

# COMPARAÇÃO DE DOIS MÉTODOS DE ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DE SOLOS UTILIZADOS PELO SNLCS/EMBRAPA E IAC<sup>1</sup>

JOSÉ ANTONIO JORGE<sup>2</sup>, JOSÉ LOPES DE PAULA<sup>3</sup> e JOÃO ROBERTO FERREIRA MENK<sup>4</sup>

**RESUMO** - Trinta e duas amostras de solo, com teores oscilando entre 7,4% e 92,9% de argila, foram submetidas à análise granulométrica pelo método da pipeta e do densímetro, seguindo os procedimentos do IAC e do SNLCS/EMBRAPA. Para o método da pipeta, não houve diferenças significativas entre os resultados das duas Instituições quanto à fração argila; para as frações silte e areia fina, os resultados foram maiores para o IAC, com diferenças significativas ao nível de 5%; para a fração areia grossa, as diferenças entre os resultados foram significativas a 5%, com os valores mais baixos para o IAC. Para o método do densímetro, os valores obtidos foram diferentes e significativos a 5% e mais altos para o IAC quanto às frações argila e areia fina, e significativos a 5% e mais baixos para o IAC para a fração silte e areia grossa.

Termos para indexação: física do solo, procedimentos analíticos, pipeta, densímetro, dispersão.

## A COMPARISON OF TWO METHODS OF MECHANICAL ANALYSIS OF SOIL USED BY SNLCS/EMBRAPA AND IAC

**ABSTRACT** - Thirty-two samples of soil, with clay content ranging from 7.4% to 92.9%, were analysed through the pipette and the densimeter methods, according to EMBRAPA and IAC procedures. No significant differences for clay were found in the pipette method for both laboratories. On the other hand, silt and fine sand-content results were significantly higher at the level of 5% for the IAC procedures. Coarse sand-content results were lower for the IAC procedures. For the densimeter method, the results were significantly different at the level of 5%, being lower for the IAC procedures for silt and coarse sand, and higher for clay and fine sand.

Index terms: soil physics, analytical procedures, pipette, densimeter, dispersion.

## INTRODUÇÃO

A uniformização de métodos de análise granulométrica de solos é de grande interesse, pois facilita a interpretação de dados obtidos por diferentes instituições do País. As diferenças mais marcantes, com relação aos métodos normalmente utilizados, dizem respeito aos dispersantes ou ao sistema de agitação. Estas variações têm sido introduzidas tanto no método da pipeta, desenvolvido simultaneamente por Krauss (1923), na Alemanha, Robinson (1922), em Gales, e Jennings et al. (1922), nos Estados Unidos, como no método do densímetro, introduzido por Bouyoucos (1927).

Para qualquer um dos métodos, a primeira fase da análise, ou seja, a dispersão completa da amos-

tra, é a mais crítica, exigindo maiores cuidados. Oliveira (1971), comparando o emprego do hidróxido de sódio e do hexametáfosfato de sódio na dispersão de solo não-calcário, não-salino e não-alcalino, não encontrou diferença entre os dois dispersantes. Para os solos calcários, com ou sem a presença de sais solúveis, a melhor dispersão se deu com o NaOH e tratamento prévio da amostra com HCl a 10%. Contudo, para os solos salinos, com altos teores de sais solúveis, o hexametáfosfato de sódio foi o dispersante mais indicado.

Grohmann & Rajj (1974), estudando vários métodos de dispersão do solo, concluíram que a agitação lenta da amostra de solo com 50 ml de NaOH mais 20 g de areia foi mais eficiente, resultando em teores mais elevados de argila. Muitos outros autores brasileiros estudaram métodos de dispersão de amostra de solo, destacando-se Freire et al. (1966a, b, c), Grohmann (1976), Menk & Oliveira (1974), Jorge & Lepsch (1982) e outros.

A literatura estrangeira é vasta em relação à análise granulométrica, podendo-se destacar dois bons trabalhos sobre o uso de densímetro: Day (1950) e Kaddah (1974).

<sup>1</sup> Aceito para publicação em 26 de julho de 1985.

