Série Tecnologia APTA

Boletim Técnico IAC, 244

# MÉTODOS DE ANÁLISE FÍSICA DE SOLOS DO INSTITUTO AGRONÔMICO (IAC): ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

Isabella Clerici **DE MARIA**
Ricardo Marques **COELHO**
Monica Ferreira de **ABREU**
Heitor **CANTARELLA**

Instituto Agronômico
Campinas, julho de 2025

**Governo do Estado de São Paulo**
**Secretaria de Agricultura e Abastecimento**
**Agência Paulista de Tecnologia dos Agronegócios**
**Instituto Agronômico**

**Governador do Estado de São Paulo**
Tarcísio de Freitas

**Secretário de Agricultura e Abastecimento**
Guilherme Piai Filizzola

**Secretário Executivo de Agricultura e Abastecimento**
Alberto Amorim

**Subsecretário de Agricultura**
Orlando Melo de Castro

**Coordenador da Agência Paulista de Tecnologia dos Agronegócios**
Carlos Nabil Ghobril

**Diretor Técnico de Departamento do Instituto Agronômico**
Marcos Guimarães de Andrade Landell

ISSN 1809-7936

# MÉTODOS DE ANÁLISE FÍSICA DE SOLOS DO INSTITUTO AGRONÔMICO (IAC): ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

Isabella Clerici **DE MARIA**
Ricardo Marques **COELHO**
Monica Ferreira de **ABREU**
Heitor **CANTARELLA**

Série Tecnologia APTA
Boletim Técnico IAC, n. 244, 2025

Ficha elaborada pelo Núcleo de Documentação Científica do Instituto Agronômico

M593 Métodos de análise física de solos do Instituto Agronômico (IAC): Análise granulométrica / Isabella Clerici De Maria, Ricardo Marques Coelho, Monica Ferreira de Abreu; et al. Campinas: Instituto Agronômico, 2025.
41 p. on-line. (Série Tecnologia APTA. Boletim Técnico IAC, 244)

ISSN 1809-7936
DOI: https://zenodo.org/records/17068481

1. Análise física de solos - Instituto Agronômico. 2. Análise granulométrica. I. De Maria, Isabella Clerici. II. Coelho, Ricardo Marques. III. Abreu, Monica Ferreira de. IV. Cantarella, Heitor. V. Série.

CDD. 631.49

**O Conteúdo do Texto é de Inteira Responsabilidade dos Autores.**

**Comitê Editorial do Instituto Agronômico**
Lúcia Helena Signori Melo de Castro
Fernando Alves de Azevedo
Fernando César Bachiega Zambrosi
Gabriel Constantino Blain
Valéria Aparecida Modolo

**Equipe participante desta publicação**
Coordenação da Editoração: Silvana Aparecida Barbosa
Editoração Eletrônica e Capa: Quebra-Cabeça
qcartesgraficas@terra.com.br / (19) 99729-2463

A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação do Copyright © (Lei nº 9.610).

**Instituto Agronômico**
Caixa Postal 28
13012-970 Campinas (SP) - Brasil
www.iac.sp.gov.br

# SUMÁRIO

Página

RESUMO ..... 1

ABSTRACT ..... 2

1. INTRODUÇÃO ..... 2

2. COMPOSIÇÃO DO SOLO ..... 3

3. TAMANHO DAS PARTÍCULAS MINERAIS ..... 4

4. TEXTURA DO SOLO E CLASSIFICAÇÃO TEXTURAL ..... 5

5. AMOSTRAGEM DE SOLO PARA ANÁLISE GRANULOMÉTRICA ..... 6

6. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA ..... 7

6.1. Material e equipamentos para análise granulométrica ..... 7

6.1.1. Para os métodos da pipeta e do densímetro ..... 7

6.1.2. Para o método da pipeta ..... 9

6.1.3. Para o método do densímetro ..... 9

6.1.4. Para os pré-tratamentos ..... 9

6.2. Reagentes para a análise granulométrica ..... 9

6.2.1. Para os métodos da pipeta e do densímetro ..... 9

6.2.2. Para os pré-tratamentos ..... 9

6.3. Preparo da amostra no Laboratório ..... 9

6.4. Determinação de frações maiores que 2 mm ..... 11

6.5. Pré-tratamentos ..... 11

6.5.1 Solos calcários ..... 11
6.5.2. Solos salinos ..... 12
6.5.3. Solos ricos em matéria orgânica ..... 12
6.6. Umidade da amostra ..... 13
6.7. Dispersão das partículas ..... 14
6.7.1. Solução dispersante ..... 14
6.7.2. Agitador e frasco para dispersão ..... 15
6.7.3. Procedimento ..... 15
6.8. Separação da fração areia ..... 16
6.9. Preparo da suspensão ..... 18
6.10. Argila pelo método da pipeta ..... 19
6.11. Argila pelo método do densímetro ..... 23
6.12. Argila dispersa em água e grau de floculação ..... 25

7. CONSIDERAÇÕES SOBRE OS MÉTODOS DE ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DE SOLOS ..... 26
7.1. Pré-tratamentos químicos ..... 27
7.2. Dispersantes e agentes abrasivos ..... 28
7.3. Agitadores para dispersão mecânica ..... 30
7.4. Escolha do método ..... 31

8. MÉTODOS ESPECTROSCÓPICOS ..... 32

REFERÊNCIAS ..... 34

ANEXO 1 - EQUAÇÃO DE STOKES ..... 40

ANEXO 2 - RELAÇÃO ENTRE DIFERENTES EXPRESSÕES DE ABERTURA DE MALHA DE PENEIRAS: ..... 41

## NOTAS DESTA EDIÇÃO

Este texto substitui o capítulo de Análise Granulométrica do Boletim Técnico 106, de Camargo *et al.* (1986), do Instituto Agronômico. Os métodos lá descritos há muito precisavam de revisão, o que está sendo feito agora.

A presente edição foi preparada para o Ensaio de Proficiência IAC para Laboratórios de Análise de Solo para Fins de Fertilidade. O texto atende a uma antiga demanda dos laboratórios participantes do Ensaio de Proficiência para mais detalhes dos procedimentos de cada método e informações para identificar e resolver problemas com as determinações da granulometria dos solos. Os problemas observados por muitos laboratórios, que levam a erros nos resultados, são devidos, muitas vezes, à falta de uniformização de procedimentos. Espera-se que o presente texto auxilie os laboratórios na elaboração dos protocolos com o detalhamento necessário para melhoria da qualidade dos serviços de análises de solo.

*Os autores*

# MÉTODOS DE ANÁLISE FÍSICA DE SOLOS DO INSTITUTO AGRONÔMICO (IAC): ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

Isabella Clerici **DE MARIA**
Ricardo Marques **COELHO**
Monica Ferreira de **ABREU**
Heitor **CANTARELLA**

## RESUMO

A análise granulométrica separa a fração mineral do solo em classes de tamanho: areia, silte e argila. A proporção das classes do material mineral de um solo confere a este características e propriedades importantes para conhecer seu comportamento e para definir ações de manejo agrícola. Este Boletim apresenta os dois métodos de laboratório mais utilizados para a análise granulométrica de amostras de solo visando, principalmente, o uso agronômico: método da pipeta e método do densímetro. Os dois métodos requerem a dispersão das partículas individuais e uso de peneiras e sedimentação para separar as partículas em classes de tamanho. A dispersão é a fase mais crítica do procedimento analítico, exigindo dispersantes e agitação mecânica. Além da descrição dos métodos, são discutidas algumas das variações de procedimento e os erros e acertos associados.

**Palavras-chave:** análise textural, argila, pipeta, densímetro, tamanho de partícula do solo.

([1]) Instituto Agronômico (IAC), Centro de Solos e Pesquisas de Fertilizantes, Campinas (SP). isabella.maria@sp.gov.br

## ABSTRACT

Particle-size analysis separates the mineral fraction of the soil into size classes: sand, silt, and clay. The proportion of classes in the mineral material of a soil provides essential information on its characteristics and properties, which are necessary for understanding its behavior and for defining agricultural management. This bulletin presents the two most commonly used laboratory methods for particle-size analysis of soil samples, mainly for agronomic use: the pipette method and the hydrometer method. Both methods require the dispersion of individual particles and the use of sieves and sedimentation to separate the size classes. Dispersion is the most critical phase of the analytical procedure, requiring chemical dispersants and mechanical agitation. In addition to the description of the methods, some of the procedure variations and the associated successes and failures are discussed.


**Key words:** texture analysis, clay, pipette method, hydrometer method, soil particle size.

## 1. INTRODUÇÃO

O Instituto Agronômico (IAC) conduz levantamentos de solos há mais de meio século. Esses levantamentos requerem cuidadoso trabalho de laboratório para obtenção de dados sobre as propriedades químicas, físicas e mineralógicas que, somados às informações de campo, permitem a adequada caracterização dos solos. Os métodos usados nessa caracterização, em sua maioria, são adaptados daqueles descritos na literatura nacional e internacional. Ao longo dos anos, pequenas alterações foram neles realizadas, visando à melhor adaptação às nossas condições de solo ou de rotina, sem, no entanto, alterar os princípios.

O objetivo deste Boletim é descrever os procedimentos de análise granulométrica de solo pelos métodos da pipeta e do densímetro, incluindo as opções para os laboratórios de rotina, os cálculos para determinação das frações, a literatura e os resultados de pesquisa sobre o tema.

