

Precisions sobre la determinació de la fracció argila a sediments i sòls arenosos

per E. BALLBÈ LLONCH i J. BECH BORRÀS

Universitat de Barcelona.

RESUMÉ

On propose des améliorations dans la méthodologie classique de la détermination qualitative des minéraux de la fraction argile dans les sédiments et les sols sableux. L'extraction comprend: le tamisage de l'échantillon avec un tamis de 2 mm, l'élimination de la matière organique avec de l'eau oxygénée, la centrifugation à 6.000 r. p. m., le tamisage en humide par 0,2 mm, l'agitation; la dispersion avec du calgon, la décantation et le siphonnage, la centrifugation et la décantation. Nouvelle dispersion pour la préparation d'agrégats orientés et sédimentation sur les porte-objets dans les plaques de Pétri. Ils sont ainsi à point pour l'obtention des diagrammes roentgen.

Pour la spectroscopie de rayons infrarouges, les échantillons sont dispersés. En plus, les échantillons «normaux» sont traités avec du vert de malaquite ou benzidine. Plusieurs exemples illustrent le travail.

RESUM

Es proposen uns milloraments en la metodologia clàssica de determinació qualitativa dels minerals de la fracció argila en sediments i sòls sorrenços. L'extracció consta de: garbellament de la mostra amb un garbellador de 2 mm de pas; eliminació de la matèria orgànica amb aigua oxigenada; centrifugació a 6.000 r. p. m.; garbellament en humit per 0,2 mm, agitament; dispersió amb calgón; decantació i sifonat; centrifugació i desecació. Nova dispersió per a la preparació d'agrégats orientats i sedimentació sobre els «portes» dins de plaques de Petri. Així queden a punt d'obtenir els diagrames roentgen.

Per l'espectroscòpia de raigs infrarojos, es dispersen les mostres i, a més de les mostres «normals», es tracten amb malaquita o bencidina. Diferents exemples il·lustren el treball.

INTRODUCCIÓ

Donat que l'aplicació de les tècniques convencionals de separació, extracció, concentració i anàlisi de les argiles a sòls arenosos (Bech, 1972 a, 1972 b, 1974), resultava tan laboriosa ens hem vist obligats a preparar unes modificacions a la metodologia clàssica a fi i efecte d'aconseguir una tècnica senzilla, relativament ràpida, fàcilment estandaritzable i de suficient precisió per a l'anàlisi qualitativa.

METODOLOGIA

Introduïm a tres nivells les modificacions:

a) a l'obtenció de la fracció argila, adaptant i millorant el mètode descrit per Latouche (1969).

b) millores empíriques en l'obtenció d'agrégats orientats per a la difractometria de raigs X.

c) absorció de reactius orgànics prèviament a les determinacions per espectroscòpia de raigs infrarojos, segons el mètode descrit per Chester i Elderfield (1970).

Extracció de la fracció argila

Seca la mostra a temperatura ambient, es tamisa en sec per un garbell de 2 mm de diàmetre de forat. Nosaltres hem utilitzat una tamisadora Fritsch n.º 3010, a una freqüència de vibració de 15 Hz durant 10 minuts.

40 a 50 grs. de la mostra tamisada s'ataquen en calent amb 25 ml d'aigua oxigenada de 20 vols., a fi d'eliminar la matèria orgànica. Aquesta operació es repeteix tantes vegades com sigui necessari fins que s'acabi l'efervescència.

Es deixa refredar i es centrifuga a 6.000 r. p. m. durant 10 minuts, i es decanta el sobrenadant i se substitueix per aigua destil·lada. Aquesta operació es repeteix tres vegades. El sobrenadant ha de tenir un pH proper a la neutralitat. Si això no s'acomplís es prossegueix el centrifugat i rentat. Hem emprat una centrífuga Chirana Chirota.

El dipòsit obtingut es tamisa en humit per un sedàs de 0,2 mm de diàmetre de forat fins arribar a obtenir la transparència de les aigües de rentat. Normalment això s'aconsegueix amb 4 a 5 litres d'aigua destil·lada.

A aquest volum de suspensió de partícules de dimensions inferiors a 0,2 mm, s'hi afegeixen de 20 a 50 ml de «Calgón» (solució de 50 grs./l.), segons la quantitat de la mostra utilitzada, i a continuació es dispersa amb agitador rotatiu de discs perforats (Probus) durant 10 minuts.

Es deixa decantar la dispersió durant 2 h i 30 minuts en cristal·litzadors de 30 cm de diàmetre. Passat aquest temps, segons ens ensenya la Llei d'Stockes, als 3 cm superiors només hi ha partícules de dimensions inferiors a les dues micres.

Se sifona per succió amb una trompa d'aigua tota la suspensió en els citats 3 cm superiors, i es passa a un kitatsato d'uns 2 l.

La dispersió col·loidal obtinguda es concentra per centrifugació a 7.500 r. p. m. i l'argila que s'obté es desseca en càpsules de Petri gràcies a un corrent d'aire sec a 40 C.

