiores que as outras, como costuma ser o caso nos argilominerais e filossilicatos, em geral vão ser computadas como esferas com diâmetro igual à maior dimensão no caso do granulômetro a laser, o que tende a resultar em tamanhos maiores. Enquanto que tais partículas em decantação na pipetagem vão apresentar resistência maior e velocidade de queda menor, sendo computadas como partículas com tamanhos menores.

A conseqüência é que, comparando-se resultados de análises de uma mesma amostra, para granulometrias abaixo de 0,062 mm (limite superior do método de pipetagem), os resultados do granulômetro a laser tendem a mostrar partículas maiores que os resultados da pipetagem. Qual o resultado mais correto? Se por um lado, comparado com o peneiramento, a aproximação da partícula a uma esfera realizada pela modelagem no granulômetro aproxima-se mais da retenção da partícula na malha da peneira, por outro lado o longo tempo de decantação de partículas placóides, ainda que estas sejam relativamente grandes, reflete um comportamento hidráulico de fato mais próximo do real para as partículas pequenas.

Alguns aspectos importantes devem ser considerados na utilização do acessório Hydro 2000MU do granulômetro a laser para análises granulométricas:

- a) o tamanho máximo de partículas admissível, para que não haja possibilidade de danos no equipamento, é 1,6 mm; amostras que contenham partículas maiores

deverão preferencialmente ser analisadas através dos métodos tradicionais de pipetagem e peneiramento, a menos que as partículas maiores que aquele limite possam ser previamente retiradas;

- b) uma variável no modelo matemático adotado é o índice de refração do material das partículas analisadas; a presença de partículas de materiais de diferentes naturezas (quartzo, opacos, restos vegetais, fragmentos de conchas), com diferentes índices de refração, distorce significativamente os resultados;
- c) a presença de matéria orgânica coloidal e/ou certos tipos de sais, tais como os presentes na água do mar, induz a aglutinação de partículas pequenas (argila, silte) na dispersão utilizada para as medidas.

O fluxograma genérico para realização de análises sedimentológicas apresentado na FIGURA 1 inclui procedimentos que visam evitar os problemas apontados acima. A preparação da amostra para análise no granulômetro a laser é apresentada de forma sintética na FIGURA 9. Resumidamente, partindo-se de uma alíquota com 5 a 10 g de amostra previamente preparada (remoção de matéria orgânica e carbonatos), as etapas da análise granulométrica utilizando-se o acessório Hydro 2000MU do granulômetro a laser são:

- a) desagregação branda da amostra seca, com pistilo de borracha;
- b) peneiramento em peneira de malha 1,410 mm (-0,5 ϕ), que é a mais próxima, na escala ϕ , abaixo do limite de 1,6 mm tolerado pelo acessório Hydro 2000MU; caso a amostra mostre-se adequada para este procedimento, continuar com as etapas seguintes; caso contrário, ponderar se é preferível adotar outro método, ou separar a amostra em duas porções, para utilização de dois métodos;
- c) em béquer de 100 ml, dispersar a amostra em 50 ml de água deionizada, adicionando 0,1 g de pirofosfato de sódio ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$); agitar com agitador elétrico, e deixar decantar por 24 h;
- d) remover a água límpida; centrifugar o material decantado à rotação de 12.000 rpm, iniciando-se com intervalo de tempo de 15 min;
- e) caso perceba-se floculação (agitar manualmente e verificar se há decantação rápida), remover a água límpida e refazer o volume inicial com água deionizada, repetindo-se a centrifugação quantas vezes necessário até que não mais se observe floculação; este procedimento auxiliará na remoção de sais que possam estar provocando aglutinação de partículas;
- f) remover a água límpida e uniformizar a pasta centrifugada, utilizando-se espátula pequena, em forma de colher; esta uniformização é essencial para que o material a ser coletado para uso no Hydro 2000MU seja representativo da amostra, não sofrendo nenhum tipo de segregação durante a coleta;
- g) recolher com a espátula pequena alíquota da pasta uniformizada, o necessário e suficiente para atingir a obscuração exigida pelo acessório; uma vez coletada

esta alíquota, ela deverá ser totalmente utilizada no béquer do Hydro 2000MU, daí a necessidade de desenvolver prática de coleta da quantidade correta;

- h) diluir a alíquota coletada em tubo com cerca de 100 ml de água deionizada; agitar manualmente até dispersar completamente a pasta, e despejar todo o conteúdo no béquer de medição do Hydro 2000MU, com auxílio de pisseta contendo água deionizada, para garantir que nenhum material permaneça no tubo.

