

Padronização de Métodos para Análise Granulométrica no Brasil

Brivaldo Gomes de Almeida¹
Guilherme Kangussú Donagemma²
Hugo Alberto Ruiz³
João Alfredo Braida⁴
João Herbert Moreira Viana⁵
Jose Miguel Maria Reichert⁶
Luís Bezerra Oliveira⁷
Marcos Bacis Ceddía¹
Paulo Salvador Wadt⁸
Raphael Bragança Alves Fernandes⁹
Renato Ribeiro Passos¹⁰
Sônia Carmela Falci Dechen¹¹
Vilson Antônio Klein¹²
Wenceslau Gerales Teixeira²

Introdução

A análise granulométrica visa à quantificação da distribuição por tamanho das partículas individuais de minerais do solo. Entende-se por partículas individuais os grãos de minerais individualizados, fragmentos de rocha não alterada ou parcialmente alterada (podendo conter mais de um mineral), concreções, nódulos e materiais similares cimentados, conforme definidos pelo Vocabulário de Ciência do Solo ("materiais que não podem ser desagregados senão por aplicação de elevada energia, como pancada com martelo", CURTI et al. 1993). O procedimento operacional visa romper os

agregados do solo e liberar as partículas isoladas na suspensão, por meio de uma combinação de energia mecânica e química, e formar uma suspensão estabilizada, para a quantificação após a separação das frações. As frações granulométricas são descritas com base em seu tamanho, conforme a Tabela 1. A fração areia pode ainda ser subdividida em cinco frações, conforme a Tabela 2, porém o procedimento de rotina, na maioria dos laboratórios de física do solo, adota apenas as frações areia grossa (2,0 – 0,21 mm) e areia fina (0,21- 0,05 mm).

¹ Professor, D.Sc., Universidade Federal Rural de Pernambuco, UFRPE - Departamento de Agronomia. E-mail: brivaldo@depa.ufrpe.br; ceddia@ufrj.br

² Pesquisador, D.Sc., Embrapa Solos. E-mail: guilherme.donagemma@embrapa.br; wenceslau.teixeira@embrapa.br

³ Professor, D.Sc., Universidade Federal da Fronteira Sul, Campus Chapecó. E-mail: braida@uffs.edu.br

⁴ Pesquisador, D.Sc., Embrapa Milho e Sorgo. E-mail: joao.herbert@embrapa.br

⁵ Professor, D.Sc., Universidade Federal de Santa Maria, Campus Universitário - Centro de Ciências Rurais Prédio 42. E-mail: reichert.jm@gmail.com

⁶ Pesquisador Visitante, D.Sc., Universidade Federal do Espírito Santo, Centro de Ciências Agrárias - UFES. E-mail: hrui@ufv.br

⁷ Químico Industrial especializado em Solos. Pesquisador da Embrapa Solos/ Aposentado. Acadêmico Titular da Academia Pernambucana de Química – APO. Sócio Benemérito da Academia Brasileira de Ciências Agrônomicas – ABCA. E-mail luizbonovo@gmail.com

⁸ Pesquisador, Embrapa Acre, Rio Branco- AC. E-mail: paulo.wadt@embrapa.br

⁹ Professor, D.Sc., Universidade Federal de Viçosa - Viçosa - MG. E-mail: raphael@ufv.br

¹⁰ Professor, D.Sc., Universidade Federal do Espírito Santo, Centro de Ciências Agrárias - UFES. E-mail: renatoribeirypassos@hotmail.com

¹¹ Pesquisadora, D.Sc., Instituto Agronômico de Campinas. Campinas-SP. E-mail: dechen@iac.sp.gov.br

¹² Professor D.Sc., Universidade de Passo Fundo, Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária CAMPUS I, Passo Fundo - RS. E-mail: vaklein@upf.br

Tabela 1. Denominações das frações granulométricas segundo seus diâmetros*.

Diâmetro* (mm)	Denominação
> 200	Matacão
200 – 20	Calhau
20 – 2,0	Cascalho
2,0 – 0,21	Areia grossa
0,21- 0,05	Areia fina
0,05 – 0,002	Silte
<0,002	Argila

*Por diâmetro de partícula entende-se aqui o tamanho nominal de abertura correspondente à dimensão da peneira imediatamente superior pela qual a partícula passou, sendo retida na peneira imediatamente abaixo.

Tabela 2. Denominações das subdivisões da fração areia segundo seus diâmetros*.

Diâmetro* (mm)	Denominação
2,00 – 1,00	Areia muito grossa
1,00 – 0,50	Areia grossa
0,50 – 0,21	Areia média
0,21 – 0,10	Areia fina
0,10- 0,05	Areia muito fina

*Por diâmetro de partícula entende-se aqui o tamanho nominal de abertura correspondente à dimensão da peneira imediatamente superior pela qual a partícula passou, sendo retida na peneira imediatamente abaixo.