A proporção dos componentes granulométricos do solo em horizontes diagnósticos é utilizada para a classificação dos solos. Esses dados também auxiliam em recomendações de adubação, calagem e gessagem, em caracterização do solo para fins de planejamento de práticas agronômicas e em processos para financiamento e seguro rural. Além disso, são variáveis independentes em diversos modelos de pedotransferência para inferência de outras características e propriedades do solo.

## 2. COMPOSIÇÃO DO SOLO

A fase sólida dos solos é composta por material mineral e orgânico. No material mineral, resultante da decomposição das rochas, estão minerais primários, como as micas e o quartzo, e minerais secundários, como a caulinita, a esmectita e os óxidos de ferro e de alumínio.

O material orgânico contém fragmentos de vegetais e animais não decompostos ou em variados estágios de decomposição e humificação que formam a matéria orgânica do solo (húmus).

O material orgânico e mineral do solo, por meio de ligações físico-químicas e ação de organismos, formam agregados. Dentro desses agregados e entre eles estão os poros do solo, de diferentes formas e tamanhos, ocupados pela água ou pelo ar.

# 3. TAMANHO DAS PARTÍCULAS MINERAIS

As partículas individuais minerais são, por definição, grãos de minerais que só podem ser desagregados por aplicação de elevada energia (Almeida *et al*., 2012). Essas partículas apresentam tamanhos diversos e estão relacionadas direta e indiretamente aos atributos físicos e químicos do solo. Por isso, a organização das partículas em classes de tamanho tem diversas aplicações, desde o conhecimento e classificação dos tipos de solos até o estabelecimento de práticas de manejo agrícola e de gestão ambiental.

A separação das partículas minerais individuais em classes de tamanho determina as frações granulométricas do solo (Tabela 1).

**Tabela 1**. Frações granulométricas dos solos

| Fração/Classe | Tamanho da partícula |
|---|---|
| Matacão | >200 mm |
| Calhau | 200 mm - 20 mm |
| Cascalho | 20 mm - 2 mm |
| Areia | 2 mm - 0,053 mm |
| Silte | 0,053 mm - 0,002 mm |
| Argila | <0,002 mm |

Fonte: Santos *et al.* (2015).

A fração argila é composta predominantemente de minerais secundários, de diferentes formatos, que apresentam plasticidade e pegajosidade. Como essas partículas têm pequeno tamanho, grande superfície específica e cargas na superfície, quando suspensas em água possuem comportamento coloidal e não se depositam facilmente. A fração silte é composta por minerais primários e secundários e, ao tato, apresenta a sensação de talco, conhecida como sedosidade. A fração areia é composta por partículas arredondadas ou mais angulosas, constituídas por minerais primários (fragmentos de rocha) e secundários (concreções), conferindo ao tato uma sensação áspera. Em laboratório, a fração areia pode ser separada em duas ou cinco frações (Tabelas 2 e 3).

**Tabela 2**. Frações de areia grossa e areia fina

| Frações de areia | Tamanho da partícula |
|---|---|
| Areia grossa | 2 mm - 0,210 mm |
| Areia fina | 0,210 mm - 0,053 mm |

Fonte: Santos *et al.* (2015).

**Tabela 3**. Frações de areia em cinco classes de tamanho

| Frações de areia | Tamanho da partícula |
|---|---|
| Areia muito grossa | 2 mm - 1 mm |
| Areia grossa | 1 mm - 0,50 mm |
| Areia média | 0,50 mm - 0,210 mm |
| Areia fina | 0,210 mm - 0,105 mm |
| Areia muito fina | 0,105 mm - 0,053 mm |

Fonte: Almeida *et al.* (2012).

## 4. TEXTURA DO SOLO E CLASSIFICAÇÃO TEXTURAL

A textura é a propriedade do solo que expressa a distribuição de tamanho de suas partículas minerais. Pode ser avaliada pelo tato, sendo solos de textura mais grossa os que contêm mais areia e solos de textura mais fina, os que contêm mais argila.

Para fins de reconhecimento e classificação, os solos e/ou horizontes dos solos são agrupados em classes texturais, de acordo com as frações de tamanho das partículas minerais. A determinação da classe textural é feita por meio de triângulos de textura que apresentam, em cada lado, as porcentagens de areia, silte e argila. Existem diferentes configurações para a classificação textural. No Brasil adota-se a classificação apresentada pela Sociedade Brasileira de Ciência do Solo (Santos *et al*., 2015) (Figura 1) ou pelo Sistema Brasileiro de Classificação do Solo (Santos *et al*., 2018).

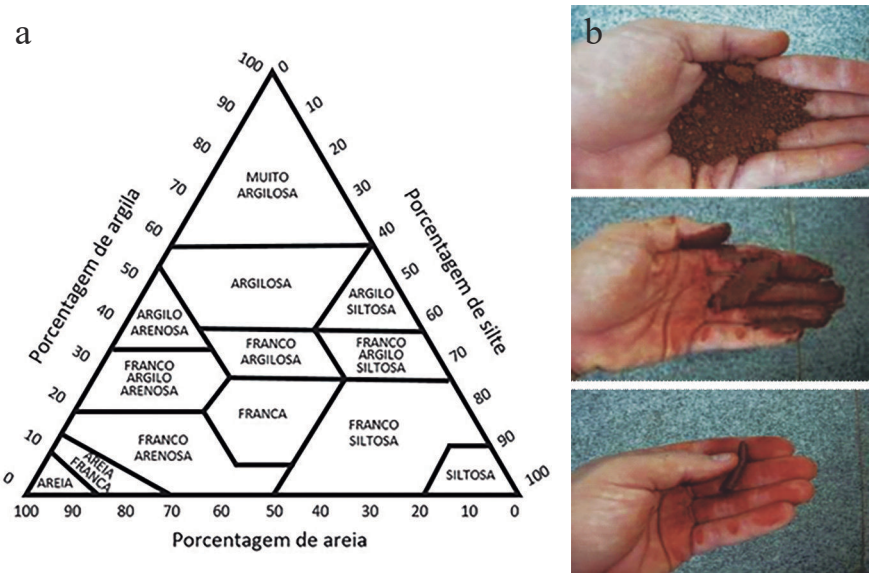


**Figura 1.** Triângulo para determinação das classes de textura dos horizontes dos solos (Fonte: Santos *et al*., 2015) (a) e a determinação da textura pelo tato (b).

## 5. AMOSTRAGEM DE SOLO PARA ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

A amostra de solo para a análise granulométrica, da mesma forma que a amostra para análise de fertilidade do solo, deve representar uma gleba homogênea na paisagem (cor do solo, vegetação, textura e topografia do terreno). As amostras devem ser retiradas em camadas determinadas previamente, de acordo com o objetivo da análise.

Para atender ao levantamento e classificação de solos não são coletadas amostras compostas e as profundidades de coleta variam com o tipo de solo.

Para recomendações de manejo do solo e cultivos, em geral, são coletadas amostras nas camadas 0-0,20 e 0,20-0,40 m. Para atender à tipificação dos solos adotada no Zoneamento Agrícola de Risco Climático (ZARC) pelo Ministério da Agricultura e Pecuária (Instrução Normativa SPA/MAPA nº 1, 2022 e

SPA/MAPA nº 2, 2022), a amostra deve ser coletada na camada de 0 a 0,40 m de profundidade.

Recomenda-se cerca de 15 pontos de coleta em cada gleba para compor uma amostra representativa dessa área.

As subamostras de solo coletadas de cada ponto devem ser colocadas em um balde, destorroadas e homogeneizadas para, a seguir, ser retirada uma amostra composta representativa da gleba. Cada amostra composta, etiquetada com a identificação do local e profundidade de coleta, é encaminhada ao laboratório de análise de solo acondicionada em sacos plásticos ou caixas de papelão.

# 6. ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

A análise granulométrica determina a proporção das partículas minerais individuais menores que 2 mm em classes de tamanho.

Os princípios da análise granulométrica são: ruptura dos agregados do solo por desagregação mecânica e dispersão química para individualizar as partículas minerais e separação dessas partículas por tamanho, por meio de peneiramento e sedimentação em meio aquoso.