<sup>2</sup> Eng. - Agr., Dr., Instituto Agronômico, Caixa Postal 28, CEP 13100 Campinas, SP. Bolsista do CNPq.

<sup>3</sup> Eng. - Agr., M.Sc., EMBRAPA/Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos (SNLCS), Rio de Janeiro, RJ.

<sup>4</sup> Eng. - Agr., Ph.D., Instituto Agronômico, Caixa Postal 28, CEP 13100 Campinas, SP. Bolsista do CNPq.

A finalidade deste trabalho foi a de comparar os métodos de análise granulométrica utilizados pelo IAC e SNLCS/EMBRAPA.

### MATERIAL E MÉTODOS

Para este estudo comparativo, utilizaram-se 32 amostras de solo com teores de argila oscilando de 7,4% até 92,9%, as quais foram analisadas com seis repetições.

#### Método da pipeta utilizado pela EMBRAPA-SNLCS (1979)

Pesam-se 20 g de terra fina e coloca-se a amostra em copo de plástico de 250 ml. Juntam-se 100 ml de água destilada e 10 ml de solução normal de hidróxido de sódio. Agita-se com um bastão e deixa-se a mistura em repouso durante uma noite, cobrindo o copo com vidro de relógio. Transfere-se o conteúdo para copo metálico do agitador elétrico "stirrer" com o auxílio de jatos de água, deixando o volume em torno de 300 ml. Coloca-se o copo no agitador e procede-se à agitação durante 15 minutos para solos argilosos e de textura média e 5 minutos para os arenosos. Passa-se o conteúdo através de peneira de 20 cm de diâmetro, com malha de 0,053 mm (nº 270), colocada sobre o funil apoiado em suporte, tendo, logo abaixo, uma proveta de 1.000 ml. Lava-se o material retido na peneira com água proveniente de depósito colocado a mais ou menos 3 metros de altura, de modo a se obter pressão uniforme na mangueira e lavagem eficiente e rápida das areias. Completa-se o volume da proveta até o aferimento, com o auxílio de uma pisseta. Agita-se a suspensão durante dois minutos com um bastão, tendo este, na sua extremidade inferior, uma tampa de borracha contendo vários furos, e de diâmetro um pouco menor do que o da proveta. Marca-se o tempo de sedimentação, após concluir a agitação. Prepara-se a prova em branco, colocando o dispersante utilizado em proveta de 1.000 ml contendo água destilada; completa-se o volume, agita-se por dois minutos, e marca-se o tempo de sedimentação. Mede-se a temperatura da prova em branco e verifica-se, em tabela, o tempo de sedimentação da fração argila para 5 cm de profundidade. Calculado o tempo, introduz-se uma pipeta de 50 ml, colocada em pipetador automático de borracha, até à profundidade de 5 cm e coleta-se a suspensão. Transfere-se o material para cápsula numerada e de peso conhecido. Repete-se esta operação com a prova em branco. Coloca-se a cápsula na estufa e deixa-se em repouso durante uma noite ou até que se evapore completamente a suspensão. Retira-se da estufa, coloca-se em dessecador e pesa-se com aproximação de 0,0001 g, concluindo, assim, a determinação da argila e do resíduo da prova em branco. Completa-se a lavagem da areia retida na peneira de malhas de 0,053 mm com jato forte de água de torneira. Transfere-se a fração areia para lata de alumínio numerada e de peso conhecido e coloca-se na estu-

fa. Após secagem, deixa-se esfriar e pesa-se com aproximação de 0,05 g, obtendo-se, assim, o peso da areia grossa + areia fina. Transfere-se essa fração para peneira de 13 cm de diâmetro e malhas de 0,2 mm e procede-se à separação da areia grossa. Transfere-se a areia fina para a mesma lata que foi usada anteriormente e pesa-se. Calculam-se os valores das frações de acordo com as seguintes expressões:

% argila (<0,002 mm) = [(peso da argila + dispersante) - peso dispersante] x 100 x "f".

% areia fina (0,2-0,05 mm) = peso da areia fina x 5 x "f".