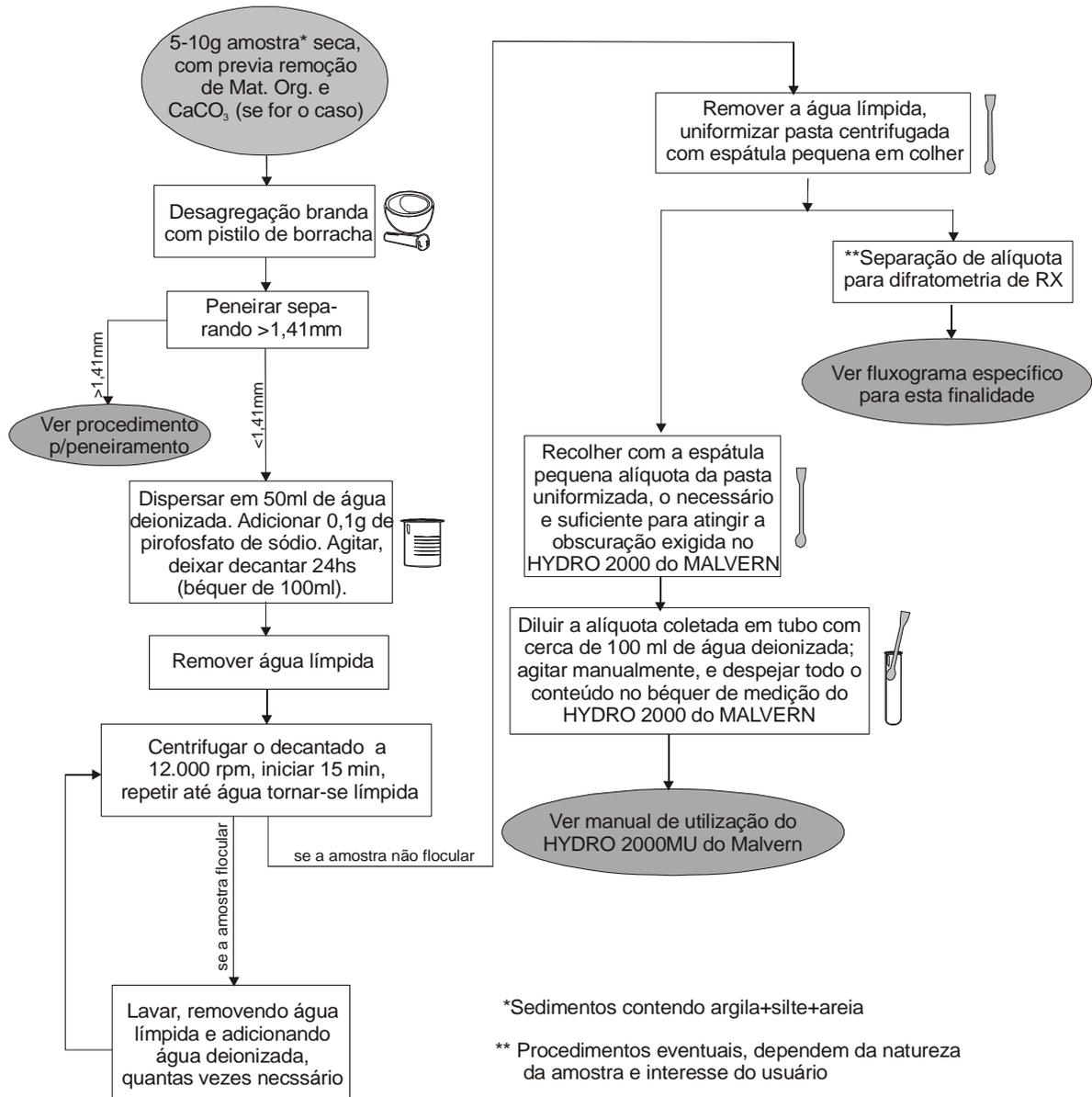


FIGURA 9: Fluxograma de preparação de amostras para medidas no acessório Hydro 2000MU do granulômetro a laser.

Para os procedimentos de utilização do Hydro 2000MU do Malvern, ver manual próprio existente no LABSED.

2.5.2 Análise granulométrica utilizando-se o acessório *Scirocco*

O *Scirocco* é a unidade de dispersão a seco do granulômetro *Malvern Mastersizer 2000*. Esta unidade é diretamente conectada a um sistema de ar comprimido e ar rarefeito (aspirador de pó), dimensionados respectivamente para produzir um fluxo de material passando em suspensão pelo sistema de medição a laser e para recolher a amostra analisada na saída da unidade óptica.

O LABSED dispõe de um manual de procedimentos específico para o acessório *Scirocco*, o qual deverá ser consultado para a utilização desse equipamento. A seguir serão apresentadas somente características fundamentais desta alternativa de análise, para auxiliar na decisão sobre sua eventual escolha.

Por trabalhar com a amostra a seco, onde o dispersante é o ar, um fluido de viscosidade relativamente baixa, o *Scirocco* é adequado para amostras na faixa granulométrica da areia, ou seja, entre 0,062 e 2,0 mm. É praticamente impossível obter amostras secas de sedimentos contendo silte e/ou argila sem a formação de agregados, o que falsearia os resultados.

Assim, o *Scirocco* é utilizável sobretudo para amostras naturais arenosas, como é o caso de sedimentos de dunas, praias, canais de maré ou canais fluviais. Pode ser desejável utilizar o *Scirocco* em amostras contendo silte e/ou argila, mas neste caso seria necessário antes a elutriação para a remoção destes finos. Um exemplo hipotético deste último caso seria a necessidade de determinar o teor de areia utilizável em moldes de fundição contida nas coberturas colúvio-eluviais da Formação Santa Rita do Passa Quatro, do interior paulista, a qual apresenta desde argila até pequenos seixos.

Um procedimento geral de preparação necessário para análise no *Scirocco* é:

- a) secagem (estufa a 50°C por 12 horas);
- b) desagregação branda, com pistilo de borracha;
- c) peneiramento separando somente a fração entre 0,062 e 2,0 mm;
- d) no caso de amostras contendo material fino (silte e/ou argila), tomar a fração separada na etapa anterior, e realizar todo o procedimento de elutriação (ver item 2.4.2.1), iniciando-se pela colocação da amostra em suspensão com dispersante para desfazer eventuais agregados de silte e/ou argila;
- e) após a elutriação, filtragem e secagem o material estará adequado para utilização no *Scirocco*, procedimento a ser consultado no manual próprio.

3 CONCENTRAÇÃO DE MINERAIS PESADOS

Os minerais pesados (minerais que afundam no bromofórmio, CHBr_3 , densidade aproximada de 2,83 a 2,89 g/cm^3), fornecem importantes informações sobre os sedimentos ou rochas sedimentares estudados, tais como proveniência, maturidade, relações entre sedimentação, tectônica, clima, etc.

3.1 Preparação da amostra

De maneira geral, o material a ser utilizado para a concentração de minerais pesados resulta da análise granulométrica por peneiramento (item 2.4.2). Pode acontecer de amostras de material muito fino (silte e argila) não produzirem areia suficiente para a separação de minerais pesados, partindo-se somente de 60 g, como indicado na FIGURA 1. Nestes casos, deve-se partir de uma quantidade maior de amostra (FIGURA 10). Eventualmente, conforme o interesse do usuário, pode acontecer da mineralogia de minerais pesados ser a única análise a ser realizada. Neste caso, pode-se realizar diretamente a elutriação, e a partir dela o peneiramento e separação de pesados.

A escolha da(s) fração(ões) granulométrica(s) a ser(em) utilizada(s) nas identificações de minerais pesados deve suceder a análise granulométrica. Normalmente, num peneiramento convencional com peneiras com malhas a cada $0,5 \phi$, são escolhidas as duas frações imediatamente abaixo da moda da fração arenosa da amostra, ou seja, o intervalo granulométrico entre 0,062 e 2,0 mm com a maior quantidade de amostra. Devido à maior densidade dos minerais pesados em relação ao quartzo, principal mineral constituinte dos sedimentos, é nas duas frações abaixo da moda que costumam concentrar-se os grãos de minerais pesados. Entretanto, uma observação expedita sob a lupa após o peneiramento pode ser útil para a escolha da(s) fração(ões) granulométrica(s) a ser(em) utilizada(s).

3.2 Separação densimétrica

Para a separação densimétrica é comumente utilizado o bromofórmio (CHBr_3), que tem densidade 2,83 a $2,89\text{g/cm}^3$, por permitir efetuar a separação de quartzo e feldspato, mais leves que este líquido, e que são usualmente os minerais mais abundantes nos sedimentos. Antes de se utilizar o bromofórmio deve-se sempre testar sua densidade, o que pode ser feito usando-se um romboedro de calcita pura medindo 1 cm^3 ($d = 2,72 \text{ g/cm}^3$) que ficará boiando na superfície do bromofórmio à semelhança de gelo em água. O procedimento de separação densimétrica pode ser assim esquematizado:

- a) em capela com sistema de exaustão, montar o sistema que será utilizado na separação (FIGURA 11), constituído de suporte de funis, funis de haste longa previamente limpos, secos, marcados com o código da amostra/fração granulométrica, mangueiras flexíveis (tipo “tripa de mico”) com cerca de 7 cm de comprimento nas extremidades dos funis, presilhas (pinças de Mohr) (FIGURA 11-D) fechando as saídas das mangueiras, papel filtro previamente marcado com código da amostra e fração granulométrica, funis pequenos com raias longitudinais internas e haste curta, frasco de Erlenmeyer de 200 a 250 ml; o funil superior com haste longa facilita a separação dos pesados e leves;