En el cas de mostres riques en calcària, per a obtenir la fracció fina és necessari una descarbonatació prèvia amb

HCl (1/1) en fred. L'atac s'haurà d'interrompre quan s'acabi l'efervescència, a fi de preservar el millor possible les xarxes cristal·lines dels silicats.

Tant en aquest cas com en el de mostres molt riques en matèria orgànica, per a obtenir una suspensió estable de pH proper a la neutralitat serà necessari un gran nombre de rentats i centrifugacions.

Quant a la concentració per centrifugació de la fracció fina, cal dir que l'esmentada operació s'ha de repetir diverses vegades amb la part sobrant, a fi d'evitar pèrdues de material argilós.

Aquest mètode permet la ràpida obtenció de grans quantitats de fracció fina. El temps de decantació—2 h. 30 min— és molt reduït enfront de les 8 h que cal invertir amb el mètode tradicional de la pipeta de Robinson.

La finalitat del mètode descrit, però, no és la quantificació, com en el de la pipeta de Robinson, sinó únicament l'extracció qualitativa de la fracció argila en quantitat per a l'estudi i determinacions posteriors.

Preparació dels agregats orientats

En un vas de precipitats de 150 ml es disposen 50 ml d'aigua destil·lada, 0,5 ml de «Calgón» (50 g/l) i 30-40 mg de fracció argila prèviament polvoritzats en morter d'agata.

Es remena la suspensió amb agitador rotatiu de discs perforats (Probus) durant 5 minuts i es deixa decantar en una càpsula de Petri de gran diàmetre. Prèviament s'ha tingut cura de disposar horitzontalment un porta-objectes de vidre (anàleg als utilitzats en microscopia) al fons de la placa de Petri.

En el cas dels agregats impregnats amb glicerina se segueix el mateix procediment però introduint prèviament una gota de glicerina bidestil·lada (diluída en aigua destil·lada 1/1) al vas de precipitats.

La mostra escalfada s'obté a partir de la normal, ja utilitzada, escalfant-la fins a 550 C durant 2 h.

Per a la identificació d'argiles s'han emprat les fitxes de Smith, S. V. (1964).

Cal subratllar que la utilització del dispersant «Calgón» juntament amb el fet d'emprar un vas de precipitats de petites dimensions i un temps d'agitació relativament llarg—5 m— en relació amb la quantitat d'argila usada, permet una dispersió molt adient dels components de la fracció col·loidal. S'obtenen així uns agregats orientats de bona qualitat, uniformes i que formen una pel·lícula d'espessor molt fina. Els diagrames de difracció de raigs X obtinguts presenten uns pics molt clars i definits.

Absorció de reactius orgànics a les determinacions per espectroscòpia de raigs infraroigs

S'han dut a terme tres tipus d'assaigs:

- mostres normals
- mostres impregnades amb «verd malaquita»
- mostres impregnades amb «bencidina».

En l'ús d'aquest dos reactius orgànics ens hem inspirat en el mètode descrit per Chester i Elderfield (1970), que hem adaptat a les nostres condicions empíriques. Aquest mètode es basa en les alteracions produïdes en el diagrama de raigs infraroigs de l'argila quan aquesta absorbeix una determinada substància orgànica. Les esmentades alteracions són carac-

terístiques de cada argila (enfront de diversos compostos orgànics).

Preparació de les mostres:

a) mostra normal:

40 mgr de la fracció argila obtinguda, prèviament polvoritzada en un morter d'agata, s'han inclòs en un comprimit de KBr i analitzat directament,

b) amb reactius orgànics:

40 mgr de l'argila prèviament polvoritzada s'han tractat en un vas de precipitats de 150 ml alt amb un excés del reactiu orgànic—ja sigui «verd malaquita» o bé «bencidina»—. S'agita durant 15 minuts amb l'agitador rotatiu de discs perforats i es deixa decantar la suspensió en plaques de Petri sota un corrent d'aire sec a 40 C.

L'argila sotmesa a l'esmentat tractament s'inclou en KBr i s'analitza a l'espectroscòpia d'infraroigs.

Aquest mètode permet una ràpida determinació de les argiles presents a les mostres.

Amb l'ajut del «verd malaquita» i de la «bencidina» es detecta fàcilment la presència de clorites i caolinites «vis a vis» de grans quantitats d'illites.

Per a la identificació d'espècies minerals hem utilitzat bàsicament les dades de Chester, i Elderfield, (1970), Farmer, (1971), Farmer et al. (1971) i White, (1971).

A continuació se citen els «màxims» d'absorció corresponents a les argiles presents en unes mostres que exposem a manera d'exemple, entre les diverses que hem estudiat:

Perfil D. (Alella, Maresme)

– *Horitzó 0.* Material illític (3.700, 3.620, 3.420, 1.025 i 915 cm^{-1}), quars (800 i 760 cm^{-1}) i caolinita (3.700, 3.420 i 915) a la mostra normal, (1.580, 1.445 i 1.365) amb verd malaquita i (1.360 i 1.410 cm^{-1}) amb bencidina.