## 6.1. Material e equipamentos para análise granulométrica

### 6.1.1. Para os métodos da pipeta e do densímetro

- Agitador reciprocante (ou agitador rotatório de Wagner)
- Balança analítica (para pesagem das frações granulométricas)
- Balança semianalítica (para pesagem da amostra de solo)
- Balão volumétrico de um litro para preparo do dispersante
- Bandejas plásticas para secagem das amostras ao ar ou bandejas de metal para secagem das amostras em estufa

- Bastão de vidro com êmbolo de borracha, mais longo que a proveta (>35 cm), para agitação da suspensão
- Copo de vidro de 400 mL, para reter a suspensão durante a separação da fração areia e para levar a fração areia para secagem em estufa
- Copo de plástico, boca larga, capacidade para 300 mL para pesagem das frações de areia
- Cronômetro
- Dessecador
- Estufa com temperatura constante de 110 ºC para secagem da amostra para determinação da umidade, secagem das frações areia e, no método da pipeta, secagem da fração argila
- Espátula
- Latas de alumínio para determinação da umidade da amostra
- Recipientes de vidro para agitação da amostra (garrafa de Stohmann) de 500 mL
- Tampas para vedação dos recipientes de vidro para agitação (ou rolhas de borracha para fechamento das garrafas de Stohmann)
- Peneira com 2 mm de abertura (ABNT 10) para separação da TFSA (Anexo 2)
- Peneiras com dimensões de 2" de altura e 3" de diâmetro e malhas de 0,053 (ABNT 270), 0,106 (ABNT 140), 0,210 (ABNT 70), 0,50 (ABNT 50) e 1 (ABNT 18) mm de abertura para separação das frações areia (Anexo 2)
- Pinça (tenaz para colocar e retirar o material da estufa)
- Pisseta
- Pipeta de 50 ou 100 mL para dosagem do dispersante para método da pipeta e método do densímetro, respectivamente, ou pipeta Kipp - bico de papagaio
- Proveta de 500 mL, com 5 cm de diâmetro e altura máxima de 35 cm
- Termômetro digital (10 a 35 ºC)

### 6.1.2. Para o método da pipeta

- Pipetador automático ou micropipeta para coletar alíquota de 10 mL
- Cápsula de porcelana: 5 cm de diâmetro e capacidade volumétrica para 60 mL, para receber as alíquotas com a fração argila

### 6.1.3. Para o método do densímetro

- Hidrômetro (ASTM Soil hydrometer 152H, -5 a 60 g $L^{-1}$), calibrado a 20 °C, com leituras de 1 g $L^{-1}$

### 6.1.4. Para os pré-tratamentos

- Funil de vidro
- Copos de vidro de 300 ou 400 mL
- Papel de filtro (qualitativo)

## 6.2. Reagentes para a análise granulométrica

### 6.2.1. Para os métodos da pipeta e do densímetro

- hidróxido de sódio PA (NaOH, 4 g $L^{-1}$)
- hexametafosfato de sódio ($(NaPO_3)_6$, 10 g $L^{-1}$)
- álcool etílico a 70 °INPM (70% m/m)

### 6.2.2. Para os pré-tratamentos

- ácido clorídrico a 10%
- álcool etílico a 70 °INPM (70% m/m)
- peróxido de hidrogênio (água oxigenada, $H_2O_2$) a 30% (100 volumes)

## 6.3. Preparo da amostra no laboratório

A amostra para a análise granulométrica no laboratório é seca a 40 °C em estufa com circulação de ar ou apenas ao ar. Após a

secagem, toda a amostra é passada na peneira com malha de 2 mm de abertura, quebrando-se os agregados manualmente, sem uso de martelos e moinhos.

Distribuir a amostra sobre uma bandeja e destorroar com a mão os torrões existentes. Passar rolo de madeira para desfazer os torrões maiores. Se não for possível destorroar toda a amostra com esse procedimento, colocá-la sobre um tapete de borracha (macio) coberto com uma folha de papel grosso, utilizando o rolo de madeira para desfazer os torrões maiores (Figura 2).

**Figura 2.** Preparo da amostra para análise granulométrica: apoio de borracha, rolo de madeira e peneira 2 mm com tampa para agitar a amostra.

Passar a amostra de solo destorroada em peneira com malha de 2 mm de abertura, com leves batidas na lateral da peneira. As partículas individuais maiores que 2 mm (cascalhos, calhaus e matacões), que não se desfazem manualmente e ficam retidas na peneira de 2 mm, não são utilizadas na análise granulométrica. Essas partículas são pesadas à parte e expressas em porcentagem da amostra original, conforme item 6.4.

A fração que passa pela peneira, portanto menor que 2 mm, é a terra fina seca ao ar (TFSA) que é utilizada na análise granulométrica.

### 6.4. Determinação de frações maiores que 2 mm

Para a determinação do teor de partículas maiores que 2 mm presente no solo (cascalhos, calhaus e matacões - Tabela 1), as partículas individuais que ficaram retidas da peneira de 2 mm são transferidas para o conjunto de peneiras montadas na ordem crescente de tamanho de abertura das malhas das peneiras: fundo, 20 mm e 200 mm.

A fração retida em cada peneira é lavada com água e dispersante, colocada para secar em estufa a 110 $^{o}$C e pesada. A proporção dessas frações é calculada em relação à massa total da amostra seca em estufa, ou seja, descontada a umidade.

### 6.5. Pré-tratamentos

O pré-tratamento das amostras tem por finalidade eliminar os agentes cimentantes (por exemplo matéria orgânica), os íons floculantes (por exemplo carbonatos) e sais solúveis que podem afetar a dispersão (ou ação do dispersante) e estabilização da suspensão do solo.

#### 6.5.1. Solos calcários

Os carbonatos são eliminados com a adição de ácido clorídrico (HCl).

Colocar 50 g de solo em copo de vidro e adicionar porções de 20 a 30 mL de solução de ácido clorídrico a 10%, agitando a amostra com bastão de vidro. Aguardar 10 minutos entre as adições. Suspender a adição do ácido quando já não se observar a efervescência, cobrir com vidro de relógio e deixar em repouso uma noite. Adicionar mais um pouco do ácido e verificar a ausência de efervescência. Transferir a amostra para funil de vidro contendo papel de filtro. Lavar a amostra com três porções consecutivas de 100 mL de água. Colocar o papel de filtro com a amostra em uma bandeja para secar ao ar ou em estufa a 40 °C. Homogeneizar a amostra e, em seguida, pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

O uso do dispersante hexametafosfato de sódio é indicado na dispersão de amostras de solos calcários.

### 6.5.2. Solos salinos

O excesso de sais é lavado da amostra antes da determinação granulométrica.

Colocar 50 g de solo em funil de vidro contendo papel de filtro e adicionar álcool etílico a 70 °INPM (70% m/m) até preencher todo o funil. Adicionar novas quantidades depois de esgotada a adição anterior, sucessivamente, por 3 a 5 vezes. Lavar a amostra com 100 mL de água destilada. Colocar o papel de filtro com a amostra em uma bandeja para secar ao ar ou em estufa a 40 °C. Homogeneizar a amostra e, em seguida, pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

### 6.5.3. Solos ricos em matéria orgânica

A matéria orgânica do solo é solubilizada e reduzida por oxidação com peróxido de hidrogênio (água oxigenada, $H_2O_2$).

Colocar 50 g de solo em um copo de vidro e adicionar água destilada até cobrir o solo. Colocar 5 mL de $H_2O_2$ a 30% (100 volumes). Agitar com bastão de vidro e verificar a reação efervescente (Figura 3).

Repetir a adição de $H_2O_2$ e agitar por 3 a 5 vezes, a cada hora. Cobrir o copo e deixar em repouso durante uma noite. Nos dias seguintes, repetir a adição de $H_2O_2$ até o desaparecimento de reação. Colocar o copo para secar em estufa entre 50 ºC e 60 ºC. Após secagem, acrescentar uma última porção de 5 mL de $H_2O_2$. Em seguida, colocar água para cobrir a amostra e agitar com bastão de vidro. Passar a amostra por um funil de vidro contendo papel de filtro e lavar várias vezes com água destilada (3 a 5 vezes ou até a água sair mais clara). Colocar o papel de filtro com a amostra em uma bandeja para secar ao ar ou em estufa a 40 ºC. Homogeneizar a amostra e, em seguida, pesar a quantidade necessária para a análise granulométrica.

**Figura 3.** Adição de água oxigenada ($H_2O_2$) e lavagem da amostra de solo.

## 6.6. Umidade da amostra

Todas as amostras analisadas passam pela determinação da umidade.

Transferir para lata de alumínio entre 4 e 6 g da TFSA preparada nos itens 6.2. Usando balança semianalítica, pesar e anotar o peso da amostra úmida (Mu). Secar em estufa a 110 ºC por no mínimo 8 horas.

Pesar e anotar o peso da amostra seca (Ms). Calcular umidade da amostra (U) e fator de correção (Fc), conforme equações 1 e 2.

O valor da umidade da TFSA em geral é de 1% a 3%.

$$U = \frac{(M_U - M_S)}{M_S} \qquad (1)$$

$$F_C = \frac{M_U}{M_S} \qquad (2)$$

## 6.7. Dispersão das partículas

A dispersão é a mais crítica etapa da análise (Grohmann; Raij, 1977). Para a dispersão completa das partículas da amostra de solo há necessidade de combinar métodos mecânicos e químicos.

Os métodos mecânicos mais frequentemente usados são agitação suave e delongada ou agitação violenta por um período mais curto. O método mais indicado é agitação lenta por 16 horas.

Os compostos químicos mais empregados para dispersar as partículas são os contendo sódio. A solução dispersante indicada é uma solução de hidróxido de sódio e hexametafosfato de sódio.

Para a dispersão, utiliza-se 10 g da amostra de solo no método da pipeta e 20 g no método do densímetro.

### 6.7.1. Solução dispersante

Solução de hidróxido de sódio 0,1 mol $L^{-1}$ e hexametafosfato de sódio 0,016 mol $L^{-1}$:

Em balança semianalítica pesar 4 g de hidróxido de sódio PA e 10 g de hexametafosfato de sódio PA. Dissolvê-los em 200 mL de água destilada. Agitar e transferir para balão volumétrico de um litro com auxílio de funil. Completar com água destilada e homogeneizar.

Identificar o frasco com data de preparo, responsável, data de validade e os elementos da solução.

### 6.7.2. Agitador e frasco para dispersão

Utiliza-se agitação lenta e reciprocante, em agitador rotatório de Wagner a 30 rpm por 16 horas, utilizando garrafa de Stohmann de 500 mL (Figura 4).