% areia grossa (2,0 - 0,2 mm) = [(peso de areia fina + peso da areia grossa) - peso da areia fina] x 5 x "f".

% silte (0,05 - 0,002 mm) = 100 - (% da argila + % da areia fina + % da areia grossa).

#### Método da pipeta utilizado pelo IAC (Jorge 1983, modificado)

Pesam-se 10 g de TFSA e coloca-se a amostra num frasco de Stohman, de 500 ml, juntando com 50 ml de NaOH 0,1 N, mais 0,5 g de hexametáfosfato de sódio, completando-se a 500 ml com água destilada, agitando-se durante 16h em agitador de Wiegner (35 rpm). A suspensão é transferida para proveta de 500 ml, passando por peneira com malhas de 0,053 mm, a qual retém as areias; completa-se o volume da proveta até 500 ml com água destilada. Agita-se a suspensão por 30 segundos e marca-se o tempo. Mede-se a temperatura e, completado o tempo de sedimentação da argila, pipeta-se uma alíquota de 10 ml de suspensão na profundidade de 5 cm e transfere-se o material colhido para cápsula numerada e peso conhecido, secando-o em estufa a 105-110°C. Periodicamente, faz-se a prova em branco para determinar o peso do resíduo da solução dispersante. Depois de seca a suspensão, transfere-se a cápsula da estufa ao dessecador e pesa-se com aproximação de 0,0001 g. Completa-se a lavagem da areia retida na peneira de 0,053 mm com jato forte de água de torneira, secando-a em estufa e pesando-a com aproximação de 0,05 g, obtendo-se o peso da areia grossa + areia fina. Transfere-se essa fração para a peneira de malhas de 0,2 mm, procedendo-se à separação da areia grossa. A fração silte (0,002 mm - 0,053 mm) foi obtida por diferença. Calculam-se os valores das frações de acordo com as seguintes expressões:

% de argila (< 0,002 mm) = [(peso da argila + dispersante) - peso do dispersante] x 500 x "f".

% do silte (0,05 - 0,002 mm) = [100 - (% argila + % areia fina + % areia grossa)].

% areia fina (0,2 - 0,05 mm) = peso da areia fina x 10 x "f".

% de areia grossa (2,0 - 0,2 mm) = peso da areia grossa x 10 x "f".

Obs.: 1) Havendo interesse, faz-se a separação de 5

\* f = fator de correção de umidade.

frações de areia, em peneiras das seguintes malhas: 2 mm - 1 mm; 1 mm - 0,5 mm; 0,5 mm - 0,25 mm; 0,25 mm - 0,10 mm e 0,10 mm - 0,05 mm.

2) No procedimento utilizado na rotina do laboratório de Física do Solo, do IAC, as frações granulométricas seguem as dimensões preconizadas por Atterberg. Para este trabalho, tomou-se a dimensão de 0,53 mm como separatriz silte - areia fina, a fim de possibilitar a comparação com o método da EMBRAPA. Pela mesma razão, calculou-se a fração silte por diferença.