Objetivos

O método descrito a seguir visa padronizar a análise granulométrica de rotina dos solos mais frequentes no Brasil, aqui entendidos como aqueles solos minerais que se enquadram nas características mínimas descritas na Tabela 3. Para esses solos, não se aplicam pré-tratamentos e os procedimentos seguem os protocolos aqui descritos. A Tabela 3 tem valores apenas indicativos, por meio de análises preliminares simples a serem executadas no início do processo de análise, e que fornecem informações sobre o comportamento geral da amostra. Para os solos fora desse padrão, como a não-dispersão ou floculação imediata após a agitação, procedimentos adicionais serão descritos posteriormente em outra publicação. São aqui consideradas somente as amostras de solos minerais, ou seja, com teor de carbono orgânico inferior a 80 g kg⁻¹. A presença de quantidade expressiva de material orgânico deverá ser reportada nos resultados, uma vez que não há ainda testes rápidos e operacionais para se

determinar o valor absoluto da matéria orgânica antes da análise e não se recomenda a sua eliminação por oxidação química, em virtude dos problemas operacionais e da possibilidade de destruição de parte da fração argila durante o processo.

Os demais materiais eventualmente enviados para a análise granulométrica (como, por exemplo, sedimentos, minérios ou rejeitos de mineração, substratos compostos para mudas), deverão ser avaliados pelo responsável técnico do laboratório, que deverá ajustar o método conforme a necessidade, seguindo norma específica, caso exista e seja solicitada pelo cliente, e informando no laudo da análise as eventuais alterações e/ou ajustes. Recomenda-se que o laboratório informe que a responsabilidade pela coleta do material e sua representatividade, bem como o uso e interpretação dos resultados desse material, está a cargo do cliente. O laboratório deverá também destacar a informação que “a interpretação dos resultados deve considerar as particularidades do material para o qual não se aplicam os procedimentos operacionais padrões para a análise granulométrica”, quando o material enviado para a análise não se enquadra no padrão “solo normal”.

Tabela 3. Característica físico-química de solos: valores de referência enquadramento como pré-requisitos básicos para uso do método proposto.

Atributo	Valor Mínimo	Valor Máximo
pH em água	4,0	7,0
Condutividade elétrica (dS m ⁻¹)	0,00	4,0
Densidade de partículas (kg dm ⁻³) ¹	2,55	2,75
Teste de dispersão rápida ¹	Suspensão ligeiramente turva (baixo teor de argila dispersa em água)	Suspensão turva (elevado teor de argila dispersa em água)

(1) Ver detalhes na seção de pré-testes.

Observação: deve-se fazer pelo menos dois dos pré-testes e avaliar os resultados em conjunto, verificando-se a coerência dos resultados.

Princípio do método

O método baseia-se na ruptura dos agregados com a individualização das partículas minerais por meio da associação da dispersão física (agitação lenta) e

da dispersão química (uso de dispersante). A separação das frações maiores (matações, calhaus, cascalhos e areias) é feita por peneiramento. A separação das frações menores (silte e argila) é por meio da sedimentação das partículas na suspensão, de acordo com a lei de Stokes, após a separação das areias. A quantificação das frações maiores após a sua separação é feita por pesagem, e a das frações menores é feita pela leitura da densidade da suspensão, no caso do método do densímetro, ou por pesagem, no caso do método da pipeta.

Descrição do método

Pré-preparo, separação e quantificação das frações grosseiras

A análise granulométrica exige um preparo cuidadoso da amostra recebida, para evitar alterações que afetem o resultado final. Após a recepção da amostras e seu registro, esta será conduzida ao setor de preparo de amostras, pesada, destorroada e seca ao ar. Após a secagem, a amostra será peneirada e passada em peneira de malha de diâmetro de 2,00 mm, para se obter a terra fina seca ao ar (TFSA). Recomenda-se não ultrapassar 40°C, no caso de secagem em estufa (VIANA; DONAGEMMA, 2011). Havendo frações maiores que 2,00 mm, estas devem ser separadas e quantificadas.

O destorroamento inicial da amostra deve ser feito apenas manualmente, não sendo recomendado qualquer tipo de moagem mecânica, por meio de moinhos com fonte de potência manual ou elétrica. Deve ser evitado o uso de quaisquer objetos, como rolos ou batedores, confeccionados com materiais duros (metais, madeiras ou resinas duras, etc.), que possam fraturar as partículas minerais. Sugere-se o uso de pistilos ou rolos de material de baixa dureza, como o teflon, borracha ou o polietileno, ou madeira de baixa dureza, para auxiliar o destorroamento. Caso a amostra apresente dureza mais elevada, como no caso de amostras muito argilosas compactadas ou contendo argilas expansivas, deve-se umedecer a amostra e aguardar o equilíbrio por 24 horas, procedendo-se então ao destorroamento na faixa friável das amostras, seguida de secagem ao ar e peneiramento. Algumas amostras, como as que apresentam teores mais elevados de argilas expansivas do tipo 2:1, podem apresentar grande dureza quando secas, sendo difíceis de se

destorroar para obtenção da TFSA, pois possuem um intervalo de friabilidade muito pequeno, mudando rapidamente de secas para plásticas com pequena adição de água. Sugere-se, neste caso, que o peneiramento seja feito em uma peneira de maior abertura (4,00 mm), para que se obtenha a quantidade de material suficiente para a análise. Isso exigirá a separação e a quantificação da fração maior que 2,00 mm após a fase de dispersão, e seu desconto nos cálculos posteriores.