### 6.7.3. Procedimento

Transferir para garrafa de Stohmann 10 g da amostra mais 50 mL de solução dispersante (método da pipeta) ou 20 g de solo mais 100 mL da solução dispersante (método do densímetro). Usar pipeta do tipo "bico de papagaio" para adicionar a solução dispersante (Figura 4). Vedar as garrafas com rolhas de borracha e colocá-las para agitação no agitador rotatório de Wagner a 30 rpm, por 16 horas.

**Figura 4.** Dosagem do dispersante e agitador de amostras com garrafas de Stohmann.

## 6.8. Separação da fração areia

Após as 16 horas, transferir a solução para um copo de vidro de 400 mL, passando pela peneira com malha de 0,053 mm, usando uma pisseta com água destilada para lavar a rolha e a boca da garrafa de Stohmann sobre a peneira de 0,053 mm. Se houver formação de espuma, eliminá-la com uma pequena quantidade de álcool etílico a 70 °INPM (70% m/m), usando um borrifador.

**Figura 5.** Separação da fração areia utilizando a peneira de abertura de malha 0,053 mm.

Com auxílio da pisseta lavar o material retido na peneira de 0,053 mm e transferi-lo para copo de vidro de 400 mL (Figura 5). Secar a 105-110 °C por no mínimo 8 (oito) horas. Deixar esfriar e pesar. Esse material que é retido na peneira de 0,053 mm é a massa da fração areia total ($M_{areia}$).

A areia total pode ser fracionada em duas frações (areia grossa e areia fina - Tabela 2) ou em cinco frações (areia muito grossa, areia grossa, areia média, areia fina e areia muito fina - Tabela 3).

Para a determinação das duas frações da areia, transferir a areia total seca para a peneira de 0,210 mm, com fundo e tampa. Agitar o conjunto mecanicamente, por cerca de 10 minutos no

agitador de peneiras (Figura 6). O conjunto de peneiras também pode ser agitado manualmente por alguns minutos, com leves batidas na lateral do conjunto. Ao término, retirar a tampa do conjunto, limpando-a com o pincel sobre a peneira.

Usando o pincel, transferir o material retido na peneira para recipiente previamente tarado para pesagem, agitando cuidadosamente até observar que não há mais material passando pela peneira. Anotar a massa retida na peneira (areia grossa), zerar a balança e pesar a fração contida no fundo, não retida na peneira (areia fina).

Para determinação das cinco frações da areia o procedimento é o mesmo, transferindo a areia total seca para conjunto de peneiras com fundo, montadas na ordem crescente do tamanho de abertura das malhas das peneiras: fundo, 0,106; 0,210; 0,50 e 1 mm.

**Figura 6.** Agitador para separação das frações de areia e conjunto de peneiras para separação em cinco frações.

## 6.9. Preparo da suspensão

Após a separação da fração areia (item 6.8.), transferir a solução do solo que ficou no copo para a proveta de 500 mL e completar o volume com água. Preparar uma proveta com suspensão da prova em branco: colocar 50 ou 100 mL do dispersante, para os métodos da pipeta ou densímetro respectivamente, e completar o volume com água.

Agitar a suspensão por trinta segundos com um bastão contendo na extremidade inferior um êmbolo de borracha com diâmetro um pouco menor que o do cilindro, com movimento da boca para o fundo e vice--versa. Iniciar o tempo de repouso, marcando o tempo zero ($T_0$) do início da sedimentação (Figura 7). Medir a temperatura na proveta da prova em branco. O tempo para obtenção de cada fração é determinado pela Lei de Stokes (Anexo 1) e varia com a temperatura da suspensão.

**Figura 7.** Suspensão com frações silte e argila aguardando o tempo de sedimentação.

## 6.10. Argila pelo método da pipeta

Para a determinação da fração silte + argila, imediatamente após o preparo da suspensão (agitação com o bastão por 30 segundos), inserir a pipeta na proveta na profundidade de 10 cm abaixo do nível da suspensão e pipetar 10 mL. Fazer uma sucção contínua para evitar turbilhonamento e transferir a alíquota para cápsula de porcelana. Se a areia não for separada antes do preparo da suspensão é preciso aguardar o tempo para sedimentação das partículas maiores que 0,053 mm e iniciar a pipetagem logo após o tempo indicado (Tabela 4).

**Tabela 4**. Tempo de sedimentação de partículas com diâmetro maior que 0,053 mm e densidade de partícula de 2,60 g $cm^{-3}$, em função da temperatura para coleta da fração argila + silte na profundidade 10 cm abaixo do nível superior da suspensão

| Temperatura, ºC | Minutos | Segundos | Temperatura, ºC | Minutos | Segundos |
|---|---|---|---|---|---|
| 11 | 6 | 03 | 21 | 4 | 41 |
| 12 | 5 | 54 | 22 | 4 | 34 |
| 13 | 5 | 44 | 23 | 4 | 28 |
| 14 | 5 | 35 | 24 | 4 | 22 |
| 15 | 5 | 27 | 25 | 4 | 16 |
| 16 | 5 | 19 | 26 | 4 | 10 |
| 17 | 5 | 10 | 27 | 4 | 05 |
| 18 | 5 | 03 | 28 | 3 | 59 |
| 19 | 4 | 55 | 29 | 3 | 55 |
| 20 | 4 | 48 | 30 | 3 | 50 |

Após a coleta da alíquota de argila + silte, a suspensão deve ser agitada novamente por 30 segundos, iniciando novamente a marcação do tempo para a coleta da fração argila (Tabela 5).

Nos laboratórios de rotina, em geral, a fração silte é determinada por diferença. Dessa forma, após o preparo da suspensão, aguarda-se o tempo para coletar apenas a fração argila.

Transcorrido o tempo necessário para estabilização da suspensão e sedimentação das partículas maiores que 0,002 mm, introduzir a pipeta a uma profundidade de 5 cm para coleta de 10 mL da suspensão contendo apenas argila. Fazer uma sucção contínua para evitar turbilhonamento e transferir a alíquota para cápsula de porcelana. Repetir o procedimento com a prova em branco, contendo a solução dispersante e água. Levar as cápsulas para secar em estufa a 105-110 ºC por no mínimo oito horas (Figura 8).

**Tabela 5**. Tempo de sedimentação de partículas de solo com diâmetro maior que 0,002 mm e densidade de partícula de 2,60 g $cm^{-3}$, em função da temperatura para coleta da fração argila na profundidade de 5 cm abaixo do nível superior da suspensão

| Temperatura, ºC | Horas | Minutos | Temperatura, ºC | Horas | Minutos |
|---|---|---|---|---|---|
| 11 | 5 | 05 | 21 | 3 | 55 |
| 12 | 4 | 55 | 22 | 3 | 50 |
| 13 | 4 | 48 | 23 | 3 | 43 |
| 14 | 4 | 40 | 24 | 3 | 38 |
| 15 | 4 | 33 | 25 | 3 | 33 |
| 16 | 4 | 25 | 26 | 3 | 28 |
| 17 | 4 | 18 | 27 | 3 | 23 |
| 18 | 4 | 13 | 28 | 3 | 20 |
| 19 | 4 | 05 | 29 | 3 | 15 |
| 20 | 4 | 00 | 30 | 3 | 11 |

Retirar as cápsulas da estufa, deixar esfriar em dessecador contendo cloreto de cálcio anidro e pesar rapidamente em balança com precisão de 0,0001 g para obter a massa da suspensão argila + silte + dispersante ($M_{ARG+SILT+D}$), argila + dispersante ($M_{ARG+D}$) e dispersante ($M_D$).

**Figura 8.** Cápsulas de porcelana preparadas para a secagem em estufa, contendo as alíquotas das frações argila + silte e argila e da prova em branco (apenas com a solução dispersante).

## Cálculos:

$$ARG = \frac{(M_{ARG+D} - M_D)}{M_{TFSA} \times \frac{V_{aliq}}{V_{prov}}} \times 1000 \times Fc \qquad (3)$$

ARG = Fração argila, g $kg^{-1}$

$M_{ARG+D}$ = massa de 10 mL da suspensão de argila + dispersante, g

$M_D$ = massa de 10 mL da suspensão com dispersante, g
$M_{TFSA}$ = massa inicial de terra fina seca ao ar (10g)
$V_{aliq}$ = volume da alíquota da suspensão (10 mL)
$V_{prov}$ = volume da proveta utilizada (500 mL)
Fc = fator de correção da umidade (Equação 2)

$$SILTE = \left[ \frac{(M_{SILT+ARG+D} - M_D)}{M_{TFSA} \times \frac{V_{aliq}}{V_{prov}}} \times 1000 \times F_c \right] - ARG \qquad (4)$$

SILTE = Fração silte, g $kg^{-1}$
$M_{ARG+SILT+D}$ = massa de 10 mL da suspensão de argila + silte + dispersante

$$AREIA = \frac{M_{areia}}{M_{TFSA}} \times F_C \times 1000 \qquad (5)$$

AREIA = Fração areia, g $kg^{-1}$
$M_{areia}$ = massa de areia seca em estufa, g

Caso a areia seja fracionada em duas ou cinco frações, a areia total será a soma das frações, sendo cada uma calculada conforme a equação 5.