#### Método do densímetro utilizado pela EMBRAPA-SNLCS (1979)

Pesam-se 50 g de terra fina, seca ao ar, e coloca-se a amostra em copo de plástico de 250 ml. Adicionam-se 100 ml de água destilada e 25 ml de solução normal de hidróxido de sódio ou 25 ml de solução de hexametofosfato de sódio tamponada com carbonato de sódio. Agita-se com um bastão de vidro, cobre-se o copo com vidro de relógio e deixa-se em repouso durante uma noite. Transfere-se o conteúdo para copo metálico do agitador elétrico "stirrer", com o auxílio de um jato de água, deixando o volume em torno de 300 ml. Coloca-se o copo no agitador e procede-se à agitação durante 15 minutos para solos argilosos e de textura média e 5 minutos para os arenosos. Passa-se o conteúdo através de peneira de 20 cm de diâmetro e malhas de 0,053 mm, colocada sobre um funil apoiado em suporte, tendo, logo abaixo, uma proveta de 1.000 ml. Lava-se o material retido na peneira com água proveniente de depósito colocado a mais ou menos 3 m de altura. Completa-se o volume da proveta até o aferimento com o auxílio de uma pisseta. Agita-se a suspensão durante dois minutos com um bastão, tendo na sua extremidade inferior uma tampa de acrílico, de diâmetro um pouco menor do que o da proveta e contendo vários furos. Marca-se o tempo de sedimentação após a agitação. Prepara-se a prova em branco colocando o dispersante utilizado em proveta de 1.000 ml contendo água destilada; completa-se o volume, agita-se durante dois minutos e marca-se o tempo de sedimentação. Após 90 minutos, transfere-se o volume de suspensão, que fica nos cinco primeiros centímetros abaixo do traço do aferimento, para copo de plástico de 300 ml; essa operação pode ser feita por sifonamento, pela torneira do cilindro de Kóttgen ou pelo tubo de plástico da proveta construído para esse fim. Passa-se o conteúdo para proveta de 250 ml, introduz-se o densímetro e efetua-se a leitura com a aproximação de 0,25. Efetua-se e anota-se a leitura da prova em branco. Completa-se a lavagem da areia retida na peneira de malhas de 0,053 mm, com jato forte de água de torneira. Transfere-se a fração areia para cápsula numerada e de peso conhecido e em seguida coloca-se na estufa. Após secagem, deixa-se esfriar e pesa-se com aproximação de 0,05 g, obtendo-se, assim, o peso da areia grossa + fina. Transfere-se essa fração para peneira de 13 cm de diâmetro e malha de 0,2 mm e procede-se à separação da areia grossa. Transfere-se a areia fina para a

mesma lata que foi usada anteriormente e pesa-se. Calculam-se os valores das frações de acordo com as seguintes expressões:

% de argila ( $< 0,002$  mm) = [(leitura densímetro + leitura da prova em branco)  $\times 2 \times "f"$ ].

% areia fina (0,2 - 0,05 mm) = peso da areia fina  $\times 2 \times "f"$ .

% de areia grossa (2,0 - 0,2 mm) = peso da areia grossa  $\times 2 \times "f"$ .

% silte (0,05 - 0,002 mm) = [100 - (% argila + % areia fina + areia grossa)].

#### Método do densímetro utilizado pelo IAC (Jorge 1983, modificado)

Pesam-se 20 g de TFSA e coloca-se a amostra em frasco de Stohman com 100 ml de NaOH 0,1 N, mais 1 g de hexametofosfato de sódio, completando-se a 500 ml com água destilada, agitando-se durante 16 horas em agitador Wiegner (35 rpm). A suspensão é transferida para uma proveta de 500 ml, passando-se por uma peneira de malhas de 0,053 mm, que retém as areias. Completa-se o volume da proveta até 500 ml, com água destilada. Agita-se a suspensão por 30 segundos, introduzindo-se o densímetro após seis horas para a determinação da argila. Anota-se a temperatura da suspensão e obtém-se na tabela o fator "F" que será somado ou subtraído da leitura do densímetro. Completa-se a lavagem da areia retida na peneira de 0,05 mm com jato forte de água de torneira, secando-a em estufa, obtendo-se, assim, a areia grossa + areia fina. Transfere-se essa fração para peneira de malhas de 0,2 mm, separando as areias fina e grossa, que são pesadas com aproximação de 0,05 g. Calculam-se os valores das frações de acordo com as seguintes expressões:

% de argila ( $< 0,002$  mm) = leitura do densímetro (6 horas)  $\pm F \times "f" \times 2,5$ .

% de silte (0,05 - 0,002 mm) = 100 - (% argila + % de areia fina + % de areia grossa).

% de areia grossa (2,0 - 0,2 mm) = peso da areia grossa  $\times 5 \times "f"$ .

% de areia fina (0,2 - 0,05 mm) = peso da areia fina  $\times 5 \times "f"$ .

Obs.: No método de rotina utilizado no laboratório de Física do Solo, o silte (0,02 - 0,002 mm) é determinado introduzindo-se o densímetro seis minutos após a agitação cuja leitura refere-se ao teor de argila + silte; este valor, subtraído do valor da argila (obtido seis horas após a agitação) resulta no teor de silte. Neste trabalho, o silte foi obtido por diferença.