As amostras devem ser devidamente homogeneizadas e quarteadas, para se retirar as sub-amostras para a pré-análise, para a determinação da umidade e para a análise granulométrica propriamente dita. No caso de presença de frações grosseiras, estas devem ser quantificadas para o total da amostra fornecida.

Pré-Testes

Alguns testes prévios são recomendados para a avaliação inicial da amostra, para se determinar se a mesma pode ser analisada pelo procedimento de rotina. Esses procedimentos podem ser dispensados caso as amostras sejam de locais conhecidos ou sua informação de referência seja confiável, ou já tenham sido feitos na análise de fertilidade, como o pH e a condutividade elétrica. Opcionalmente podem ser feitos após as análises, caso se suspeite de problemas nos resultados. Estes testes prévios não dispensam a observação atenta do técnico quanto ao comportamento das amostras no decorrer da análise, para a detecção de eventuais anomalias. Esses testes permitem avaliar alguns possíveis problemas na dispersão e na sedimentação das amostras, e evitam a dependência exclusiva da informação do solicitante quanto à natureza da amostra.

1 – Argila dispersa em água

Esse teste consiste da agitação da suspensão em água deionizada, seguida de repouso. Esse teste visa identificar a presença de argila dispersa em água e pode ajudar a detectar problemas de dispersão pela presença de agentes flocculantes em quantidade suficiente para interferir na análise, como sais solúveis ou pH muito baixo (por exemplo, solos salinos ou tiomórficos, respectivamente). Neste teste, agita-se manualmente 10 cm³ de solo com 50 mL de água destilada em tubo tipo Falcon de 50 mL (com base) por um minuto, deixando-se em repouso por 5 minutos, e avaliando-se visualmente a argila dispersa em água.

2 – pH em água

Por esse teste, pode-se inferir a presença de carbonatos, de acidez ou de alcalinidade elevados. No caso dos solos carbonáticos, é necessária a utilização do hexametáfosfato de sódio como dispersante. A presença de carbonatos pode ser verificada pela efervescência da amostra seca com a adição de ácido clorídrico a 10%. Deve ser utilizada a relação 1:2,5 solo:suspensão (10 g de solo e 25 mL de água deionizada), seguindo o procedimento descrito em Embrapa (1997).

3 – Condutividade elétrica em água

Por esse teste, pode-se inferir a presença de sais em solução que podem interferir na dispersão e exigem a prévia lavagem do solo com água deionizada. Neste teste, utiliza-se o mesmo procedimento descrito para o pH. Porém, após medir-se o pH, deixa-se a amostra em repouso até a sedimentação do material em suspensão e clareamento do sobrenadante, fazendo-se em seguida a leitura da condutividade elétrica no sobrenadante com um condutivímetro.

4 – Presença de minerais magnéticos

A detecção de quantidades apreciáveis de materiais magnéticos nas amostras pode ser feita pelo uso de ímã de mão, que atrai fortemente tais materiais. A presença destes está associada às cores vermelhas (2.5 YR a 10R), podendo indicar solos que contêm teores elevados de ferro, com densidade de partícula acima da média usada no cálculo da sedimentação (2650 kg m^{-3}). Nesse caso, é necessária a medida de densidade das partículas para o ajuste do tempo de sedimentação pela equação de Stokes (EMBRAPA, 1997).

Escolha do dispersante químico

O dispersante químico padrão é o hidróxido de sódio (NaOH) 1 M. Para solos agrícolas, com pH corrigido por calagem e com elevados teores de nutrientes como cálcio, magnésio e potássio, deve ser utilizado o dispersante hidróxido de sódio + hexametáfosfato de sódio ($\text{NaOH} + \text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ $\text{Na}_{(n+2)}\text{P}_n\text{O}_{(3n+1)}$), conforme Camargo et al., (2009). Para solos salinos e carbonáticos, o dispersante recomendado é o hexametáfosfato de sódio ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) tamponado com carbonato de sódio (Na_2CO_3). Os pré-testes ajudam a definir o dispersante, em caso de amostras com problemas de dispersão e para as quais as informações

detalhadas do solo não são disponíveis, ou as análises químicas não tenha sido feitas.