Sendo determinadas as três frações (ARG, SILTE e AREIA), o somatório dos valores dessas frações nem sempre é igual a 1.000 g. Esse erro (diferença entre o somatório das frações e 1.000 g) deverá ser distribuído entre as frações de forma proporcional, conforme as equações 6, 7 e 8. A coleta da suspensão (fração silte + fração argila) e a sequência de cálculos decorrentes desta coleta levam a resultados mais adequados na análise granulométrica do solo, distribuindo o erro experimental (Ruiz *et al*., 2005).

$$ARG_c = \frac{ARG \times 1000}{\sum(ARG + SILTE + AREIA)} \quad (6)$$

ARG = Fração argila, g $kg^{-1}$ sem correção
SILTE = Fração argila, g $kg^{-1}$ sem correção
AREIA = Fração areia, g $kg^{-1}$ sem correção
ARGc = Fração argila, g $kg^{-1}$ corrigida

$$SILTE_c = \frac{SILTE \times 1000}{\sum(ARG + SILTE + AREIA)} \quad (7)$$

SILTEc = Fração silte, g $kg^{-1}$ corrigida

$$AREIA_c = \frac{AREIA \times 1000}{\sum(ARG + SILTE + AREIA)} \quad (8)$$

AREIAc = Fração areia, g $kg^{-1}$ corrigida

Se a fração silte não for determinada diretamente na suspensão, ela é calculada por diferença de acordo com a equação 9, a partir dos resultados das equações 3 e 5.

$$SILTE = 1000 - (ARG + AREIA) \quad (9)$$

## 6.11. Argila pelo método do densímetro

O densímetro utilizado na análise granulométrica é um hidrômetro (ASTM Soil hydrometer 152H, -5 a 60 g $L^{-1}$), calibrado a 20 °C, com leituras correspondentes a 1 g $L^{-1}$ (Gee; Or, 2002).

Após o preparo da suspensão (agitação com bastão por 30 segundos), aguardar mais 30 segundos, introduzir o densímetro de forma lenta, aguardar o equilíbrio. Proceder à leitura equivalente a argila + silte ($L_{A+S}$). Agitar novamente a suspensão na proveta por 30 segundos. Para a leitura equivalente à fração argila, aguardar o

tempo de sedimentação de quatro horas. Após esse tempo, introduzir o densímetro novamente na suspensão, aguardar o equilíbrio e proceder à leitura da argila ($L_{arg}$). Fazer também a leitura da prova em branco ($L_d$) e a medida da temperatura da suspensão.

Se houver bolhas na superfície da suspensão na proveta que atrapalhem a leitura do densímetro, borrifar álcool etílico a 70 ºINPM (70% m/m).

**Cálculos:**

Na preparação da suspensão são adicionadas 20 g de solo em 500 mL. Com 100% do material em suspensão, o valor da leitura do hidrômetro é 40. Dessa forma, para converter as leituras das frações argila e argila + silte em g $L^{-1}$, obtidas após o tempo de sedimentação, em teores de argila e silte em g $kg^{-1}$ usar, respectivamente, as equações 10 e 11.

$$ARG = \left(L_{arg} - L_d \pm F_t\right) \times 2{,}5 \times F_c \qquad (10)$$

ARG = Fração argila, em g $kg^{-1}$
$L_{arg}$ = Leitura do densímetro para a fração argila, g $L^{-1}$
$L_d$ = Leitura do densímetro para o dispersante
Ft = Fator de correção da temperatura (Tabela 6)
Fc = fator de correção da umidade (Equação 2).

$$SILTE = \left[(L_{A+S} - L_d \pm F_t) \times 2{,}5 \times F_c\right] - ARG \qquad (11)$$

SILTE = Fração silte, em g $kg^{-1}$
$L_{A+S}$ = Leitura do densímetro para a fração argila + silte

Da mesma forma que no método da pipeta, nos laboratórios de rotina em que a fração silte não é determinada, calcular essa fração por diferença de acordo com a equação 9.

**Tabela 6**. Fator de correção da leitura do densímetro de acordo com a temperatura da suspensão

| ºC | Fator | ºC | Fator | ºC | Fator |
|---|---|---|---|---|---|
| 18,0 | - 0,72 | 22,0 | + 0,72 | 26,0 | + 2,16 |
| 18,5 | - 0,54 | 22,5 | + 0,90 | 26,5 | + 2,34 |
| 19,0 | - 0,36 | 23,0 | + 1,08 | 27,0 | + 2,52 |
| 19,5 | - 0,18 | 23,5 | + 1,26 | 27,5 | + 2,70 |
| 20,0 | - 0,00 | 24,0 | + 1,44 | 28,0 | + 2,88 |
| 20,5 | + 0,18 | 24,5 | + 1,62 | 28,5 | + 3,06 |
| 21,0 | + 0,36 | 25,0 | + 1,80 | 29,0 | + 3,24 |
| 21,5 | + 0,54 | 25,5 | + 1,98 | 29,5 | + 3,42 |

## 6.12. Argila dispersa em água e grau de floculação

O grau de floculação é um parâmetro que indica quanto da fração argila se encontra floculada naturalmente, calculado a partir da determinação da argila dispersa em água (ADA).

Na ausência de eletrólitos, as argilas podem estar naturalmente dispersas em um meio aquoso. Quando o balanço de cargas das partículas do solo for negativo ou positivo, as argilas estarão dispersas, se perto do ponto de carga zero, com balanço de cargas próximo à neutralidade, estarão floculadas. A argila dispersa em água é comumente mais baixa ou mesmo nula em solos bem intemperizados, como nos "horizontes de subsuperfície" de alguns Latossolos com baixos teores de matéria orgânica.

Para determinação da ADA, segue-se o mesmo procedimento para dispersão das amostras, mas sem o uso de dispersantes. Pesar 10 g de TFSA e transferir para garrafa de Stohmann com 100 mL de água destilada. Agitar durante dezesseis horas a 30 rpm em agitador rotativo de Wagner. Transferir a suspensão para proveta de 500 mL e completar o volume com água destilada. Aguardar o tempo de sedimentação, seguindo o procedimento do item 6.10. para determinação pela pipeta ou 6.11. para determinação pelo densímetro.

O grau de floculação (GF) e o grau de dispersão (GD) de cada amostra são calculados conforme as expressões:

$$GF = 100 \times \frac{(ARG - ADA)}{ARG} \qquad (12)$$

$$GD = 100 - GF \qquad (13)$$

# 7. CONSIDERAÇÕES SOBRE OS MÉTODOS DE ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DE SOLOS

O método mais adequado para a análise granulométrica em laboratórios de rotina é o que utiliza agitação reciprocante lenta e hidróxido de sódio e hexametafosfato de sódio como dispersantes. Adaptações feitas nos laboratórios devem seguir a recomendação completa do método adotado. Dessa forma, modificações na forma e no tempo de agitação requerem modificar também os dispersantes utilizados ou incluir outros abrasivos. Qualquer adaptação deve ser verificada por comparação com resultados obtidos pelo método padrão e com resultados dos Ensaios de Proficiência.

Embora seja possível determinar a fração areia por diferença, esse procedimento não é recomendado. A determinação direta da fração areia tem menos fatores de erro do que a determinação direta da fração silte, seja pelo método da pipeta (coleta da alíquota de argila + silte), seja pelo método do densímetro (leitura da suspensão com argila + silte).

A dispersão da amostra, com a desagregação das partículas individuais sem quebrá-las, é a etapa mais crítica na análise granulométrica. A dispersão inadequada ou a quebra de partículas mais grosseiras pode resultar em valores mais elevados da fração de silte e menores da fração argila, ou valores super ou subdimensionados da fração areia.

A dispersão da amostra requer processos mecânicos e químicos que apresentam diferentes graus de dificuldade, custo de equipamentos e tempo de execução, que podem afetar a tomada de decisão em um

laboratório de rotina. Na sequência, são discutidas as principais variáveis e opções, com suporte na literatura. O presente protocolo para análise granulométrica traz as recomendações empregadas no laboratório do IAC. Caso haja necessidade de adaptações, o texto tem informações que permitem ajustes e opções sugeridas por diferentes autores. Porém, não é recomendado que o laboratório faça adaptações misturando procedimentos, ou seja, se o procedimento tiver que ser alterado, é preferível adotar o protocolo completo sugerido pelo autor da modificação.

## 7. 1. Pré-tratamentos químicos

Solos calcáreos, salinos ou ricos em matéria orgânica geralmente necessitam de pré-tratamento para remoção de agentes cimentantes que dificultam a desagregação das partículas individuais. Porém, os pré-tratamentos demandam procedimentos manuais e são demorados. Assim, laboratórios de rotina tendem a ignorá-los. No entanto, isso pode levar a resultados analíticos pouco confiáveis.

A necessidade de pré-tratamento pode ser identificada a partir de informações iniciais ou na fase de preparo da amostra: local de coleta (solos de ambientes encharcados, solos de climas secos, solos de clima frio), presença de grande quantidade de material orgânico pouco decomposto e cor escurecida da amostra, agregados maciços ou muito consolidados, volume de amostra acima do usual em relação à massa de 10 ou 20 g.

Mas muitas vezes, a necessidade de pré-tratamento é identificada apenas nas etapas de dispersão e preparo da suspensão ou na análise de resultados: decantação imediata da amostra após a dispersão, presença de grande quantidade de espuma na superfície da suspensão, teores de silte atípicos, especialmente na camada superficial do solo.