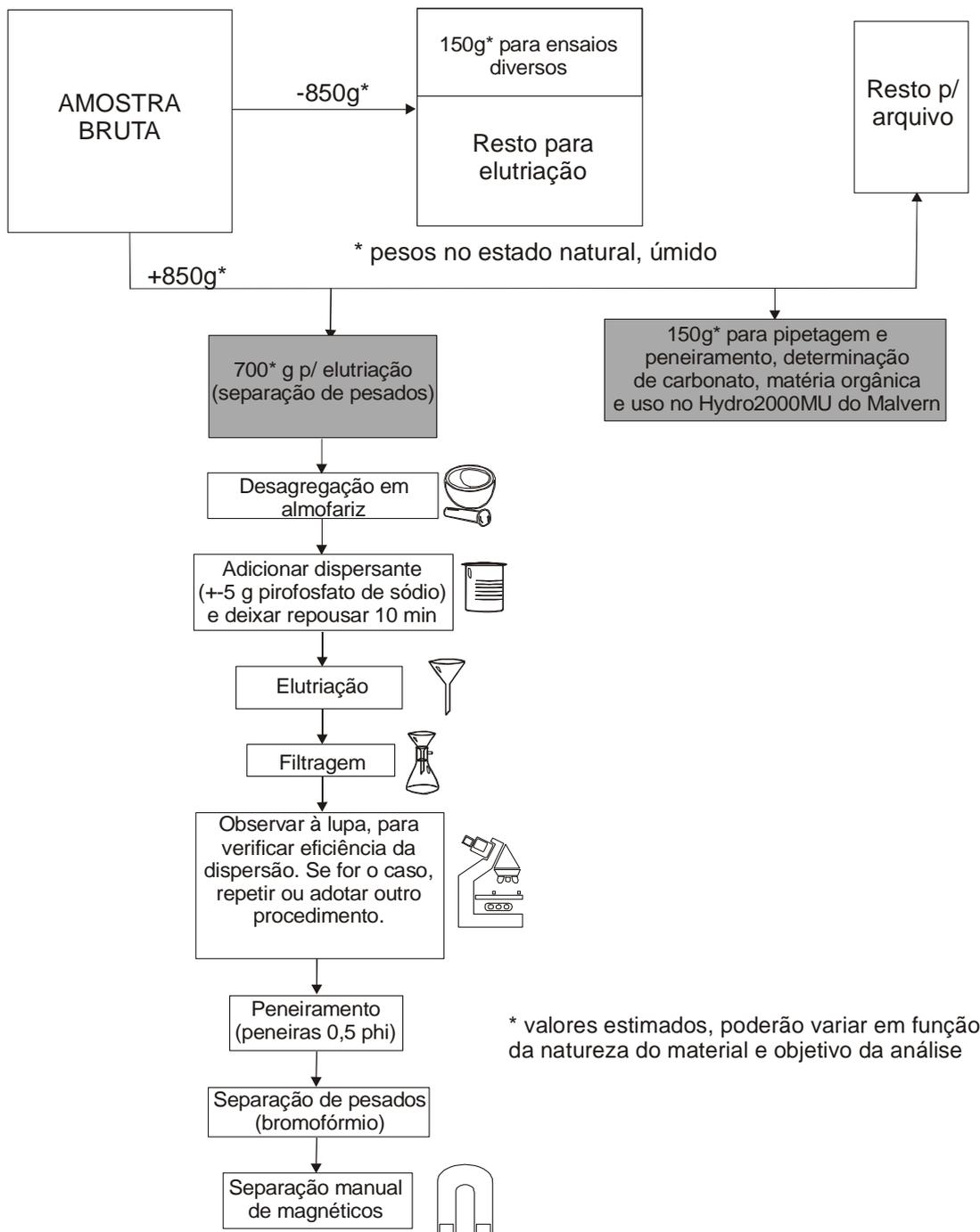


FIGURA 10: Fluxograma de separação de minerais pesados a partir de amostras com pouca areia.

- b) dentro da capela, e utilizando-se EPI - equipamento de proteção individual (máscara, óculos, avental) coloca-se o bromofórmio nos funis e em seguida as frações granulométricas a serem analisadas (FIGURA 11-A);
- c) deixar os grãos imersos no bromofórmio, agitando com um bastão de vidro, para facilitar a queda dos pesados (FIGURA 11-C); para massas de amostra da ordem de 20 g ou menores, recomenda-se realizar 10 agitações, com um a

dois minutos de intervalo entre elas, o que dá bons resultados e reduz o tempo do ensaio;

- d) após as agitações, o operador deverá observar através da haste do funil se ainda há muitos grãos em curso de queda (FIGURA 11-C), e avaliar se a separação pode ser concluída ou se a porcentagem de pesados no ensaio ainda pode ser alterada significativamente; se houver necessidade, continuar agitando a cada um a dois minutos; se não, proceder à retirada do material denso;
- e) liberar momentaneamente a pinça de Mohr, recolhendo o material denso no papel filtro que está dentro do funil sobre o Erlenmeyer (FIGURA 11-D);
- f) lavar o material denso com álcool comum, recolhendo a mistura álcool + bromofórmio em outro frasco de Erlenmeyer com outro funil, para evitar misturar muito bromofórmio com álcool; o bromofórmio misturado com álcool deve ser armazenado para posterior recuperação (ver item 3.8);
- g) após a retirada dos minerais pesados, coloca-se outro papel filtro previamente identificado no funil inferior, e libera-se a pinça de Mohr para recolher os leves, filtrando o bromofórmio; aguardar até que todo o bromofórmio escoe;
- h) lavar o material leve da mesma forma que foi feito para o material denso;
- i) depois da separação, deixar as amostras coletadas em papel filtro secar dentro da capela por pelo menos 6 horas.

3.3 Pesagem

Após a separação, todas as quantidades de minerais separadas, pesados e leves nas frações granulométricas utilizadas, deverão ser pesadas, para cálculo das proporções entre elas.

Após a pesagem, em balança digital com precisão de quatro dígitos à direita da vírgula, e anotação dos resultados em planilha própria (ANEXO 8), os grãos de minerais pesados deverão ser observados em lupa para certificar-se de que estão realmente limpos para as separações magnéticas. Caso contrário, deverá ser feita sua limpeza, conforme segue. Os dados de minerais pesados são ainda calculados pelo programa “minerais pesados” (ANEXO 9).

3.4 Limpeza dos grãos de minerais pesados

Os minerais pesados são normalmente identificados através de suas propriedades óticas determinadas sob microscópio petrográfico. É portanto necessário que estejam com suas superfícies limpas de películas de outros materiais. Os mais usuais destes materiais são cimentos carbonáticos, ferruginosos e argilosos, e para cada um deles é empregado um método de limpeza específico.



A - Conjunto para a separação densimétrica, constituído por suporte de funis, funis de haste longa, mangueiras flexíveis, pinças de Mohr, papel-filtro, funis de haste curta com raias longitudinais, frascos Erlenmeyer e bastão de vidro. O papel-filtro abaixo está destinado a coletar os leves, ao final da separação.



B - Agitação do bromofórmio com bastão de vidro, dentro de capela com exaustão.



C - Grãos de minerais pesados em curso de queda no bromofórmio.



D - Detalhe da pinça de Mohr que controla a saída de bromofórmio + grãos de minerais pesados do funil superior, e do frasco Erlenmeyer destinado a coletar o bromofórmio filtrado. Notar minerais pesados concentrados no tubo de saída do funil superior.

FIGURA 11: Etapas da separação densimétrica de minerais pesados, utilizando-se o bromofórmio como líquido denso.