Agitador mecânico

O agitador mecânico recomendado é o tipo Wagner, com rotação ajustada para 50 rpm. Sugere-se para o agitador tipo Wagner o uso de garrafas de vidro, do padrão usado para o transporte e armazenamento de produtos químicos, facilmente encontradas no mercado. Garrafas plásticas também podem ser usadas, sem prejuízo da dispersão. Alternativamente, pode ser utilizado o agitador horizontal tipo *shaker* (ou reciprocante ou similar). Os vidros para o agitador horizontal devem ter as dimensões recomendadas para garantir uma dispersão adequada (frascos de vidro de 13,5 cm de comprimento por 8,6 de diâmetro). São admitidas variações de um centímetro nas dimensões destes, para mais ou para menos, pois não comprometem a dispersão.

Procedimentos analíticos

A – Dispersão das amostras

1. Proceder aos pré-testes das amostras, se necessários. Determinar o pH em água e a condutividade elétrica da amostra.
2. Proceder à medição da umidade residual do solo, para cálculo da correção de umidade (fator f), conforme o procedimento já padronizado.
3. Preparar a solução de hidróxido de sódio 1 mol L^{-1} , ou a solução de hexametáfosfato de sódio 1 mol L^{-1} tamponada com carbonato de sódio, ou a solução de hexametáfosfato de sódio $0,038 \text{ mol L}^{-1}$ + hidróxido de sódio $0,1 \text{ mol L}^{-1}$.
4. Pesar 20,000 g de amostra de TFSA em um béquer, em balança analítica com incremento e precisão de 0,001 g.
5. Transferir a amostra para a garrafa do agitador, por meio de funil.
6. Adicionar 100 mL de água deionizada, lavando-se o funil usado para a transferência da amostra.
7. Adicionar 25 mL de solução de hidróxido de sódio 1 mol L^{-1} , ou 25 mL de solução de hexametáfosfato de sódio 1 mol L^{-1} tamponada com carbonato de sódio, ou 25 mL da solução de hexametáfosfato de sódio $0,038 \text{ mol L}^{-1}$ +

hidróxido de sódio $0,1 \text{ mol L}^{-1}$, de acordo com o resultado do pré-teste. O volume final deve ser de aproximadamente 150 mL nas garrafas (agitador do tipo Wagner) ou vidros (*shaker*).

8. Montar a(s) garrafa(s) no agitador tipo Wagner, após tampá-la(s) com a rolha de borracha. Apertar, acionar o agitador e proceder à agitação por 16 horas a 50 rpm (RUIZ, 2005b). Alternativamente, montar o(s) frascos(s) no agitador horizontal recíprocante, tampá-los com tampa de alumínio, e agitar por 16 horas, a 150 ciclos por minuto (UNTERLINE, 2011).
9. Decorrido o tempo, desligar o agitador e retirar as garrafas ou frascos de vidro.

Observação:

a - Pode-se trabalhar com 10 g de solo em proveta de 500 mL, mantida a relação solo:solução (1:50), para adequada dispersão.

B – Separação de areia total

1. Montar sobre um funil a peneira de 20 cm de diâmetro e malha 0,053 mm, apoiada em um suporte. Colocar o cilindro de sedimentação sob o funil.
2. Retirar a garrafa do agitador e transferir a amostra da garrafa para a peneira. Lavar a garrafa e a rolha com água deionizada para transferir todo o conteúdo.
3. Lavar todo o material retido com água deionizada, sob uma pressão frequente e uniforme de uma coluna de água não maior que 10 kPa, para se obter uma lavagem eficiente e rápida, não deixando ultrapassar o volume final de 1000 mL no cilindro.
4. Completar o volume do cilindro de sedimentação com água deionizada até a marca de 1 litro.
5. Retirar a fração areia retida na peneira, transferi-la para uma lata de alumínio, previamente tarada e identificada, eliminar o excesso da água e levar para secagem na estufa a 105°C , por 24 horas.
6. Retirar a amostra seca da estufa, deixar esfriar em dessecador e pesar em balança analítica com incremento e precisão de 0,001 g.
7. Anotar o resultado e transferir para a planilha eletrônica.

C – Determinação de Areia Fina e de Areia Grossa

1. Considerar o valor do peso da areia total (areia grossa + areia fina), obtido do item B – Separação de areia total, descrito anteriormente.
2. Transferir a areia total para a peneira de diâmetro 20 cm e malha 0,212 mm, já acoplada ao depósito, e proceder à separação da areia grossa.
3. Transferir a areia fina que passou para o depósito para a mesma lata que foi usada anteriormente e pesar em balança analítica com incremento e precisão de 0,001 g.
4. Anotar o resultado e transferir para a planilha eletrônica, no arquivo adequado, para a finalização dos cálculos.