#### Métodos estatísticos

O delineamento experimental para cada fração granulométrica é comparável aos blocos com parcelas divididas

F = fator referente à correção das leituras em função da temperatura da suspensão.

"f" = fator de correção da umidade.

em faixas, onde blocos correspondem aos diferentes métodos analíticos utilizados pelos dois Institutos e as parcelas aos tipos de solos. Nesse modelo, tanto os laboratórios como os solos não apresentam interdependência. Para comparação de métodos, a análise de variância mostrou-se inadequada e insatisfatória em razão da sensibilidade do teste F para pequenas diferenças.

Os graus de relacionamento e de concordância entre teores de uma fração determinados por diferentes laboratórios podem ser avaliados pela análise de correlação e teste de Student (t) para dados pareados. O perfeito relacionamento e o ótimo grau de concordância seriam representados pelos pontos sobre uma reta com inclinação de  $45^\circ$  e passando pela origem (Fig. 1 a 8). Isto seria indicado através do coeficiente de correlação (r) próximo de um e do valor t baixo não-significativo.

O coeficiente de correlação (r) e o valor t para experimento pareado foram determinados conforme Snedecor & Cochran (1976).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados das análises granulométricas para as 32 amostras, média de seis repetições, pelos métodos de pipeta e do densímetro, conforme os procedimentos do IAC e da EMBRAPA, acham-se nas Fig. de 1 a 8.

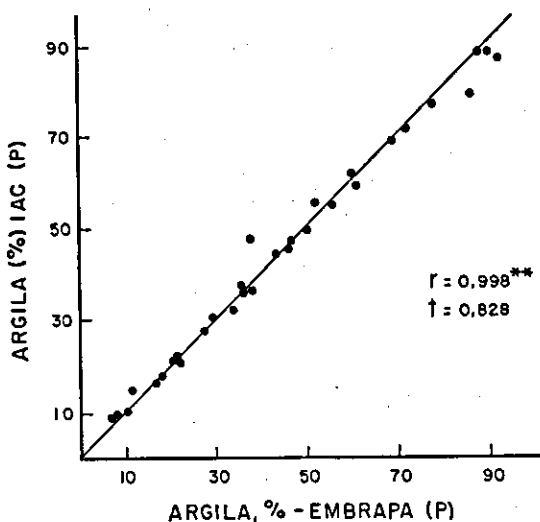


FIG. 1. Teor de argila pelo método da pipeta. (média de seis repetições).

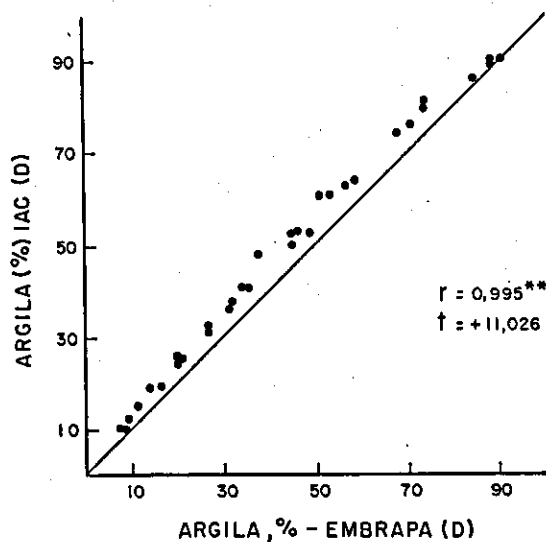


FIG. 2. Teor de argila pelo método do densímetro. (média de seis repetições).