Caso a necessidade de pré-tratamento seja detectada depois do início da análise ou ao seu final, quando valores anômalos são observados, a amostra precisa ser reanalisada de acordo com os procedimentos do item 6.5.

## 7.2. Dispersantes e agentes abrasivos

O dispersante utilizado no presente protocolo é uma solução com hidróxido de sódio e hexametafosfato de sódio. Há na literatura artigos que indicam o uso de outras soluções dispersantes em função do tipo de solo. Na rotina do laboratório, entretanto, nem sempre é possível saber, antecipadamente, o tipo de solo que será analisado, por isso indica-se a solução de hidróxido de sódio + hexametafosfato de sódio que apresenta bons resultados para a maioria dos tipos de solo.

Se a opção for por um dispersante diferente é preciso validar sua eficiência, comparando os resultados obtidos com o dispersante alternativo e com o aqui descrito ou com dados dos Ensaios de Proficiência para laboratórios de análises de solo.

Sobre os dispersantes, Mauri *et al*. (2011) verificaram que o NaOH foi mais efetivo para dispersar solos com CTC dependente de pH, em comparação com dispersantes que apresentaram baixo pH ou que bloqueavam cargas do complexo de troca. Comparando outros dispersantes, Rodrigues *et al*. (2011) verificaram que o hexametafosfato de sódio foi o mais eficiente na dispersão de amostras provenientes de horizonte B de solos com predominância de cargas negativas. Para Almeida *et al.* (2012), o dispersante padrão é o hidróxido de sódio (NaOH) 1 M, entretanto, esses autores indicam outras três soluções dispersantes: solução de hidróxido de sódio 1 mol $L^{-1}$, solução de hexametafosfato de sódio 1 mol $L^{-1}$ tamponada com carbonato de sódio, ou solução de hexametafosfato de sódio 0,038 mol $L^{-1}$ + hidróxido de sódio 0,1 mol $L^{-1}$, conforme o tipo de solo. Analisando 26 solos do estado de Pernambuco, Cunha *et al.* (2014) verificaram que o NaOH foi o dispersante mais efetivo na análise granulométrica. De acordo com Teixeira *et al.* (2017), em Latossolos, Nitossolos, Argissolos, Gleissolos e Neossolos Quartzarênicos e Flúvicos deve ser utilizado como dispersante o NaOH. E, caso esses solos apresentem elevados teores de cálcio, magnésio e potássio, o hexametafosfato de sódio + hidróxido de sódio deve ser empregado. Para solos salinos, solos sódicos, carbonáticos e solos com argila de atividade

alta (argilominerais 2:1), como Luvissolos, Chernossolos e Vertissolos, a indicação é utilizar o hexametafosfato de sódio.

Abrasivos podem ser adicionados para ajudar a dispersão das partículas. Oliveira *et al*. (2002), trabalhando com Latossolos muito argilosos e Tavares Filho e Magalhães (2008), trabalhando com um Latossolo férrico argiloso, utilizaram 30 g de areia grossa (>1 mm) para obter dispersão mais efetiva. Corá *et al*. (2009) verificaram que a adição de 25 g de areia, com diâmetro entre 1 e 0,5 mm, na fase de dispersão (utilizando 10 mL de NaOH 1 mol $L^{-1}$) foi eficiente para promover efetiva dispersão das partículas primárias do solo de solos argilosos com altos teores de óxidos de Fe e com dificuldades de dispersão. Rodrigues *et al*. (2011) também verificaram que areia grossa como abrasivo aumentou os teores de argila, mas que a utilização de areia grossa não teve eficácia igual em todas as classes de solo. Klein (2012) cita que a utilização de esferas de vidro é eficiente em curtos períodos de agitação, mas que em tempos mais longos há quebra de partículas de areia, resultando em aumento indevido do teor de silte.

Outros autores citam a necessidade dos pré-tratamentos. Donagemma *et al*. (2003) identificaram a presença de pseudo-silte (microagregados) em amostras com dispersão feita utilizando agitação rápida, a 12.000 rpm, durante 30 min e NaOH 0,1 mol $L^{-1}$ como dispersante. Os autores recomendam, nesse caso, a utilização de pré-tratamentos para remoção de óxidos de ferro mal cristalizados dos solos muito intemperizados. Ferreira (2010) comenta que, além da remoção de matéria orgânica, carbonatos e sais solúveis, a remoção de óxidos de ferro e alumínio também pode ser utilizada. Porém, embora os óxidos de ferro e alumínio sejam agentes cimentantes, esses óxidos integram a composição mineralógica da fração argila, não justificando sua eliminação. Verdade (1954) estudou o uso de $H_2O_2$ para oxidação da matéria orgânica em amostras de solo. Sousa Neto *et al*. (2009) verificaram que HCl 1 mol $L^{-1}$ como pré-tratamento antes da adição do dispersante NaOH 1 mol $L^{-1}$ foi eficiente em dispersar a argila presente em amostras

de solo com elevado teor de carbonato de cálcio. Jorge e Lepsch (1982) e Tavares Filho e Magalhães (2008) verificaram maior dispersão das amostras, independentemente do teor de matéria orgânica, quando se fez o pré-tratamento com $H_2O_2$ a 30%, resultado oposto ao encontrado por Miyazawa e Barbosa (2011).

### 7.3. Agitadores para dispersão mecânica

O agitador reciprocante de Wagner com as garrafas de Stohmann, padrão em análises granulométricas e usado no presente protocolo, tem capacidade operacional relativamente restrita, o que pode ser limitante em alguns laboratórios de rotina.

O uso de outros agitadores para a dispersão mecânica das amostras tem como principal objetivo aumentar a capacidade de processamento com custo mais baixo. No caso de substituição do agitador indicado no presente protocolo, o laboratório deve testar o resultado da análise em comparação com dados obtidos com o método padrão e com os Ensaios de Proficiência, para se certificar que o novo procedimento permite a obtenção de resultados confiáveis.

Estudos realizados sobre diferentes tipos de agitadores variam o tipo de movimento, a velocidade ou a frequência e o tempo de agitação, e alguns incluem utilização de abrasivos, em geral areia.

Grohmann e Raij (1977) utilizando um método adequado de agitação (no caso, a agitação lenta com areia) não observaram diferenças na utilização de diferentes dispersantes e pré-tratamentos. Oliveira *et al.* (2002) utilizaram agitação horizontal com movimento helicoidal por 3 horas com bom resultado, entretanto, as amostras ficaram por 12 horas em contato com 10 mL de NaOH 1 M + 250 mL de água destilada e foi adicionada areia grossa antes da agitação. Tavares Filho e Magalhães (2008) compararam diversos métodos para dispersão do solo e obtiveram bons resultados com um agitador orbital de mesa com 30 rpm, associado à agitação lenta por 16 h e usando areia grossa como

abrasivo. Rodrigues *et al*. (2009) avaliaram agitação horizontal com três tempos de agitação e não obtiveram diferença em relação à agitação rápida com coqueteleira. Miyazawa e Barbosa (2011) obtiveram boa dispersão utilizando um agitador com movimento reciprocante, com 180 rpm e adição de areia grossa, partículas entre 0,5 a 1 mm, para reduzir o tempo de agitação e recipientes com 47 e 67 mm de diâmetro, sendo a relação entre largura do recipiente e amplitude do agitador de 1,25 a 1,75. Dourado *et al.* (2012) obtiveram desempenho satisfatório da mesa agitadora reciprocante de baixa rotação, 130 rpm por 14-16 h, para dispersão mecânica de 66 amostras de solo de diferentes classes texturais. Klein (2012) utiliza recipientes de vidro cilíndricos de 600 mL e agitador com curso de 10 cm e frequência de 120 ciclos por minuto, com tempo de agitação de 16 horas.

Outros estudos descrevem o uso de ultrassom para dispersão das amostras. Vitorino *et al*. (2001) e Oliveira *et al*. (2002) indicam que essa forma de agitação resultou em maiores teores da fração argila em comparação com outros métodos, como o método da coqueteleira por 20 minutos em uma rotação de 10.000 rpm. Não foi feita, entretanto, a comparação com o método de agitação lenta.

### 7.4. Escolha do método

Uma comparação entre os dois métodos, pipeta e densímetro, utilizando amostras do Ensaio de Proficiência IAC, indicou que os métodos são equivalentes (Figura 9). Entretanto, em análise do desempenho dos laboratórios em 2019 e 2020, verificou-se maior presença de laboratórios que utilizam o método da pipeta entre aqueles com nota A.

A rotina e a demanda do laboratório são decisivas na escolha do método. O método da pipeta tem mais etapas, resultando em custo mais elevado e mais tempo para obtenção dos resultados. O do densímetro é rápido e de menor custo, mas é um método empírico e não apresenta a mesma acurácia do método da pipeta (Gee; Or, 2002). Entretanto, adaptações e erros na execução da análise, incluindo todas as etapas, desde a dispersão da amostra até o cálculo das frações, resultam em diferenças que excedem as diferenças entre os métodos.

