

Separação granulométrica das amostras do projecto VADOSE

Protocolo:

Separação granulométrica:

1. Pesar cerca de 10 kg de cada amostra. O peso medido tem em consideração os níveis de concentração de água do local da amostragem. Aos ≈10 kg pesados, pretende-se efectuar a separação granulométrica nas seguintes fracções: >2 mm; 2 – 1 mm; 1 mm – 400 µm; 400 – 250 µm; 250 – 160 µm; 160 – 90 µm; 90 – 63 µm; 63 – 40 µm; 40 – 11 µm; 11 – 2 µm; <2 µm.
2. Antes de efectuar a separação granulométrica, flocular toda a amostra com uma solução de 1% de polifosfato de sódio [(NaPO₃)_n]. NOTA1: É importante garantir que toda a amostra fica bem floculada. Durante este processo, misturar bem (com uma vareta) a amostra com a solução floculante. NOTA2: 20 g de [(NaPO₃)_n] para 2L de água.
3. Para as fracções granulométricas >40 µm, separar a amostra com recurso aos seguintes crivos: 2mm; 1 mm; 400 µm; 250 µm; 160 µm; 90 µm; 63 µm; 40 µm. Para as fracções <40 µm, realizar a separação granulométrica recorrendo à Lei de Stokes: $v = \frac{gd^2(\rho_p - \rho_m)}{18\eta} = \frac{x}{t} \rightarrow t = \frac{18\eta x}{gd^2(\rho_p - \rho_m)}$ ¹. NOTA: Para partículas com $\rho_p = 2,6 \text{ g/cm}^3$ suspensas em água, ao percorrerem $x=20 \text{ cm}$ apresentam um tempo de sedimentação $t \approx 16 \text{ h}$.
4. Para evitar um aumento excessivo do volume de água, na crivagem utilizar um recipiente com um volume controlado de água e reutilizar a mesma para a crivagem das fracções seguintes. Quando o volume de água estiver muito sujo, colocar a água num recipiente à parte e utilizar uma nova quantidade controlada de água.
5. Após a separação de todas as fracções granulométricas, lavar cada fracção com água desmineralizada. NOTA: A água usada no processo de lavagem não é guardada. Existe uma perda de amostra que é pouco significativa.
6. Efectuar a secagem de todas as fracções numa estufa à temperatura de 30 °C. NOTA: Devido à acumulação de água no processo de crivagem, grande parte da fracção <2 µm é seca numa estufa à temperatura de 90 °C. Para a análise mineralógica, colocar a secar (num estufa à temperatura de 35°C) cerca de um 1 L da solução que contém a fracção <2 µm.
7. Efectuar a pesagem de cada fracção separada e seca.

Análise por activação neutrónica:

1. Para obter uma quantidade de material representativa da amostra, quartear cada fracção separada e seca.
2. Para as fracções >63 µm, pesar (se possível) cerca 50 g para moer. A moagem é realizada em moinhos de ágata. Após a moagem, colocar em placas de Petri parte do material moído.

¹ v – velocidade de sedimentação das partículas; x – distância percorrida pela partícula durante a sua sedimentação; t – tempo de sedimentação; d – diâmetro da partícula; g – aceleração da gravidade; η – viscosidade do meio; ρ_p – massa volúmica da partícula; ρ_m – massa volúmica do meio;

Para as fracções <math><63 \mu\text{m}</math>, pesar ≈ 250 mg. NOTA: É preferível pesar um pouco mais de material: entre 300 e 400 mg. NOTA: Os parâmetros definidos para o moinho foram: $t \approx 30$ min e 400 rpm. O processo foi repetido 3x.

3. Colocar a secar numa estufa à temperatura de $110 \text{ }^\circ\text{C}$ todas as fracções preparadas.
4. Pesar para dentro de cada *can* ≈ 250 mg de uma fracção granulométrica.

Difracção de raios X:

1. Preparar lâminas com solução que contenha a fracção $<2 \mu\text{m}$ de cada amostra. Deixar secar à temperatura ambiente.
2. Caso não se obtenha uma película de material homogéneo, preparar lâminas com material da fracção $<2 \mu\text{m}$ mas recorrendo ao método do *esfregaço*. Deixar secar à temperatura ambiente.
3. **Método do esfregaço:** Para conseguir separar o sedimento da água, levar à centrífugadora uma solução que contenha material $<2 \mu\text{m}$. Parte do sedimento é recolhido e colocado numa lâmina de vidro. Com uma segunda lâmina, prensar o material recolhido com as duas lâminas. De seguida, fazer deslizar as lâminas (uma sobre a outra) para obter uma película de material homogéneo. Deixar secar à temperatura ambiente. NOTA: O procedimento de centrifugação foi realizado considerando os seguintes parâmetros de entrada na centrífugadora: $t \approx 8$ min e 5000 rpm.