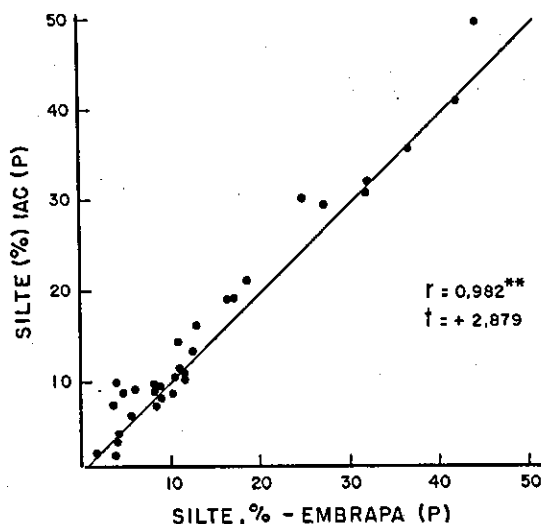


FIG. 3. Teor do silte pelo método da pipeta. (média de seis repetições).

Para a fração argila, pelo método da pipeta (Fig. 1), o coeficiente de correlação foi de 0,998\*\*, sendo que o Teste de Student (t) demonstrou não haver diferença significativa a 5% entre os resultados do IAC e EMBRAPA ( $t = 0,828$ ). Por outro lado, pelo método do densímetro, os teores de

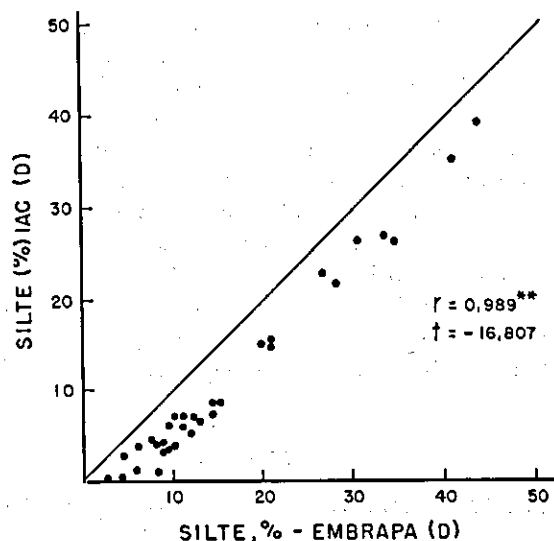


FIG. 4. Teor do silte pelo método do densímetro. (média de seis repetições).

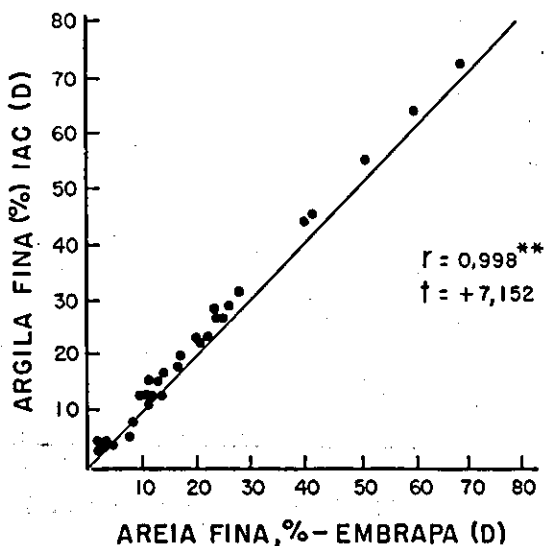


FIG. 6. Teor da areia fina pelo método do densímetro. (média de seis repetições).

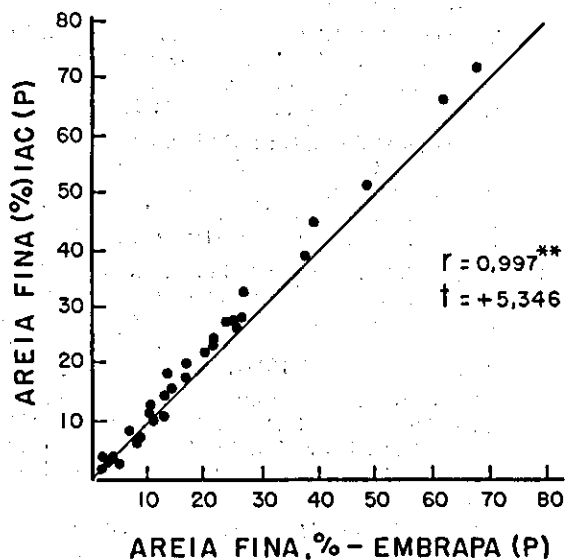


FIG. 5. Teor da areia fina pelo método da pipeta. (média de seis repetições).