3.4.1 Limpeza de películas carbonáticas e ferruginosas

A limpeza de amostra com película carbonática é feita com HCl, que destruirá não somente o carbonato do cimento mas também grãos carbonáticos eventualmente existentes na amostra. Em grãos de minerais pesados com este tipo de cimento, utiliza-se HCl a 5% em volume. Se houver interesse na preservação de grãos carbonáticos, deve-se fazer uma triagem dos mesmos antes do ensaio. O procedimento genérico neste tipo de limpeza pode ser assim esquematizado:

- a) coloca-se a amostra a ser tratada em um béquer de 300 ml;
- b) em seguida despeja-se sobre ela 100 ml de HCl a 5%, e aquece-se a mistura em placa aquecedora com temperatura em torno de 100°C;
- c) no momento que o ácido adquirir cor amarela forte, ferver por mais 5 minutos e retirar o béquer da placa;
- d) descartar a solução amarela, colocar mais 100 ml de ácido e voltar a aquecer; repetir até que o ácido aquecido permaneça incolor;
- e) terminado o tratamento deixar o béquer esfriar, lavar os grãos com água corrente e secar em estufa a 100°C por 3 horas.

3.4.2 Limpeza de películas ferruginosas

O melhor método de remoção completa de películas ferruginosas é pelo tratamento da amostra com hidrogênio nascente, produzido pela ação do ácido oxálico sobre o alumínio. A vantagem deste método é que carbonatos e apatita são apenas moderadamente atacados.

O tratamento pode ser efetuado da seguinte maneira:

- a) em um béquer de 500 ml, colocar a amostra e 300 ml de água destilada ou deionizada para cada 20 g de amostra (manter a proporção em caso de pesos diferentes);
- b) em seguida adiciona-se 15 g de ácido oxálico (em forma dissolvida) para cada 20 g de amostra (manter a proporção em caso de pesos diferentes);
- c) em seguida, introduz-se um cilindro perfurado ou placa de alumínio, de tal modo que o topo fique alguns centímetros acima da superfície, e ferve-se o líquido por 20 minutos;
- d) após a remoção do alumínio (que pode ser usado para muitos outros tratamentos do mesmo tipo), o líquido remanescente é descartado;
- e) a amostra é então lavada por várias vezes enchendo-se o béquer com água destilada ou deionizada e descartando-se a água;
- f) a amostra é finalmente seca em estufa a 50-60°C;
- g) após a secagem observa-se a amostra em lupa, e se ainda não estiver limpa repete-se o tratamento.

3.4.3 Limpeza de películas argilosas

É utilizado para amostras com cimento argiloso e/ou película argilosa. O procedimento é:

- a) espalhar a amostra em uma folha de papel rascunho (folha de computador tamanho A3) e passar sobre ela uma borracha de apagar lápis macia, apertando contra o papel, em movimentos circulares; a “sujeira” da amostra (óxidos e hidróxidos de ferro ou agregados de argilas) vai se desprendendo dos grãos e fazendo uma mancha marrom no papel;
- b) esta operação deve ser repetida até não aparecer mais mancha no papel; caso necessário, a amostra deve em seguida ser submetida ao ultra-som para completar a limpeza; para isso, coloca-se a amostra coberta com água destilada em um béquer de 20 ml; deve-se utilizar o ultra-som por tempo e com deslocamento adequados para a amostra; repetir a lavagem no ultra-som até que a água utilizada esteja límpida; toda esta operação deve ser controlada por lupa para observar se os grãos realmente estão limpos;
- c) após todo este procedimento colocar em estufa a 50-60°C por 6 horas; seco, o material deve ser peneirado novamente (isto porque a granulometria pode ter se modificado frente à limpeza e lavagem);
- d) após o peneiramento observar todas as amostras em lupa, para verificar a eventual presença de partículas estranhas, tais como fragmentos de papel, pincel ou borracha; caso presentes, estes fragmentos devem ser retirados com auxílio de uma pinça.

3.5 Separação magnética com ímã de mão

Esta separação deve ser realizada em todas as frações escolhidas para o estudo de minerais pesados. O procedimento geral pode ser assim descrito (FIGURA 12):

- a) após a separação densimétrica, pesar em balança analítica as frações a serem estudadas para os minerais pesados;
- b1) para cada fração granulométrica, espalhar os grãos pesados sobre uma folha de papel A3 liso e fazer a separação magnética, utilizando um ímã de mão, que deve ser passado sobre os grãos; o ímã deve ser envolto em papel macio ou saco plástico, para facilitar a remoção dos grãos que a ele aderirem; espanar suavemente os grãos aderidos ao ímã com pincel fino antes de retirar o papel envoltório; sobre outra folha de papel liso A4, o ímã é retirado de dentro do envoltório, recolhendo-se os grãos que são liberados; repetir a operação até que o ímã não atraia mais grãos;
- b2) um procedimento alternativo consiste em colocar a amostra espalhada em plano inclinado e passar o ímã em movimento ascendente, por sob o plano;

desse modo, contrapõe-se a força da gravidade à atração magnética e apura-se a separação;

- c) acondicionar separadamente os grãos magnéticos dos não-magnéticos;
- d) pesar as duas frações, magnética e não-magnética, sendo então possível expressá-las em forma de proporção ou porcentagem; os dados são anotados em planilha própria (ANEXO 8); a fração magnética deverá ser arquivada e a não magnética será utilizada para os procedimentos subseqüentes.

Normalmente, a separação manual é suficiente para que os grãos de minerais ferromagnéticos (magnetita) e paramagnéticos (pirrotita, algumas ilmenitas), que são também opacos, sejam separados.



A



B



C



D



E

FIGURA 12: Separação manual de minerais pesados magnéticos; A - distribuir a amostra de minerais pesados sobre papel A3 liso e utilizar ímã envolto em papel fino e flexível; B, C e D - passar o ímã sobre a amostra, e retirá-lo de dentro do papel sobre outra folha para coleta dos magnéticos; E - as duas alíquotas finais, magnéticos e não magnéticos, que deverão ser submetidas a pesagem e embaladas para arquivo ou outros ensaios.

3.6 Separação eletromagnética

A variação de amperagem e de inclinação horizontal e vertical do separador isodinâmico FRANTZ (FIGURA 13) possibilita a separação dos minerais de acordo com suas suscetibilidades eletromagnéticas. O procedimento genérico pode ser assim apresentado:

- a) calibrar o aparelho na amperagem desejada (FIGURA 13-D) e colocar a amostra no alimentador;
- b) inclinar a canaleta lateralmente contra o eletroímã presente na parte interna do equipamento, e verticalmente, contra o recipiente de entrada (alimentador); as inclinações lateral e vertical devem ser anotadas e padronizadas por ensaio; como valores de rotina do LABSED sugere-se utilizar -15° de inclinação lateral;
- c) ligar a vibração e regular o fluxo de saída do material pelo alimentador; o fluxo ideal deve assemelhar-se a uma fileira de grãos parecendo um traço forte feito com um lápis de ponta grossa; o procedimento é regulado tanto pela amperagem como pelos vibradores (FIGURA 13-D) e pelos ângulos de inclinação longitudinal e transversal ao fluxo dos grãos no campo magnético;
- d) o material não magnético cairá no recipiente colocado na posição mais baixa da canaleta; o material magnético cairá no recipiente colocado na posição mais alta da canaleta, onde a força magnética compensa o peso (FIGURA 13-F);
- e) após a separação, o material deve ser pesado e os pesos, tanto do magnético como do não magnético, anotados em ficha própria (ANEXO 8); o magnético irá para arquivo e o não magnético continuará a ser processado;
- f) pode-se fazer outras separações, procede-se da mesma forma, sob maior amperagem (e assim para todas as outras separações até a amperagem máxima);
- g) completado este procedimento, a amostra estará preparada para confecção de lâminas de minerais pesados de frações com diferentes suscetibilidades magnéticas.