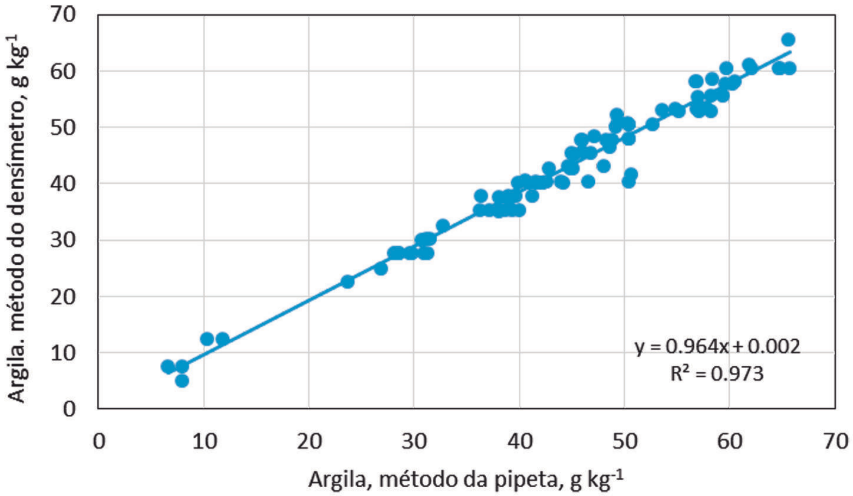


**Figura 9.** Relação entre os valores de argila determinados pelo método da pipeta e do densímetro em amostras do Ensaio de Proficiência IAC para Laboratórios de Análises de Solos.

## 8. MÉTODOS ESPECTROSCÓPICOS

A determinação de granulometria em solos é bastante demorada, trabalhosa e envolve várias etapas. Por isso, há uma constante busca por técnicas mais rápidas, entre elas, métodos indiretos, ou seja, inferir a proporção de classes de tamanho das partículas de solo por meio de outras medidas.

Atenção tem sido dada para técnicas espectroscópicas, tais como NIR (reflectância do infravermelho próximo), MIR (reflectância do infravermelho médio) (Ferraresi *et al*., 2012; Franceschini *et al*., 2013; Parent *et al*., 2021) e LIBS (Espectroscopia de emissão ótica por plasma induzido por laser) (Villas-Boas *et al*., 2020; Huang *et al*., 2024). Tais métodos envolvem a medição de espectros eletromagnéticos de vários tipos, emitidos pelo solo após a aplicação de uma fonte de energia (infravermelho, laser). Os espectros obtidos após a aplicação das fontes de energia são indiretamente correlacionados com várias propriedades químicas e físicas do solo, inclusive as frações granulométricas. Esses

métodos têm também ampla aplicação em várias outras áreas das ciências, além da agricultura.

As técnicas espectroscópicas têm despertado interesse por serem não destrutivas e rápidas, eliminando os processos de extração de nutrientes ou das frações granulométricas, e por substituírem os equipamentos de detecção convencionais. Alguns laboratórios já têm empregado tais procedimentos em rotina, mas, no estágio atual dessas tecnologias, ainda há questões que limitam o seu uso. Uma das limitações é o alto custo dos equipamentos (Villas-Boas *et al*., 2020). Outra, talvez a mais importante, é a necessidade de calibrações prévias, para estabelecer a relação entre os espectros gerados pelo estímulo de energia aplicado sobre a matriz e as características do solo almejadas para serem medidas (Tiruneh *et al*., 2022; De Santana *et al*., 2023).

As calibrações, usando técnicas quimiométricas ou não, geralmente envolvem o uso de algoritmos complexos, inteligência artificial, aprendizado das máquinas, e requerem grande número de amostras com valores conhecidos – obtidos por métodos padrão ou de referência para ensinar as máquinas (Parent *et al*., 2021). Por exemplo, calibrações de solos para determinações de características físicas ou químicas, podem requerer milhares, ou até dezenas de milhares de amostras, nas quais os espectros são obtidos por NIR, MIR, laser etc., e correlacionados com as propriedades desejadas. Depois dessa etapa, as leituras espectrais feitas em amostras de solo (ou outros materiais) indicam as concentrações do atributo de interesse.

Dependendo da quantidade e qualidade das amostras usadas na calibração e da técnica de calibração empregada, os resultados podem ser quantitativos, semiquantitativos ou apenas qualitativos (Franceschini *et al*., 2013). Portanto, dependendo da precisão necessária para a medida, os métodos espectroscópicos podem ou não ser adequados. Outro fator a ser considerado para o emprego dessas técnicas é que as calibrações para um equipamento podem não ser muito precisas para quando um aparelho diferente for utilizado (Huang *et al*., 2024). Como as calibrações

geralmente são feitas em instituições de pesquisa ou centros especializados, que dispõem de amostras para tal e recursos tecnológicos para esses procedimentos complexos, a dificuldade de estender as calibrações para equipamentos diversos se torna uma limitação importante.

Alguns modelos de negócio envolvem a cessão de equipamentos para laboratórios menores ou independentes, que fazem a leitura das amostras e enviam remotamente os resultados para um laboratório central com mais recursos de computação e que emite o laudo, mediante cobrança pelo serviço. A conveniência para um laboratório independente participar dessas parcerias depende da relação custo-benefício, particular para cada empresa.

Como conclusão, o uso de métodos espectroscópicos para a determinação de textura tem atrativos pela possibilidade de substituir procedimentos trabalhosos, mas, tem que ser visto com cuidado pois essa tecnologia ainda está em aprimoramento.

## AGRADECIMENTOS

Agradecemos aos funcionários das carreiras de apoio à pesquisa Maria Elizabete Alves de Freitas, Ruth Fazio Rodrigues e Antônio Ribeiro de Souza, pelas coletas e processamentos de amostras, pelas análises e testes de métodos e pelas avaliações dos procedimentos da rotina do Laboratório de Física do Solo que contribuíram para o desenvolvimento deste Boletim.

Agradecemos também aos estagiários, mestrandos e doutorandos que, ao longo do tempo, contribuíram para a realização das análises e avaliações dos métodos.

## REFERÊNCIAS

ALMEIDA, B. G. de; DONAGEMMA, G. K.; RUIZ, H. A.; BRAIDA, J. A.; VIANA, J. H. M.; REICHERT, J. M. M.; OLIVEIRA, L. B.;

CEDDIA, M. B.; WADT, P. S.; FERNANDES, R. B. A.; PASSOS, R. R.; DECHEN, S. C. F.; KLEIN, V. A.; TEIXEIRA, W. G. **Padronização de métodos para análise granulométrica no Brasil**. Rio de Janeiro: Embrapa Solos. 2012. 11 p. (Comunicado Técnico, 66)

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 Agronômico de Campinas**. Campinas: Instituto Agronômico. 1986. 94 p. (Boletim Técnico, 106)

CORÁ, J. E.; FERNANDES, C.; BERALDO, J. M. G.; MARCELO, A. V. Adição de areia para dispersão de solos na análise granulométrica. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 33, n. 2, p. 255-262, 2009.

CUNHA, J. C.; FREIRE, M. B. G. dos S.; RUIZ, H. A.; FERNANDES, R. B. A.; ALVAREZ, V. H. Comparação de dispersantes químicos na análise granulométrica de solos do Estado de Pernambuco. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 18, n. 8, p. 783-789, 2014.

DE SANTANA, F. B.; HALL, R. L.; LOWE, V.; BROWNE, M. A.; GRUNSKY, E. C.; FITZSIMONS, M. M.; GALLAGHER, V.; DALY, K. A systematic approach to predicting and mapping soil particle size distribution from unknown samples using large mid-infrared spectral libraries covering large-scale heterogeneous areas. **Geoderma**, v. 434, 116491, 2023.

DONAGEMMA, G. K.; RUIZ, H. A.; FONTES, M. P. F.; KER, J. C; SCHAFFER, C. E. G. R. Dispersão de Latossolos em resposta à utilização de pré-tratamentos na análise textural. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 27, p. 765-772, 2003.

DOURADO, T. A.; SILVA, L. F. S. da; MARINHO, M. de A. Performance of a reciprocal shaker in mechanical dispersion of soil samples for particle-size analysis. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 36, n. 4, p. 1131-1148, 2012.

FERRARESI, T. M.; SILVA, W. T. L.; MARTIN-NETO, L.; SILVEIRA, P. M.; MADARI, B. E. Espectroscopia de infravermelho na determinação da textura do solo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo,** v. 36, p. 1769-1777, 2012.

FERREIRA, M. M. Caracterização Física do Solo. *In*: LIER, Q. van (ed.), **Física do Solo**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2010. p. 1-12.

FRANCESCHINI, M. H. D.; DEMATTÊ, J. A. M.; SATO, M. V.; VICENTE, L. E.; GREGO, C. R. Abordagens semiquantitativa e quantitativa na avaliação da textura do solo por espectroscopia de reflectância bidirecional no VIS-NIR-SWIR. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 48, n. 12, p. 1569-1582, 2013.

GEE, G. W.; OR, D. Particle-Size Analysis. *In*: DANE, J. H; TOPP, G. C (eds.) **Methods of Soil Analysis. Part 4**: Physical Methods. Soil Science Society of America Book Series 5. Madison, WI: Soil Science Society of America, 2002. Cap. 2.4. p. 255-293.

GROHMANN, F.; RAIJ, B. van. Dispersão mecânica e pré-tratamento para análise granulométrica de Latossolos argilosos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 1, p. 52-53, 1977.

HUANG, Y.; MOHAJAN, S.; BEIER, N. F.; WAN, Y.; LAMOTHE, S.; BAIS, A.; DYCK, M.; HEGMANN, F.; HUSSEIN, A. E. Adaptive Learning for Soil Classification in Laser-Induced Breakdown Spectroscopy Streaming. **IEEE Transactions on Artificial Intelligence**, v. 5, n. 7, p. 3714-3727, 2024.