D – Determinação das frações Silte e Argila

D.1 – Método da Pipeta

1. Preparar a prova em branco (todos os reagentes exceto o solo). Colocar 25 mL da solução de hidróxido de sódio 1 mol L^{-1} , ou 25 mL de solução de hexametáfosfato de sódio 1 mol L^{-1} tamponada com carbonato de sódio, ou 25 mL da solução de hexametáfosfato de sódio $0,038 \text{ mol L}^{-1}$ + hidróxido de sódio $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ no cilindro de sedimentação e completar até a marca de 1 litro com água deionizada. Pipetar 25 mL da solução, transferir para béquero e levar para secagem na estufa a 105°C , por 24 horas (duração do processo de pipetagem: em torno de 12 s, para evitar perturbações na suspensão).
2. Agitar a suspensão de cada amostra, inclusive da prova em branco, utilizando-se do bastão com a tampa de borracha, ou o agitador magnético. Lavá-lo ao trocar de amostra. Recomenda-se uma agitação vigorosa por um minuto, sendo recomendado, se disponível, o uso de agitação mecânica.
3. Imediatamente após a agitação com o bastão (ou com o agitador mecânico ligado), inserir a pipeta no cilindro na profundidade de 5 cm e pipetar 25 mL da suspensão de silte + argila (RUIZ, 2005a), transferir para um béquero limpo, seco, previamente tarado e identificado. Levá-lo para secagem na estufa a 105°C , por 24 horas.

4. Aguardar o tempo de sedimentação da fração silte, conforme a Tabela 4 ou o cálculo pela densidade de partícula, após agitação da primeira amostra.
5. Pipetar 25 mL da suspensão de argila, transferir para um béquer limpo, seco, previamente tarado e identificado. Levá-lo para secagem na estufa a 105°C, por 24 horas.
6. Retirar as amostras secas da estufa, deixar esfriar em dessecador e pesar em balança analítica com incremento e repetibilidade de 0,001 g.
7. Anotar o resultado e transferir para a planilha eletrônica.
8. Tratar e dispor os resíduos gerados conforme o procedimento padrão de tratamento de efluentes e resíduos.

Tabela 4. Tempo de sedimentação da fração silte para profundidade de 5 cm, para solos com densidade de partículas média de 2650 kg m⁻¹, ao nível do mar.

Temperatura	Tempo de sedimentação	
°C	Horas	Minutos
15	4	23
16	4	16
17	4	10
18	4	4
19	3	58
20	3	52
21	3	46
22	3	41
23	3	36
24	3	31
25	3	26
26	3	21
27	3	17
28	3	13
29	3	9
30	3	5

Cálculos

D.1.1 – Teor de areia fina (g kg⁻¹)

$$T_{af} = \left(\frac{M_{af} \times fc}{M_i} \right) \times \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Onde:

M_i = massa inicial da amostra (g)

M_{af} = Massa de areia fina (g)

fc = fator de correção de umidade da massa inicial

S_m = somatório das massas das frações (g)

D.1.2 – Teor de areia grossa (g kg⁻¹)

$$T_{ag} = \left(\frac{(M_{at} - M_{af}) \times fc}{M_i} \right) \times \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Onde:

M_i = massa inicial da amostra (g)

M_{at} = Massa de areia total (g)

M_{af} = Massa de areia fina (g)

fc = fator de correção de umidade da massa inicial

S_m = somatório das massas das frações (g)

D.1.3 – Teor de silte (g kg⁻¹)

$$T_s = \left(\frac{(M_{sa} - M_{ar}) \times fc}{M_i \times R_v} \right) \times \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Onde:

M_i = massa inicial da amostra (g)

M_{sa} = Massa de silte + argila, seca em estufa (g)

M_{ar} = Massa de argila, seca em estufa (g)

R_v = razão do volume pipetado para o volume total da proveta

fc = fator de correção de umidade da massa inicial

S_m = somatório das massas das frações (g)

D.1.4 – Teor de argila (g kg⁻¹)

$$T_s = \left(\frac{(M_{ar} - M_{br}) \times fc}{M_i \times R_v} \right) \times \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Onde

M_i = massa inicial da amostra (g)

M_{ar} = Massa de argila, seca em estufa (g)

M_{br} = Massa do branco, seca em estufa (g)

R_v = razão do volume pipetado para o volume total da proveta descontado o volume retirado na primeira pipetagem

fc = fator de correção de umidade da massa inicial

S_m = somatório das massas das frações (g)

D.2 – Método do Densímetro

Os procedimentos de preparo e dispersão são idênticos ao método da pipeta, com a diferença de se utilizar 50 g de amostra, com 250 mL de água e 100 mL de solução de hidróxido de sódio 1 mol.L⁻¹ ou 100 mL de hexametáfosfato de sódio tamponada com carbonato de sódio, ou 100 mL de hexametáfosfato de sódio 0,038 mol L⁻¹ + hidróxido de sódio 0,1 mol L⁻¹., conforme os pré-testes e as informações complementares indicarem. A quantificação das areias também é idêntica, separada das outras frações (silte + argila) por peneiramento, sob água corrente. O método é descrito para o densímetro do padrão ASTM 152H. O uso de outro tipo de densímetro exige a sua calibração e adequação dos cálculos.