3.7 Montagem de lâminas de minerais pesados

As lâminas destinam-se à análise dos minerais pesados sob o microscópio petrográfico. O procedimento genérico pode ser assim descrito:

- a) limpeza de todas as lâminas a serem utilizadas, empregando-se algodão com álcool e uma flanela bem limpa para secá-las;
- b) após a limpeza, colocá-las em uma bandeja forrada com um papel rascunho; anotar o código da amostra e fração granulométrica na parte fosca da lâmina, ou em etiqueta própria a ela previamente aderida;
- c) em um cadinho de porcelana, colocar a quantidade a ser utilizada (depende do número de lâminas a serem preparadas) de bálsamo do Canadá natural (mais

- recomendado, pois permite o cozimento adequado) ou CAEDEX (sintético), e aquecer o cadinho sobre placa a 110°C;
- d) inicia-se então a montagem, feita com o bálsamo ainda quente, porque frio ele endurece não dando condições de manuseio; toma-se uma lâmina e, com a ajuda de um bastão de vidro, pingam-se sobre ela de 3 a 5 gotas de bálsamo;
 - e) em seguida coloca-se a amostra sobre o bálsamo (em torno de 1000 grãos); o material pesado restante deve ser arquivado para outras eventuais análises;
 - f) colocar a lamínula sobre o bálsamo com os grãos, utilizando-a como uma espátula, de modo a evitar assim a formação de bolhas; pressionar e movimentar levemente a lamínula com o auxílio de uma pinça, expulsando as eventuais bolhas e o excesso de bálsamo e espalhando o material por toda a área sob a lamínula; todo este procedimento deve ser feito com bastante cuidado e leveza de movimentos para evitar quebra da lamínula; em caso de quebra, a lamínula deverá ser substituída por outra, colocando-se antes disso mais bálsamo e mais amostra sobre a lâmina;
 - g) para limpeza da lâmina, após o resfriamento, utiliza-se inicialmente algodão embebido em xilol para retirar todo excesso de bálsamo; este procedimento deve ser realizado dentro da capela e com uso de máscara pelo laboratorista, visto que o xilol é volátil e cancerígeno; em seguida, para a limpeza final da lâmina, utiliza-se algodão embebido em álcool.

3.8 Recuperação do bromofórmio

Após a separação densimétrica dos minerais pesados (item 3.2), é necessário recuperar o bromofórmio, por se tratar de um produto caro. A maior parte do bromofórmio utilizado na separação densimétrica é recuperado durante a própria operação. Outra parte, entretanto, resulta misturada com álcool, após a lavagem das frações afundada e flutuada. O procedimento genérico para recuperação desta parte deve ser feito em pia em capela e pode ser assim esquematizado:

- a) montar sistema constituído de kitasato de 1000 a 4000 ml com saída superior, tubo de vidro tipo sifão ou mangueira, rolha com furo central e papel filtro (FIGURA 14); no furo da rolha deve ser introduzido o tubo de vidro (ou mangueira), conectando-se a sua extremidade superior a torneira de água comum;
- b) colocar a mistura de bromofórmio com álcool a ser recuperada dentro do kitasato, em quantidade não superior a 50% da capacidade do recipiente;
- c) colocar um romboedro de calcita de cerca de 1 cm³ dentro da mistura; ele servirá para indicar a densidade do líquido;
- d) introduzir o tubo dentro do kitasato, passando-o através do furo da rolha, até uma altura de mais ou menos 5 cm abaixo do nível da mistura bromofórmio + álcool;



A



B



C



D



E



F

FIGURA 13 - A: visão geral do separador eletromagnético Frantz modelo L2; B: detalhe do recipiente de entrada da amostra e de canaletas para a separação das frações não-magnética (abaixo) e magnética (acima); C: painel de controle dos vibradores do recipiente de amostras e das canaletas; D: painel de controle do amperímetro que controla a intensidade da corrente do campo magnético; E: processo de separação em andamento; os não-magnéticos caem para a parte inferior da canaleta, e os magnéticos seguem, atraídos pelo campo, na parte superior; F: recipientes de coleta ao final da separação.

- e) conectar a outra ponta da mangueira em uma torneira, a qual vai alimentar fluxo d'água para dentro do kitasato; na saída do kitasato pode ser conectada outra mangueira para a saída da mistura água + álcool, a ser descartada; esta outra

mangueira não é imprescindível, serve para dirigir o líquido descartado diretamente para o ralo;

- f) abrir a torneira; a água ao entrar no kitasato mistura-se com o álcool mais leve, e escoar para fora pela saída do kitasato, deixando no fundo do recipiente apenas o bromofórmio (FIGURA 14-B); no início da operação, o fluxo de água deve ser lento, aumentando-se gradativamente; o fluxo d'água ideal após o fluxo lento, deve ser o máximo tal que não pressione a rolha que está tampando o kitasato;
- g) o bromofórmio estará recuperado quando o romboedro de calcita ficar sobrenadando entre o nível água/bromofórmio, ou quando se observar nitidamente a separação (FIGURA 14-C);
- h) sifonar o excesso de água do kitasato com cuidado para não arrastar também o bromofórmio que está no fundo;
- i) em seguida colocar o bromofórmio em um balão de separação com torneira, apoiado em suporte de funis e sob ele uma montagem de frasco Erlenmeyer de 1000 ml e um funil com papel-filtro qualitativo (filtração rápida) (FIGURA 14-D); procede-se à filtração do bromofórmio, que consiste em abrir a torneira do balão e deixar passar todo o bromofórmio através do papel filtro (FIGURA 14-E);
- j) finalmente, testar a densidade do bromofórmio recuperado utilizando-se o romboedro de calcita, ou através de sua pesagem em balão volumétrico previamente tarado.

4 IDENTIFICAÇÃO DE MINERAIS ARGILOSOS

A identificação dos minerais nas frações argila e silte presentes em solos, sedimentos e rochas sedimentares normalmente é realizada através da difratometria de raios X. Para tal, é necessário preparar lâminas com o material da fração granulométrica que se deseja analisar. Existem algumas possibilidades de coleta de material das frações finas, podendo-se citar:

- a) após a pipetagem, e antes de ser realizada a elutriação, pode-se coletar o material em suspensão na proveta (item 2.4.2.1) e centrifugá-lo para obter pasta argilosa (menor que 0,004 mm) para a preparação da lâmina;
- b) no procedimento de preparação de amostras para análise no Hydro 2000MU do granulômetro a laser, após a primeira fase de centrifugação pode-se separar alíquota para a difratometria; neste caso, combinando-se os tempos de coleta após a agitação e a profundidade, pode-se coletar material de diferentes granulometrias, conforme o interesse do usuário (FIGURA 15).