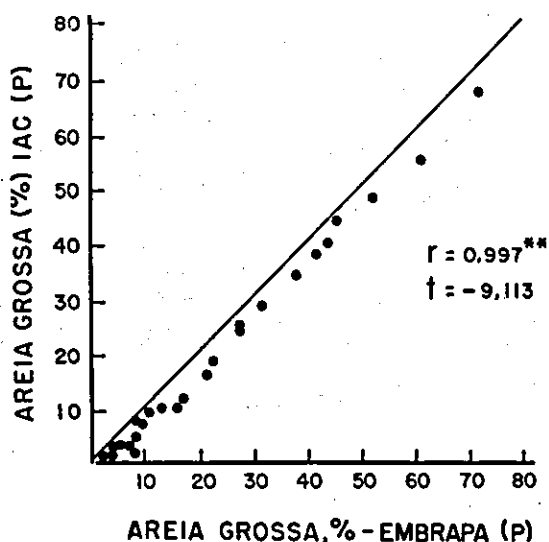


FIG. 7. Teor da areia grossa pelo método da pipeta. (média de seis repetições).

argila obtidos foram significativos a 5% (Fig. 2) e mais altos para o IAC ( $t = +11,026$ ); o  $r$  foi de  $0,995^{**}$ .

Para a fração silte, as diferenças entre os resultados das duas Instituições foram significativas a 5%, sendo no método da pipeta (Fig. 3) maior para

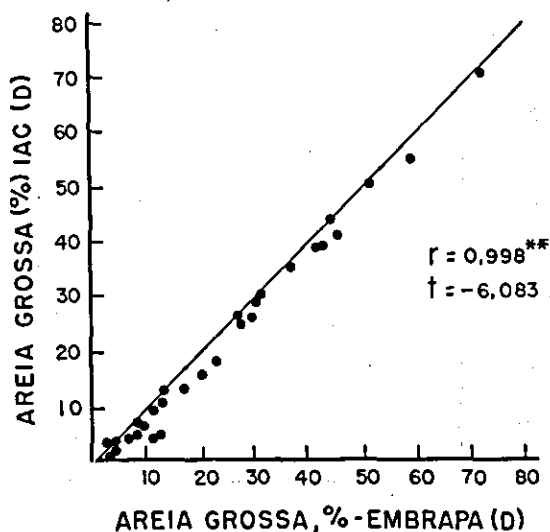


FIG. 8. Teor da areia grossa pelo método do densímetro. (média de seus repetições).

o IAC ( $t = +2,879$ ,  $r = 0,982^{**}$ ) e no método do densímetro (Fig. 4) menor para o IAC ( $t = -16,807$ ,  $r = 0,989^{**}$ ).

Para a fração areia fina, as diferenças entre os resultados foram significativas a 5%, sendo maior para o IAC tanto no método da pipeta (Fig. 5,  $t = +5,346$ ,  $r = 0,997^{**}$ ) como no método do densímetro (Fig. 6,  $t = +7,152$ ,  $r = 0,998^{**}$ ).

Para a fração areia grossa, as diferenças entre os resultados foram significativas a 5%, sendo os valores menores para o IAC tanto no método da pipeta (Fig. 7,  $t = -9,113$ ,  $r = 0,997^{**}$ ) como no método do densímetro (Fig. 8,  $t = -6,083$ ,  $r = 0,998^{**}$ ).

#### CONCLUSÕES

1. A determinação da argila pelo método da pipeta, utilizando-se os procedimentos analíticos do IAC e EMBRAPA, levou a resultados sem diferenças significativas. Com isto, pode-se concluir que tanto o sistema de agitação, quanto os diferentes dispersantes empregados possibilitaram uma boa dispersão das amostras de solo. Quando se empregou o método do densímetro, contudo, os valores de argila obtidos foram significativamente mais altos pelo procedimento do IAC.