1. Preparar a prova em branco (todos os reagentes exceto o solo). Colocar 100 mL da solução de hidróxido de sódio 1 mol L⁻¹, ou 100 mL de solução de hexametáfosfato de sódio 1 mol L⁻¹ tamponada com carbonato de sódio, ou 100 mL da solução de hexametáfosfato de sódio 0,038 mol L⁻¹ + hidróxido de sódio 0,1 mol L⁻¹ no cilindro de sedimentação e completar até a marca de 1 litro com água deionizada.
2. Agitar a suspensão de cada amostra, inclusive da prova em branco, utilizando-se do bastão com a tampa de borracha, ou o agitador magnético. Lavá-lo ao trocar de amostra. Recomenda-se uma agitação vigorosa por um minuto. De imediato, faz-se a leitura de silte + argila.
3. Após uma hora e meia de sedimentação, transferir o volume de suspensão de 5 cm (após o traço de aferimento) para copo plástico de 300 mL. Isso pode ser feito por sifonamento, pela torneira do cilindro de sedimentação ou pelo tubo plástico do cilindro de sedimentação.
4. Passar para proveta de 250 mL e agitar. Introduzir o densímetro e efetuar a leitura com aproximação de 0,25. Se houver dificuldade de

leitura do densímetro, adicionar de 2 a 3 gotas de fenoftaleína ou etanol junto à haste deste.

5. Proceder à leitura do branco e anotar o resultado.
6. Transferir o resultado para a planilha eletrônica.
7. Tratar e dispor dos resíduos gerados conforme o procedimento padrão de tratamento de efluentes e resíduos.

Observações

a - esse procedimento foi padronizado para solos de granulometria média a argilosa;

b - para temperaturas diferentes de 22° C, deve-se fazer a correção nos cálculos (BOYOUÇOS, 1926; CAMARGO et al., 2009), no caso de não se usar a prova em branco.

Cálculos

D.2.1 – Teor de areia fina (g kg⁻¹)

$$T_{af} = \left(\frac{M_{af} \times fc}{M_i} \right) \times \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Onde

M_i = massa inicial da amostra (g)

M_{af} = Massa de areia fina (g)

fc = fator de correção de umidade da massa inicial

S_m = somatório das massas das frações (g)

D.2.2 – Teor de areia grossa (g kg⁻¹)

$$T_{ag} = \left(\frac{(M_{at} - M_{af}) \times fc}{M_i} \right) \times \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Onde

M_i = massa inicial da amostra (g)

M_{at} = Massa de areia total (g)

M_{af} = Massa de areia fina (g)

fc = fator de correção de umidade da massa inicial

S_m = somatório das massas das frações (g)

S_m = somatório das massas das frações

$$S_m = \left(\frac{M_{af} \times fc}{M_i} \right) + \left(\frac{(M_{at} - M_{af}) \times fc}{M_i} \right) + \left((L_{d(s+a)} - L_{d(a)}) \times fc \right) + \left((L_{d(a)} - L_{d(br)}) \times fc \right)$$

Onde

M_i = massa inicial da amostra (g)

M_{af} = Massa de areia fina (g)

fc = fator de correção de umidade para a massa inicial

M_{at} = Massa de areia total (g)

$L_{d(s+a)}$ = leitura do densímetro na suspensão de silte + argila ($g L^{-1}$)

$L_{d(a)}$ = leitura do densímetro na suspensão de argila ($g L^{-1}$)

$L_{d(br)}$ = leitura do densímetro na suspensão do branco ($g L^{-1}$)

D.2.3 – Teor de silte ($g kg^{-1}$)

$$T_{silte} = \left((L_{d(s+a)} - L_{d(a)}) \times fc \right) \times \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Onde

T_{silte} = teor de silte

$L_{d(s+a)}$ = leitura do densímetro na suspensão de silte + argila ($g L^{-1}$)

$L_{d(a)}$ = leitura do densímetro na suspensão de argila ($g L^{-1}$)

fc = fator de correção de umidade para a massa inicial

S_m = somatório das massas das frações (g)

D.2.4 – Teor de argila ($g kg^{-1}$)

$$T_{arg} = \left((L_{d(a)} - L_{d(br)}) \times fc \right) \times \left(\frac{1000}{S_m} \right)$$

Onde

T_{arg} = teor de argila

$L_{d(a)}$ = leitura do densímetro na suspensão de argila ($g L^{-1}$)

$L_{d(br)}$ = leitura do densímetro na suspensão do branco ($g L^{-1}$)

fc = fator de correção de umidade para a massa inicial

S_m = somatório das massas das frações (g)

Expressão dos resultados e Laudo

Os resultados podem ser expressos em $kg kg^{-1}$, $dag kg^{-1}$ ou $\%$. No caso do uso de $dag kg^{-1}$ ou $\%$, não usar casa decimal, e, no uso de $kg kg^{-1}$, usar apenas duas casas decimais. O laudo deve conter o dispersante utilizado, o tipo de agitador usado e o método de quantificação das frações finas.