KLEIN, V. A. **Física do Solo**. 2. ed. Passo Fundo: Ed. Universidade de Passo Fundo. 2012. 240 p.

JORGE, J. A.; LEPSCH, I. F. Matéria orgânica das alíquotas das frações de argila e silte e sua influência na análise granulométrica pelo método da pipeta. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 17, p. 1777-1781, 1982.

MAPA/SDA - Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento/ Secretaria de Política Agrícola. Instrução Normativa SPA/MAPA nº 1, de 21 de junho de 2022. Estabelece o método para classificação do solo em função da sua Água Disponível (AD) no Zoneamento Agrícola de Risco Climático (ZARC). **Diário Oficial da União**: Edição 116, Seção 1. Brasília, DF, p. 28, 22 de junho de 2022. Disponível em: https://in.gov.br/en/web/dou/-/instrucao-normativa-spa/mapa-n-1-de-21-de-junho-de-2022-409394106.

MAPA/SDA - Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento/Secretaria de Política Agrícola. Instrução Normativa nº 2, de 5 de agosto de 2022. Altera a Instrução Normativa SPA/MAPA nº 1, de 21 de junho de 2022, que estabelece o método para classificação do solo em função da sua Água Disponível (AD) no Zoneamento Agrícola de Risco Climático (ZARC). **Diário Oficial da União**: Edição 150, Seção 1, Brasília, DF, p. 10, 9 de agosto de 2022. Disponível em: https://in.gov.br/en/web/dou/-/instrucao-normativa-spa/mapa-n-2-de-5-de-agosto-de-2022-421241455.

MAURI, J.; RUIZ, H. A.; FERNANDES, R. B. A.; KER, J. C.; REZENDE, L. R. M. Dispersantes químicos na análise granulométrica de latossolos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 35, n. 4, p. 1277-1284, 2011.

MIYAZAWA, M.; BARBOSA, G. M. de C. Efeitos da agitação mecânica e matéria orgânica na análise granulométrica do solo. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 15, n. 7, p. 680-685, 2011.

OLIVEIRA, G. C.; DIAS JÚNIOR, M. S.; VITORINO, A. C. T.; FERREIRA, M. M.; SÁ, M. A. C.; LIMA, J. M. Agitador horizontal de movimento helicoidal na dispersão mecânica de amostras de três Latossolos do sul e campos das vertentes de Minas Gerais. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 26, p. 881-887, 2002.

PARENT, E. J.; PARENT, S.; PARENT, L. E. Determining soil particle-size distribution from infrared spectra using machine learning predictions: Methodology and modeling. **PLoS One**, v. 16, n. 7, p. e0233242, 2021.

RODRIGUES, C.; OLIVEIRA, V. A. de; SILVEIRA, P. M. da; SANTOS, G. G. Dispersantes químicos e pré-tratamentos na avaliação do teor de argila de solos de diferentes mineralogias. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 35, p. 1589-1596, 2011.

RODRIGUES, W. S.; LACERDA, N. B. de; OLIVEIRA, T. S. de. Análise granulométrica em solos de diferentes classes por agitação horizontal. **Revista Ciência Agronômica**, v. 40, p. 474-485, 2009.

RUIZ, H. A. Incremento da exatidão da análise granulométrica do solo por meio da coleta da suspensão (silte + argila). **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 29, p. 297-300, 2005.

SANTOS, H. G. dos; JACOMINE, P. K. T.; ANJOS, L. H. C. dos; OLIVEIRA, V. A. de; LUMBRERAS, J. F.; COELHO, M. R.; ALMEIDA, J. A. de; ARAUJO FILHO, J. C. de; OLIVEIRA, J. B. de; CUNHA, T. J. F. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. 5. ed. rev. e ampl. Brasília: Embrapa, 2018. 353 p.

SANTOS, R. D.; LEMOS, R. C.; SANTOS, H. G.; KER, J. C.; ANJOS, L. H. C.; SHIMIZU, S. H. **Manual de descrição e coleta de solo no campo**. 7. ed. rev. e ampl. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2015. 100 p.

SOUSA NETO, E. L. DE; FIGUEIREDO, L. H. A.; BEUTLER, A. N. Dispersão da fração argila de um latossolo sob diferentes sistemas de uso e dispersantes. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 33, p. 723-728, 2009.

TAVARES FILHO, J.; MAGALHÃES, F. S. de. Dispersão de amostras de latossolo vermelho eutroférrico influenciadas por pré-tratamento para oxidação da matéria orgânica e pelo tipo de agitação mecânica. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 32, n. 4, p. 1429-1435, 2008.

TEIXEIRA, P. C.; DONAGEMMA, G. K.; FONTANA, A.; TEIXEIRA, W. G. **Manual de métodos de análise de solo**. 3. ed. rev. e ampl. Brasília: Embrapa, 2017. 573 p.

TIRUNEH, G. A.; MESHESHA, D. T.; ADGO, E.; TSUNEKAWA, A.; HAREGEWEYN, N.; FENTA, A. A.; BELAY, A. W.; TADESSE, N.; FEKADU, G.; REICHERT, J. M. Use of soil spectral reflectance to estimate texture and fertility affected by land management practices in Ethiopian tropical highland. **PLOS ONE**, v. 17, n. 7, p. e0270629, 2022.

VERDADE, F. da C. Ação da água oxigenada sôbre a matéria orgânica do solo. **Bragantia** n. 13, p. 287–295, 1954.

VILLAS-BOAS, P. R.; FRANCO, M. A.; MARTIN-NETO, L.; GOLLANY, H. T.; MILORI, D. M. B. P. Applications of laser-induced breakdown spectroscopy for soil characterization, part II: Review of elemental analysis and soil classification. **European Journal of Soil Science**, v. 71, n. 5, p. 805-818, 2020.

VITORINO, A. C. T.; FERREIRA, M. M.; OLIVEIRA, G. C.; DIAS JÚNIOR, M. S.; CAROLINO DE SÁ, M. A.; LIMA, J. M.; CURI, N. Níveis de energia ultra-sônica na dispersão de argila em solos da região de Lavras (MG). **Ciência e Agrotecnologia**, v. 25, n. 6, p. 1330-1336, 2001.

# ANEXO 1 - EQUAÇÃO DE STOKES

**Equação de Stokes:**

$$v = \frac{2}{9} \times g \times r^2 \times \frac{(D_p - D_{sol})}{\eta}$$

v = velocidade de queda de uma partícula em um meio líquido (m $s^{-1}$)

g = aceleração da gravidade (980,7 cm $s^{-2}$)

r = raio da partícula (0,0053 cm)

Dp = densidade da partícula (2,60 g $cm^{-3}$)

Dsol = peso específico da suspensão (1,0 g $cm^{-3}$, a 20 °C)

η = viscosidade da água à temperatura de 20 °C = 0,008007 g $cm^{-1}$ $s^{-1}$ ou 0,01 poise

$$v = \frac{h}{t} \quad \frac{espaço}{tempo}$$

h = altura de queda (5 ou 10 cm)

t = tempo para queda (s)

$$\frac{h}{t} = \frac{2}{9} \times g \times r^2 \times \frac{(D_p - D_{sol})}{\eta}$$

$$t = \frac{9 \times \eta \times h}{2 \times g \times r^2 \times (D_p - D_{sol})}$$

# ANEXO 2 - RELAÇÃO ENTRE DIFERENTES EXPRESSÕES DE ABERTURA DE MALHA DE PENEIRAS

| | ASTM ABNT | TYLER MESH | ABERTURA EM MILIMETRO | ABERTURA EM POLEGADAS |
|---|---|---|---|---|
| **S** | 10 | 10 | **2** | 0,0787 |
| **É** | 12 | 12 | 1,65 | 0,0661 |
| **R** | 14 | 14 | 1,41 | 0,0555 |
| **I** | 16 | 16 | 1,19 | 0,0469 |
| **E** | 18 | 18 | **1** | 0,0394 |
| | 20 | 20 | 0,84 | 0,0331 |
| | 25 | 25 | 0,71 | 0,0280 |
| **F** | 30 | 30 | 0,59 | 0,0232 |
| **I** | 35 | 35 | **0,50** | 0,0197 |
| **N** | 40 | 40 | 0,42 | 0,0165 |
| **A** | 45 | 45 | 0,35 | 0,0135 |
| | 60 | 60 | 0,250 | 0,0092 |
| | 70 | 70 | **0,210** | 0,0083 |
| | 80 | 80 | 0,177 | 0,0070 |
| | 100 | 100 | 0,149 | 0,0059 |
| | 120 | 120 | 0,125 | 0,0049 |
| | 140 | 140 | **0,105** | 0,0041 |
| | 170 | 170 | 0,088 | 0,0035 |
| | 200 | 200 | 0,074 | 0,0029 |
| | 230 | 230 | 0,062 | 0,0024 |
| | 270 | 270 | **0,053** | 0,0021 |

Em negrito, as principais peneiras utilizadas na análise granulométrica.

**Instituto Agronômico**
Av. Barão de Itapura, 1.481
13020-902 - Campinas (SP) BRASIL
Fone: (19) 2137-0600
**www.iac.sp.gov.br**

IAC INSTITUTO AGRONÔMICO
apta
Secretaria de Agricultura e Abastecimento
SÃO PAULO GOVERNO DO ESTADO SÃO PAULO SÃO TODOS