FIGURA 14: Processo de recuperação de bromofórmio misturado com álcool remanescente de separação densimétrica. A: kitasato conectado a torneira, com mistura álcool + bromofórmio a ser separada; B: líquido branco produzido durante o início do fluxo de água, devido à mistura água + álcool; C: bromofórmio (líquido amarelo no fundo) mais água; D: balão de separação utilizado para recolher o bromofórmio no frasco Erlenmeyer; E: separação final do bromofórmio recuperado no frasco Erlenmeyer.

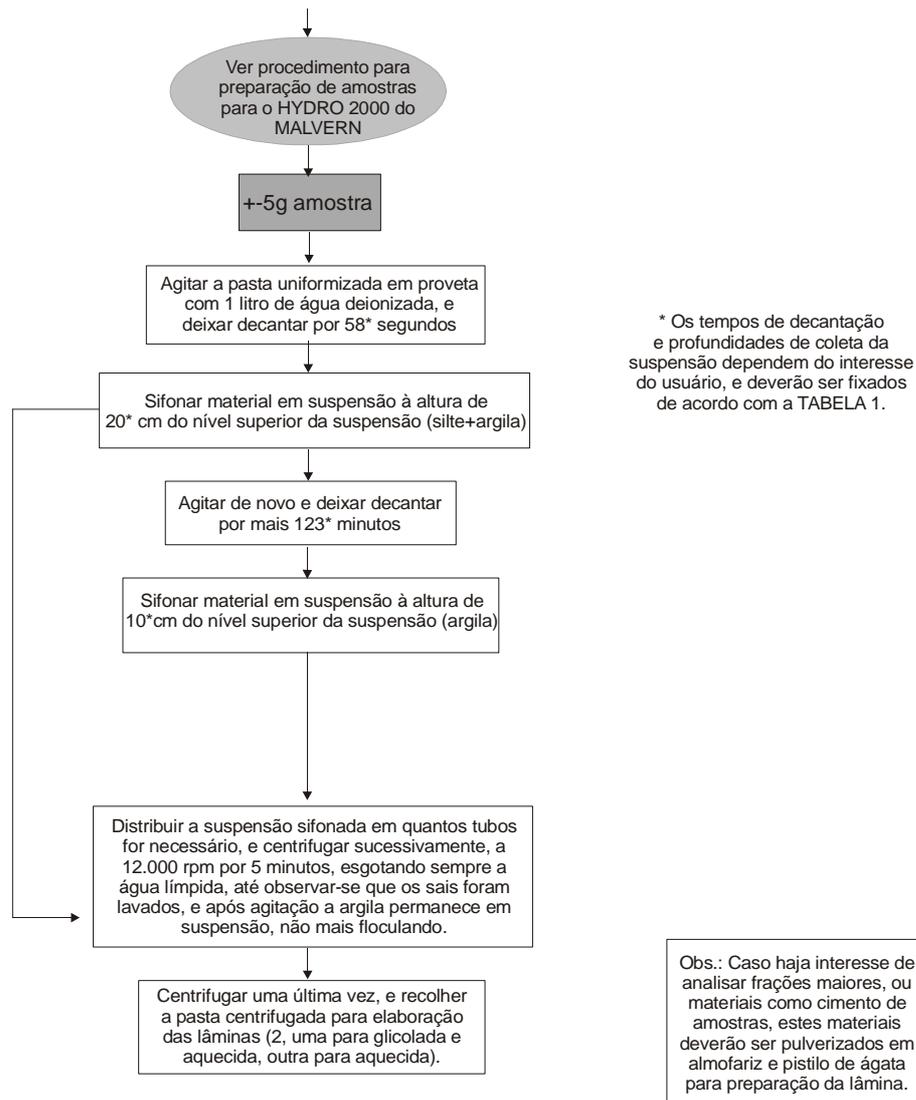


FIGURA 15: Fluxograma de preparação de lâminas de argila (e silte) para análise por difratometria de raios X.

Notar que, nos dois casos acima, antes da coleta do material para preparação das lâminas, a amostra já passou por desagregação, defloculação, e, se for o caso, remoção de matéria orgânica e carbonatos.

Existe ainda a possibilidade de que uma amostra chegue ao laboratório unicamente com a solicitação de determinação da composição da fração argila. Neste caso, o procedimento a ser adotado é esquematizado a seguir (item 4.1).

4.1 Sedimentação do material fino (argila e/ou silte)

O passo inicial na preparação das lâminas é a obtenção de material fino sedimentado na granulometria desejada. Os procedimentos para tanto podem ser assim esquematizados:

- a) colocar alíquota de cerca de 50 g de amostra em caneco plástico de 1000 ml, adicionar 1 g de pirofosfato de sódio e 400 ml de água deionizada ou destilada;
- b) agitar em misturador a hélice por 15 min;
- c) colocar todo o material em proveta de 1000 ml com ajuda de pisseta com água deionizada, e completar o volume da proveta para 1000 ml, também com água deionizada ou destilada;
- d) deixar em repouso por 1 hora; não havendo floculação (ver item 2.3) continuar o ensaio, realizando a centrifugação do material; havendo floculação deve-se fazer a lavagem da amostra, conforme segue:
 - d.1) agitar a amostra na proveta utilizando um agitador manual e deixar em repouso por 24 horas;
 - d.2) no dia seguinte observar se todo material está decantado no fundo da proveta e a água da mistura está límpida; deve-se então sifonar toda água com cuidado para não arrastar também o material argiloso do fundo;
 - d.3) completar o volume da proveta para 1000 ml, agitar novamente e deixar em repouso por mais 24 horas;
 - d.4) no dia seguinte, se a água estiver límpida, sifonar novamente e repetir o passo anterior, até observar que o material não está floculando totalmente, ou seja, a água mantém-se turva;
 - d.5) colocar novamente 1 g de pirofosfato de sódio dentro da proveta, colocar água deionizada ou destilada até 500 ml, e agitar por 2 minutos com um agitador manual;
 - d.6) após ter agitado, completar o volume para 1000 ml; observar novamente se não está floculando;
 - d.7) medir a temperatura da solução com um termômetro, para uso correto da tabela de decantação (LEWIS & McCONCHIE, 1994), que relaciona temperatura, tempos e profundidades de coleta; no LABSED o ambiente é climatizado a 21°C;
 - d.8) com um sifão marcado nas alturas de 10 e 20 cm, introduzido dentro da proveta na altura desejada, sifonar toda a amostra acima desta altura, após ter decorrido o respectivo tempo de sedimentação;
- e) homogeneizar (agitar manualmente) o material coletado e colocá-lo nos tubos plásticos da centrífuga, distribuindo-o de modo que o peso seja rigorosamente uniforme, para evitar danos à centrífuga e problemas com a amostra;
- f) ajustar a centrífuga para 4000 rpm, colocar os tubos e centrifugar por 10 minutos;
- g) retirar os tubos da centrífuga, observar se o sobrenadante é água límpida, e se for, descartá-la; do contrário pode-se utilizar 1 g de floculante para se obter decantação completa (o floculante comumente utilizado é o cloreto de sódio).

Além deste procedimento genérico acima, existem outras possibilidades de coleta de argila para a elaboração das lâminas, durante a realização de outros procedimentos.