Equipamentos, materiais e reagentes necessários.

1) Materiais:

- Espátula
- Béquer de plástico de 250 mL
- Béquer de 500 mL
- Béquer de 50 mL
- Lata de alumínio com tampa com capacidade de 200 mL.
- Proveta de 250 mL, 100 mL e 50 mL
- Bastão de vidro
- Piseta
- Peneira com diâmetro 20 cm, malha 2,0 mm
- Peneira com diâmetro 20 cm, malha 0,212 mm
- Peneira com diâmetro 20 cm, malha 0,053 mm
- Fundo para Jogo de peneiras diâmetro 20 cm
- Quarteador
- Funil com abertura suficiente para comportar peneiras com diâmetro 20 cm

- o) Suporte para funil
- p) Cilindro de sedimentação de 1000 mL (Koettgen, proveta ou similar)
- q) Bastão para agitação com uma tampa de borracha com diâmetro um pouco menor do que o cilindro ou proveta contendo vários furos
- r) Termômetro
- s) Pipeta graduada de 25 mL
- t) Balde de plástico de 25 litros
- u) Dessecador de vidro com sílica gel anidra
- v) Densímetro ASTM nº 1 Tipo 152H - com escala Bouyoucos em g L⁻¹.

2) Soluções dos Reagentes:

Solução de hidróxido de sódio 1M

Solução de hexametáfosfato de sódio tamponada com carbonato de sódio 1M

Solução de hexametáfosfato de sódio 0,038 mol L⁻¹ + hidróxido de sódio 0,1 mol L⁻¹

Solução de ácido clorídrico a 10%

3) Equipamentos:

Agitador rotativo tipo Wagner ou agitador recíprocante

Agitador magnético

Balança analítica com incremento e repetibilidade de 0,001 g

Estufa com circulação forçada

pHmetro

Condutivímetro

4) Equipamentos de segurança (EPIs)

Jaleco

Calçado de segurança

Luva resistente à solução de NaOH e a soluções alcalinas

Máscara descartável (PFF2)

Óculos de proteção com lentes incolores

Observações:

- Recomenda-se que o laboratório para execução dos ensaios tenha nas suas instalações, se possível, pia adaptada para lava-olhos, bem como chuveiro de acionamento rápido, conforme as recomendações de segurança no trabalho.



Tratamento e descarte de efluentes e resíduos

O tratamento e descarte adequado dos resíduos e efluentes da análise granulométrica é parte integrante do processo, e deve ser adotado como parte do procedimento geral da análise, como a lavagem da vidraria. Os tratamentos propostos para os resíduos sólidos e líquidos das análises estão descritos na Tabela 5. As sobras de amostras serão descartadas em vala de aterro controlado destinada a este fim, salvo aquelas que eventualmente contenham contaminantes que exijam descarte especial (Tabela 6). O sistema auxiliar para coleta de efluentes de lavagem de vasilhames e suspensão está esquematizado na Figura 1. A neutralização de efluentes com pH elevado será efetuada diretamente nos recipientes de coleta de efluentes, na medida da necessidade, em função do volume de amostras processado. Poderá ser utilizada solução ácida proveniente de outras análises ou por meio de solução de ácido clorídrico a 10%, sendo o pH final e a condutividade da solução tratada monitorados por meio de equipamento adequado, considerando-se um valor de pH final entre 6,5 e 7,5. A água servida, após neutralização, terá como destino a vala de infiltração, conforme procedimento padrão adotado no descarte de efluentes, caso sua reciclagem não seja efetuada. O resíduo sedimentado, acumulado no fundo do tambor de neutralização, será removido periodicamente e enviado à vala de aterro, junto às sobras de amostras. Proceder ao registro no caderno de controle de efluentes do laboratório.

Tabela 5. Tratamento dos resíduos e efluentes analíticos oriundos dos ensaios de granulometria.

Resíduo	Tratamento	Destino
Suspensão argilosa alcalina	Neutralização	Solução neutra – vala de infiltração
Sedimento	Decantação	Aterro controlado

Tabela 6. Resíduos com contaminantes oriundos de amostras na análise granulométrica.

Análise	Tipo de Amostra	Reagente Usado	Resíduo	Risco	Símbolo
Granulometria	TFSA	NaOH	Suspensão argilosa alcalina, sedimento	Corrosivo, irritante	
		Na ₂ O(NaPO ₃) _n Na _(n+2) P _n O _(3n+1)	Suspensão argilosa alcalina, sedimento	Irritante (olhos)	