– *Horitzó 1.* Carbonats (1.435 i 875 cm^{-1}), material illític (3.700, 3.620, 3.400, 1.030, 915 i 755 cm^{-1}) i caolinita (3.700, 3.400, 915 cm^{-1}) a la mostra normal, (1.580, 1.445 i 1.365 cm^{-1}) amb verd malaquita i (1.630 i 1.410 cm^{-1}) amb bencidina.

CONCLUSIONS

En l'estudi de la fracció argila de sòls i sediments pobres en la dita fracció, el primer problema que es presenta és el d'extreure-la i concentrar-la de manera adient. I això cal fer-ho d'una forma relativament ràpida i acurada.

La tècnica exposada és suficientment precisa i de bon rendiment. Permet, fins i tot en casos de sòls molt pobres en argila, operar amb grans quantitats de mostra (vg. 60 a 80 grs.). Però en tot cas, donada la finalitat qualitativa del mètode, si hom pretén fins quantitats recomanem el de la pipeta de Robinson.

La tècnica analítica principal és la difractometria de raigs X, corroborada amb els exemples abans esmentats, i la primera operació que cal fer consisteix a obtenir un agregat orientat correcte.

En el mètode descrit, l'ús del dispersant i la gran agitació imposada a un reduït volum de líquid afavoreix una dispersió adient de les partícules i, a la vegada, una gran estabilitat de la suspensió. A causa d'això s'aconsegueixen agregats orientats uniformes i de pel·lícula molt fina.

Amb l'aplicació de l'espectroscòpia de raigs infraroigs a la

determinació d'argiles s'obtenen ben sovint diagrames molt complexos.

Per aquesta raó, en tractar la mostra amb certs reactius orgànics, s'ha vist la possibilitat de simplificar la interpretació dels espectrogrames. Però en qualsevol cas cal no deixar de comparar els resultats obtinguts per aquest tipus d'espectroscòpia d'infraroigs amb els aconseguits mitjançant la roentgenologia.

Nomes recomanem l'A. T. D. a títol complementari en certs casos.

BIBLIOGRAFIA

- BALLBÉ, E. (1974): Tesis de Llicenciatura. *Estudio de la fracción arcilla de los suelos de origen granítico de Alella (Barcelona)*, Universidad de Barcelona, Inédita.
- BECH, J. (1972): Tesis. *Liberación de bases en suelos de origen granítico de la comarca del Maresme (Barcelona)*. Univ. Barcelona. 2 vols. inèds. 533 pp.
- BECH, J. (1972): Datos sobre la mineralogía de la fracción arcilla de las arenas y suelos graníticos del Maresme (Barcelona). *Publ. Inst. Inv. Geol. Prov. Barcelona*. 27: 113-135.
- BECH, J. (1974): *Liberación de bases de suelos de origen granítico de la comarca del Maresme, Barcelona*. Tesis doctoral, (Resum). 51 pp. Publ. Univ. Barcelona.
- BRINDLEY, G. W. (1958): Absorption of organic material by montmorillonites in the presence of water. *Am. Min.* 7-8: 627.
- BURTOS, G. (1955): Vapor pressure glycolation of oriented clay minerals. *Am. Min.* 1-2: 124.
- CAILLERE, S. (et) HENIN, S. (1963): *Minéralogie des argiles*. Masson et Cie. Éditeurs.
- CHESTER, R. (et) ELDERFIELD, H. (1970): An infrared study of clay minerals. I The identification of montmorillonite-type clays in marine sediments. *Chem. Geol.* 7: 97-105.
- EARLEY, J. W. (1953): Thermal deshydration and X-ray studies of montmorillonite. *Am. Min.* 9-10: 770.
- FARMER, V. C. (1971): The characterization of absorption bonds in clays by infrared spectroscopy. *Soil Science* 112 n.º 1.
- FARMER, V. C. et al. (1967): Vibrations du groupe hydroxyle dans les silicates en couches. *Bull. Frp. Fr. Argiles* 19 (2), 5-10.
- GIPSON, M. J. (1966): Preparation of oriented slides for X-ray analysis of clay minerals. *Journal of Sedimentary Petrology*.
- JAUNAS, P. (1952): Regularities in the infrared absorption spectra of silicate minerals. *Am. Min.* 7-8: 667.
- KELLER, V. D. (1949): Adsorption of infrared radiation by powdered silica minerals. *Am. Min.* 11-12: 855.
- LATOUCHE, C. (1969): *Etude des minéraux argileux de quelques sols nord-Aquitains*. Th. Strasbourg.
- MACKENZIE, R. C. (1967): Techniques in soil-clay mineralogy. Reports on the progress of applied Chemistry, 52.
- PARKER, T. W. (1969): A classification of Kaolinites by infrared spectroscopy. *Clay Min.* 8: 135.
- SHIMODA, S. (et) BRYDAN, J. E. (1971): I. R. studies of some interstratified of mica and montmorillonite. *Clay and Cl. Min.* 19: 135.
- TSUENO, J. (1957): Identification of 14 Å clay mineral component. *Am. Min.* 1-2: 107.
- WHITE, J. L. (1971): Interpretation of infrared spectra of soil minerals. *Soil Sciences* 112, n.º 1.

Rebut, juny 1978.