As duas situações mais comuns em que se pode realizar a coleta da argila para lâminas são:

- 1) durante a pipetagem (item 2.4.1), após a coleta da última alíquota e antes da elutriação, a suspensão contendo argila pode ser sifonada (FIGURA 16); a partir desta suspensão é feita a centrifugação para preparação das lâminas; neste caso, a granulometria do material coletado situar-se-á realmente na fração argila, ou seja, partículas menores que 4μ ($0,004\text{ mm}$);
- 2) ao final da preparação de amostras para análise no acessório Hydro 2000MU do Malvern (item 2.5.1, FIGURA 9); neste caso, a granulometria do material coletado será correspondente à distribuição granulométrica de toda a amostra.



A



B



C

FIGURA 16: Sifonagem após a pipetagem, para coleta da suspensão para preparação de lâminas de argila. A: sifonagem; B: distribuição da suspensão coletada em tubos para a centrifuga, apresentando exatamente os mesmos pesos; C: arranjo dos tubos com a suspensão na centrífuga.

4.2 Montagem de lâmina de material fino para análise por difratometria de raio X

Obtido o material fino sedimentado na granulometria desejada, o passo seguinte é a preparação das lâminas. Normalmente, preparam-se três lâminas com a mesma amostra, a serem submetidas a diferentes tipos de tratamento prévio à difratometria: secagem ao ar, aquecimento à mufla e glicolagem. Os procedimentos para elaboração das lâminas podem ser assim esquematizados:

- a) tomam-se três lâminas de vidro de 25x25 mm, foscas em uma das faces, previamente lavadas e limpas com álcool; marcar as lâminas com o código da amostra;
- b) homogeneizar, misturando-se com espátula pequena, o material que foi centrifugado no procedimento anterior; tomar pequenas quantidades deste material (FIGURA 17-A) e colocar sobre cada uma das lâminas (FIGURA 17-B);
- c) utilizando outra lâmina, espalhar a pasta por toda a superfície, de modo a obter camada fina e homogênea (FIGURA 17-C, D e E); os movimentos durante o espalhamento do material devem ser em um só sentido, para que as partículas placóides fiquem orientadas na superfície da lâmina;
- d) terminada a montagem (FIGURA 17-F), encaminhar as lâminas para a análise por difratometria de raios X.

5 IMPREGNAÇÃO DE ROCHA SEDIMENTAR PARA PREPARAÇÃO DE LÂMINA

Freqüentemente as rochas sedimentares granulares apresentam muitos vazios, cujo volume e geometria é necessário conhecer. Além disso, os vazios tornam a rocha frágil e friável, e podem prejudicar a elaboração de lâmina delgada para análise sob o microscópio petrográfico. Por tais motivos, usa-se o artifício de impregnar amostras de tais rochas com uma resina colorida, que, ao mesmo tempo que confere certa coesão e resistência à rocha, destaca, pela cor, a porosidade natural, diferenciando-a dos poros formados durante a laminação. No LABSED o equipamento utilizado é o impregnador a vácuo Struers Epovac. Os procedimentos para a impregnação, que precede a laminação, são (FIGURA 18):

- a) obter um fragmento da amostra de tamanho adequado (cerca de 1cm³) para caber nos recipientes de borracha flexível apropriados para a câmara de vácuo (frascos Struers de 30 mm de diâmetro);
- b) secar a amostra em estufa a 50-60°C, durante 24 horas;
- c) introduzir a amostra na câmara de vácuo do impregnador, acondicionada dentro do frasco de borracha (FIGURA 18-B);



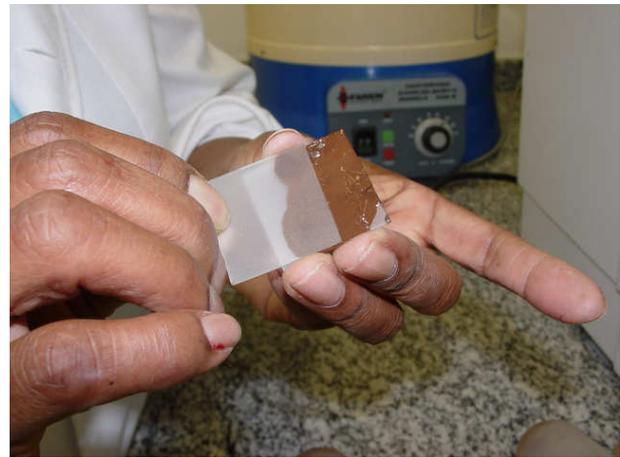
A



B



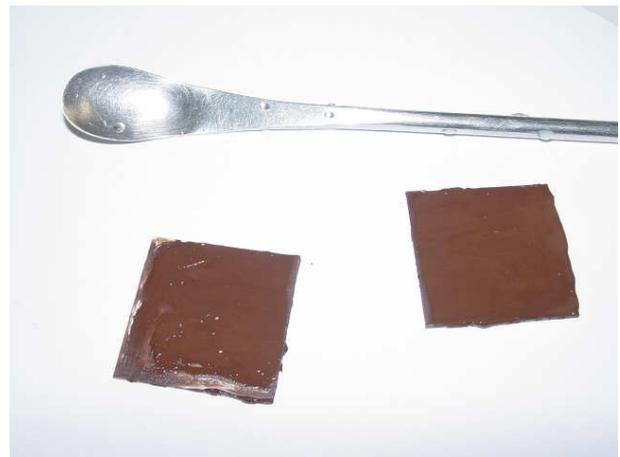
C



D



E



F

FIGURA 17: Preparação de lâmina de argila para difratometria de raio-x. A: coleta de argila centrifugada a partir de suspensão; B: colocação da argila sobre a lâmina; C, D e E: distribuição da argila sobre duas lâminas, utilizando-as como espátulas; F: aspecto final das lâminas.

- d) após cerca de 1 hora de vácuo (~300 mbar), preparar mistura utilizada como meio impregnante, com os componentes nas seguintes proporções: 50 ml de resina Epoxiglass 1204 (XGY 1109), 5 ml de endurecedor Epoxiglass, 7 ml de álcool etílico (C_2H_6O) e 1,0 g de corante azul de Orasol; a função do álcool (solvente) é diminuir a viscosidade da resina e assim possibilitar o preenchimento dos poros menores; a mistura preparada com estas quantidades deverá ser suficiente para impregnar cerca de seis amostras de 1 cm^3 ;
- e) assim que preparada a mistura de impregnação, dar início ao gotejamento dentro do recipiente de borracha flexível; a velocidade de gotejamento mais eficiente para o equipamento utilizado é de aproximadamente 1 gota/s; durante esse processo, deve-se cuidar para que as gotas caiam dentro do recipiente ao lado da amostra, e nunca sobre ela, pois isto dificultaria a saída do ar contido nos poros da amostra e a penetração efetiva da resina;
- f) após recoberta totalmente pela mistura de impregnação, deixar a amostra no vácuo por cerca de 2 horas; em seguida a amostra impregnada é retirada do vácuo, e deixada por aproximadamente duas horas sobre a bancada, para só então ser levada à estufa a $50-60^\circ\text{C}$, por 24 horas;
- g) a amostra, agora já endurecida, é extraída do frasco de borracha, para ser submetida aos procedimentos de corte e laminação; para cada amostra impregnada, normalmente são feitas duas lâminas: uma com lamínula para descrição ao microscópio petrográfico, e outra sem lamínula para estudos ao microscópio eletrônico de varredura.