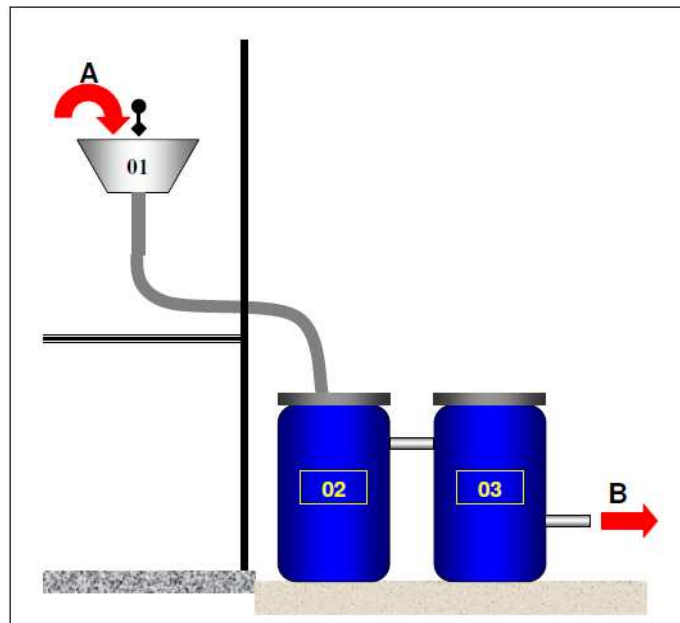


Figura 1. Esquema de captação de resíduos e efluentes de lavagem de vidraria de análises de física de solos: A) entrada de suspensões e água de lavagem; B) captação de solução neutralizada; 01) tanque de captação e lavagem (no laboratório); 02) tambor de recepção e sedimentação, no pátio externo; 03) tambor secundário de retirada de solução neutralizada.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BOYOUCOS, G. J. Directions for making mechanical analyses of soils by the hydrometer method. *Soil Science*, v. 42, p. 225-229, 1936.

CAMARGO, O. A.; MONIZ, A. C.; JORGE, J. A.; VALADARES, J. M. A. S. **Métodos de análise química, mineralógica e física de solos do Instituto Agrônomo de Campinas**. Campinas: Instituto Agrônomo, 2009. 77 p. (Boletim técnico, 106).

CURI, N.; LARACH, J. O. I.; KAMPF, N.; MONIS, A. C.; FONTES, L. E. F. **Vocabulário de ciência do solo**. Campinas: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1993. 89 p.

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. **Manual de métodos de análise de solos**. 2. ed. rev. atua1. Rio de Janeiro, 1997. p. 212.

GAVLAK, R. G.; HORNECK, D. A.; MILLER, R. O.; KOTUBY-AMACHER, J. **Plant, Soil and Water Reference Methods for the Western Region**. 2. ed. [S.l]: Western States Laboratory, 2003. Disponível em: <http://isnap.oregonstate.edu/WERA_103/Soil_Methods.htm>. Acesso: 16 ago. 2011.

KLUTE, A. **Methods of soil analysis: part 1 – physical and mineralogical methods**. 2. ed. Madison: American Society of Agronomy: Soil Science Society of America, 1986. 1188 p.

RUIZ, H. Incremento da exatidão da análise granulométrica por meio da coleta da suspensão (SILTE + ARGILA). **Revista Brasileira de Ciência de Solo**, Viçosa, v. 29, p. 207-300. 2005a.

RUIZ, H. Dispersão física do solo para análise granulométrica por agitação lenta. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 30., Recife, 2005. **Anais...** [Viçosa: SBCS], 2005b.

UNTERLEITNER, B. **Avaliação de diferentes velocidades de agitação para análise granulométrica de alguns Latossolos**. 2011. 39 f. Monografia - Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica.

VIANA, J. H. M.; DONAGEMMA, G. K. **Influência da temperatura de secagem da amostra na proporção das frações granulométricas de alguns Latossolos**. Sete Lagoas: Embrapa Milho e Sorgo, 2011. 7 p. (Embrapa Milho e Sorgo: Comunicado Técnico, 188). Disponível em: <<http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/907821/1/ct188.pdf>>. Acesso: 09 dez. 2012.

Comunicado Técnico, 66

Embrapa Solos
Endereço: Rua Jardim Botânico, 1024. Jardim Botânico. Rio de Janeiro, RJ. CEP: 22460-000
Fone: (21) 2179 4500
Fax: (21) 2274 5291
E-mail: sac@cnps.embrapa.br
<http://www.cnps.embrapa.br/solosbr/publicacao.html>

1ª edição
1ª impressão (2012): online

Comitê de publicações

Presidente: Daniel Vidal Perez
Secretária-Executiva: Jacqueline S. Rezende Mattos
Membros: Ademar Barros da Silva, Cláudia Regina Delaia, Mauricio Rizzato Coelho, Elaine Cristina Cardoso Fidalgo, Joyce Maria Guimarães Monteiro, Ana Paula Dias Turetta, Fabiano de Carvalho Balieiro, Quitéria Sônia Cordeiro dos Santos.

Expediente

Supervisão editorial: Jacqueline S. Rezende Mattos
Revisão de texto: André Luiz da Silva Lopes
Revisão bibliográfica: Ricardo Arcanjo de Lima
Editoração eletrônica: Jacqueline S. Rezende Mattos