2. Para a fração silte, não houve concordância nos resultados entre as duas Instituições, ocorrendo diferenças significativas a 5%, sendo maiores para o IAC pelo método da pipeta, e maiores para a EMBRAPA pelo método do densímetro.

3. Quanto às areias, os resultados da fração areia fina (0,2 mm - 0,05 mm) foram significativamente maiores para o IAC, em ambos os métodos, enquanto os valores de areia grossa foram significativamente mais altos para a EMBRAPA. Como os métodos de agitação foram diferentes, caberia pesquisar se esta fase da determinação analítica teria influência na fração areia grossa.

#### REFERÊNCIAS

- BOUYOCOS, G.J. The hydrometer as a new method for the mechanical analysis of soils. *Soil Sci.*, 23:343-53, 1927.
- DAY, P.R. Physical basis of particle size analysis, by the hydrometer method. *Soil Sci.*, 70:363-74, 1950.
- EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos, Rio de Janeiro, RJ. Manual de métodos de análise. Rio de Janeiro, 1979.
- FREIRE, O.; RANZANI, G.; MARCOS, Z.Z. & ISUSUKI, M. Comparação da eficiência de alguns métodos químicos de dispersão de amostra de solo para análise mecânica. *R. Agric.*, Piracicaba, 41:23-8, 1966a.
- FREIRE, O.; RANZANI, G.; TOLEDO, F.F. & CAMARGO, O.A. Comparação da eficiência de alguns métodos químicos de dispersão de amostras de solos para análise mecânica. II. Podzólico Vermelho-Amarelo. *Rev. Agric.*, Piracicaba, 41:59-65, 1966b.
- FREIRE, O.; RANZANI, G.; TOLEDO, F.F. & CAMARGO, O.A. Comparação da eficiência de alguns métodos químicos de dispersão de amostras de solo para análise mecânica. III. Solos Hidromórficos. *Rev. Agric.*, Piracicaba, 41:101-7, 1966c.
- GROHMANN, F. A vibração ultrassônica na dispersão de latossolos argilosos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 15., Campinas, SP, 1975. *Anais...* Campinas, Soc. Bras. Ci. Solo, 1976. p.27-9.
- GROHMANN, F. & RAIJ, B. van. Influência dos métodos de agitação na dispersão da argila do solo. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 14., Santa Maria, RS, 1973. *Anais...* Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ci. Solo, 1974. p.123-32.
- JENNINGS, D.S.; THOMAS, M.D. & GARDNER, M. A new method of mechanical analysis of soil. *Soil Sci.*, 14:485-99, 1922.
- JORGE, J.A. Solo, manejo e adubação. 2. ed. São Paulo, Nobel, 1983. 315p.

- 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. *Pesq. agropec. bras.*, Brasília, 17(12):1777-81, dez. 1982.
- KADDAH, M.T. The hydrometer method for detailed particle size. 1. Graphical interpretation of hydrometer readings and test of method. *Soil Sci.*, 118(2): 102-8, 1974.
- KRAUSS, G. Über eine neue Methode der mechanischen Bodenanalyse, usw. *Int. Mitt. Bodenkd.*, 13:147-60, 1923.
- MENK, J.R. & OLIVEIRA, J.B. Estudo comparativo da influência de agentes dispersantes e de pré-tratamento na análise granulométrica de solos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 14., Santa Maria, RS, 1973. *Anais...* Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ci. Solo, 1974. p.104-22.
- OLIVEIRA, L.B. Análise mecânica em solos da zona semi-árida do Nordeste; solos normais, calcários, calcários com sais solúveis e salinos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO 10., Piracicaba, SP, 1965. *Anais...* Rio de Janeiro, Soc. Bras. Ci. Solo, 1971. p.25-6.
- ROBINSON, G.W. A new method for the mechanical analysis of soils and other dispersions. *J. Agric. Sci.*, 12:306-21, 1922.
- SNEDECOR, Q.W. & COCHRAN, W.Q. *Statistical methods*. Ames, Iowa State Univ. Press, 1976. p.593.