6 TINGIMENTO (*STAINING*) PARA DIFERENCIAÇÃO DE CARBONATOS

Para rochas carbonáticas, pode ser necessário distinguir calcita de dolomita, ou mesmo identificar a presença de ferro nestes minerais. Uma técnica de tingimento foi proposta para esta finalidade (DICKSON, 1965), conforme segue:

- a) preparar lâmina delgada da amostra a ser tingida, sem impregnação e sem lamínula;
- b) preparar uma solução A constituída de 150 ml de ácido clorídrico 1,5% (diluída em água destilada) e 0,3 g de alizarina vermelha S ($C_{14}H_7O_7SNa$);
- c) preparar uma solução B constituída de 100 ml de ácido clorídrico 1,5% (diluída em água destilada) e 2,0 g de ferricianeto de potássio [$K_3Fe(CN)_6$];
- d) misturar as soluções A e B, de tal forma que a proporção A:B seja de 3:2;
- e) imergir a lâmina sem lamínula em solução de ácido clorídrico 1,5% (diluída em água destilada) por 10-15 segundos, para remoção de eventuais poeiras e recobrimentos; este procedimento não é essencial, mas em muitos casos sua utilização torna o resultado do tingimento mais eficaz;



A



B



C



D



E

FIGURA 18: Impregnação de amostras de rochas friáveis; A - colocação das amostras previamente secas, de tamanho adequado, em recipientes de borracha flexível; B - colocação das amostras na câmara de vácuo; C - após cerca de 1 hora de vácuo, preparar mistura de impregnação; D - controlar a velocidade de gotejamento da mistura de impregnação, dentro dos recipientes de borracha flexível, ao lado, e não sobre a amostra; E - amostras retiradas da câmara de vácuo, em repouso antes de serem colocadas na estufa, onde a resina vai enrijecer.

- f) imergir a lâmina sem lamínula na mistura de soluções por 30-45 segundos, agitando levemente;
- g) lavar a lâmina rápida mas cuidadosamente com água destilada;

- h) secar a superfície tingida o quanto antes, porque o tingimento é solúvel em água; não tocar na superfície tingida, deixar secar no ambiente, pois o tingimento é um precipitado muito frágil;
- i) após o tingimento, os carbonatos apresentar-se-ão da seguinte forma:
 - i1) calcita: rosa ou vermelho muito tênue;
 - i2) calcita com ferro: superposição de rosa ou vermelho muito tênue com azul tênue a forte, resultando em azul roial ou púrpura;
 - i3) dolomita: sem cor;
 - i4) dolomita com ferro: turquesa (azul esverdeado) tênue a forte, dependendo do conteúdo de ferro.

7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Como já destacado no início deste manual, seu objetivo é orientar os usuários a respeito dos procedimentos laboratoriais mais comuns realizados no Laboratório de Sedimentologia - LABSED do Departamento de Geologia Sedimentar e Ambiental do Instituto de Geociências da USP. Durante sua elaboração não houve preocupação em aprofundar aspectos conceituais e teóricos, abordados somente quando considerados imprescindíveis para a compreensão dos procedimentos.

Convém ainda reafirmar que os procedimentos aqui descritos devem ser tomados como indicativos, pois freqüentemente, em função das características das amostras a serem analisadas e dos objetivos das análises, podem ser necessários procedimentos específicos, distintos dos constantes deste manual.

Além da colaboração de laboratoristas, estagiários e usuários do LABSED, incluindo-se alunos de graduação do curso de Geologia, a estruturação deste manual foi muito auxiliada pela existência de um texto informal antigo, elaborado no âmbito do laboratório de sedimentologia da DIGEO - Divisão de Geologia do IPT - Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, a quem são devidos agradecimentos.

BIBLIOGRAFIA

- DICKSON, J.A.D. 1965. A modified staining technique for carbonates in thin section. *Nature*, v.205, p.587.
- FOLK, R.L. & WARD, W.C. 1957. Brazos river bar: a study in the significance of grain size parameters. *Journal Sedim. Petr.*, v.22, n.3, p.125-145.
- LEWIS, D.W. & McCONCHIE, D. 1994. *Analytical Sedimentology*. New York, Chapman & Hall, 197p.
- SUGUIO, K. 1973. *Introdução à sedimentologia*. São Paulo, Ed. Edgard Blücher/EDUSP. 317p.
- TUCKER, M. (Ed.). 1988. *Techniques in sedimentology*. London, Blacwell, 394p.

ANEXOS

1 - Modelo de ficha de controle de amostras

2 - Modelo da planilha de resultados do programa Matéria Orgânica

3 - Modelo da planilha de resultados do programa Carbonato

4 - Tabela de tempos e alturas de pipetagem (até seis amostras)

5 - Modelo da ficha de anotação de dados de análise granulométrica

6 - Exemplo de planilha de cálculo do programa Phi Labsed (granulometria)

7 - Exemplo de resultados do programa Momento (parâmetros estatísticos de distribuição granulométrica)

8 - Ficha de anotação de pesos para cálculo de proporções

9 - Modelo da planilha de resultados do Programa Minerais Pesados

PREÂMBULO.....	1
1 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA PARA ANÁLISE	1
1.1 Secagem de amostras	1
1.2 Remoção de matéria orgânica de solos e sedimentos	3
1.2.1 Determinação do teor de matéria orgânica em turfa	4
1.3 Remoção de carbonato de cálcio em sedimentos	5
1.4 Remoção de sais solúveis	5
2 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DE SEDIMENTOS	6
2.1 Finalidades das análises granulométricas	7
2.2 Velocidade de decantação de partículas em líquido estacionário (lei de Stokes)	7
2.3 Floculação de sedimentos argilosos e silticos	9
2.4 Análise granulométrica por pipetagem e peneiramento	10
2.4.1 Análise granulométrica por pipetagem	11
2.4.2 Análise granulométrica por peneiramento	15
2.4.2.1 Elutriação ou deslamagem	15
2.4.2.2 Peneiramento propriamente dito	18
2.5 Análise granulométrica pelo granulômetro a laser	20
2.5.1 Análises granulométrica utilizando o acessório Hydro 2000MU	20
2.5.2 Análise granulométrica utilizando-se o acessório <i>Scirocco</i>	23
3 CONCENTRAÇÃO DE MINERAIS PESADOS	23
3.1 Preparação da amostra	24
3.2 Separação densimétrica.....	24
3.3 Pesagem	26
3.4 Limpeza dos grãos de minerais pesados	26
3.4.1 Limpeza de películas carbonáticas e ferruginosas	28
3.4.2 Limpeza de películas ferruginosas	28
3.4.3 Limpeza de películas argilosas	29
3.5 Separação magnética com ímã de mão	29
3.6 Separação eletromagnética.....	31
3.7 Montagem de lâminas de minerais pesados	31
3.8 Recuperação do bromofórmio.....	32
4 IDENTIFICAÇÃO DE MINERAIS ARGILOSOS	34
4.1 Sedimentação do material fino (argila e/ou silte)	36
4.2 Montagem de lâmina de material fino para análise por difratometria de raio X.....	39
5 IMPREGNAÇÃO DE ROCHA SEDIMENTAR PARA PREPARAÇÃO DE LÂMINA	39
6 TINGIMENTO (<i>STAINING</i>) PARA DIFERENCIAÇÃO DE CARBONATOS	41
7 CONSIDERAÇÕES FINAIS	43
BIBLIOGRAFIA	43
ANEXOS	44