

Estratégia para o Preparo de Amostras de Aluminossilicatos

Fernanda S. Chaves Soares^{1,2*}(PG), Patrícia H. Toniolo Silva^{1,2}(PG), Alberto C. C. Bernardi^{1,2}(PQ), Ana Rita A. Nogueira^{1,2}(PQ)

*fernandasantiago05@hotmail.com

¹Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), ²Embrapa Pecuária Sudeste..

Palavras Chave: Preparo de amostras, Radiação Microondas, Aluminossilicato.

Introdução

A caracterização química de aluminossilicatos geralmente emprega mistura de ácidos nítrico, clorídrico e fluorídrico. A digestão ácida pode provocar a precipitação de fluoretos de Al(III), Ca(II), Fe(III) e Mg(II), impedindo a recuperação total desses elementos¹. Em alguns minerais, como as zeólitas naturais, conhecer a razão entre os átomos de Al e Si em sua estrutura é extremamente importante, visto que a densidade de carga negativa na rede cristalina está ligada diretamente com esta característica². Assim, a propriedade de troca catiônica da zeólita é uma função da relação Si e Al. O presente trabalho tem como objetivo propor adaptações ao método de decomposição de amostras de solos, desenvolvido por Vieira et al. (2005), para aplicações em minerais aluminossilicatados.

Resultados e Discussão

Aproximadamente 100 mg de três amostras de zeólitas naturais foram decompostas em um forno microondas com cavidade (Multiwave, Anton Paar). 2 mL água régia (3HCl 36 % v/v:1HNO₃ 65% v/v) e 1 mL peróxido de hidrogênio (30% v/v) foram empregados no aquecimento (Tabela 1).

Tabela 1. Programa de aquecimento em forno de microondas com cavidade.

Etapa	Potência (w)	Tempo (min)	Descrição
1	400	3	Pré-aquecimento
2	850	6	Aquecimento
3	1000	10	Aquecimento
4	0	15	Resfriamento

Após resfriamento, a mistura foi aferida com água para 10 mL e centrifugada. O precipitado silicatado foi dissolvido, adicionando-se 3 mL de HF concentrado e levado para um banho ultrassônico por 1 h. Após a dissolução, foram adicionados 1,5 g de H₃BO₃ para complexação dos fluoretos remanescentes. A mistura resultante foi adicionada

ao digerido, e o volume foi ajustado para 15 mL com água. As determinações foram feitas por ICP OES (Varian, Austrália). Na Tabela 2, encontra-se representada a composição elementar das amostras de zeólitas naturais.

Tabela 2. Composição química das amostras de zeólita.

	Las Carolinas	Klinolith® %	Complexo Zeolítico Brasileiro
Al	14,23 ± 0,13	15,50 ± 0,06	8,70 ± 0,64
Ba	0,22 ± 0,02	0,10 ± 0,01	0,14 ± 0,01
Ca	6,51 ± 0,01	6,26 ± 0,25	5,03 ± 0,39
Cr	-	-	0,03 ± 0,01
Cu	0,07 ± 0,01	-	0,01 ± 0,01
Fe	3,33 ± 0,24	2,37 ± 0,06	4,29 ± 0,38
K	2,31 ± 0,15	4,67 ± 0,13	2,12 ± 0,16
Mg	0,65 ± 0,05	1,62 ± 0,04	2,57 ± 0,32
Mn	0,08 ± 0,01	0,06 ± 0,01	0,08 ± 0,01
Na	5,29 ± 0,40	0,62 ± 0,02	0,28 ± 0,04
Si	67,29 ± 0,64	68,74 ± 0,71	76,71 ± 0,12

(-) não determinado

A amostra Las Carolinas, caracterizada pelo método da Fluorescência de Raio-x por Martínez-Ramires (2006) serviu como material de referência para o trabalho e os resultados apresentam correlação entre si num nível 95% de confiança.

Conclusões

O método proposto foi eficiente para a solubilização de toda amostra de zeólita natural. Isso possibilitou a determinação da composição química com exatidão e precisão, demonstrando a aplicabilidade do procedimento para aluminossilicatos.

Agradecimentos

A CAPES/MECD.

¹Vieira, E. C., Kamogawa, M. Y., Lemos, S. G., Rev. Bras. Ciênc. Solo. **2005**, 29(4), 547.

²Weitkamp, J., Solid State Ionics, **2000**, 131, 175.

³Martínez-Ramírez, S., Blanco-Varela, M.T., Ereña, I., Gener, M., Applied Clay Science, **2006**, 32, 40-52.