

ESTUDO SOBRE DISPERSÃO DE AMOSTRA DE TERRA

ELOY ANTONIO PAULETTO

Orientador: Prof. Dr. Zilmar Ziller Marcos

Dissertação apresentada à Escola Superior de
Agricultura "Luiz de Queiroz", da Universidade
de São Paulo, para obtenção do título de
Mestre em Solos e Nutrição de Plantas.

PIRACICABA
Estado de São Paulo - Brasil
Agosto, 1978

A

memória de meu pai.

A minha mãe e irmãos,

DEDICO.

A G R A D E C I M E N T O S

O autor expressa os mais sinceros agradecimentos:

Ao Professor Dr. Zilmar Ziller Marcos, pela firme e atenciosa orientação e também pela amizade e estímulo colaborando de forma decisiva na realização do presente trabalho.

Ao colega Joelito de Oliveira Rezende, pela amizade e imprescindível participação na realização do presente trabalho.

Ao Professor Dr. Cássio Roberto de Melo Godoi, pela orientação nas análises estatísticas.

À Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"-USP, especificamente ao Departamento de Solos, Geologia e Fertilizantes, pela acolhida.

À Faculdade de Agronomia "Eliseu Maciel", da Universidade Federal de Pelotas, pela oportunidade e auxílio oferecidos.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pela bolsa de estudo concedida.

À Sr.^a Tekla Eunice Klar, à Srt.^a Regina Amélia Leite Calzolari, ao Sr. Miguel Célio Hypolito e ao colega e amigo Luiz Carlos Ferreira da Silva, pela datilografia, impressão e revisão do presente trabalho.

Aos colegas e professores do Curso de Pós-Graduação de Solos e Nutrição de Plantas e a todos aqueles que, de uma ou de outra forma, colaboraram na realização deste trabalho.

Í N D I C E

	Página
1. RESUMO	1
2. INTRODUÇÃO	3
3. REVISÃO DE LITERATURA	5
3.1. Métodos de dispersão	5
3.2. Fatores que afetam a dispersão	8
3.2.1. Matéria orgânica	8
3.2.2. Óxidos de ferro e alumínio	11
3.2.3. Íons flocculantes	12
3.3. Dispersão de solos da região tropical.....	13
4. MATERIAL E MÉTODO	18
4.1. Material	18
4.1.1. Solos	18
4.1.2. Quartzo	20
4.1.3. Aparelhos utilizados	20
4.2. Método	24
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	28
5.1. Experimento 1. Estudo da influência da granulo- metria do quartzo moído na desagregação da amostra	28
5.1.1. Conclusão do experimento 1.....	33

5.2.	Experimento 2. Estudo da combinação de quantidades de terra, quantidades de quartzo e volumes de água destilada na dispersão da amostra.	34
5.2.1.	Conclusão do experimento 2.....	40
5.3.	Experimento 3. Estudo da combinação de quantidades de dispersante, velocidades e tempos de agitação na dispersão da amostra.....	40
5.3.1.	Conclusão do experimento 3	48
5.4.	Método proposto (Pipeta com quartzo).....	49
5.5.	Experimento 4. Comparação do método proposto "Pipeta com quartzo" com outros métodos.....	50
5.5.1.	Conclusão do experimento 4.....	57
6.	CONCLUSÕES	58
7.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	59
8.	SUMMARY	61
9.	LITERATURA CITADA	63

LISTA DE TABELAS

Tabela		Página
1	Análise química e mineralógica das amostras utilizadas	21
2	Influência da granulometria do quartzo moído nos resultados da análise granulométrica (%TFSE) de amostras dos horizontes Ap e B ₂₂ de um Latossolo Roxo série Iracema	29
3	Análise da variâncias do experimento 1.....	31
4	Teste de Tukey (1%) do experimento 1.....	31
5	Porcentagem de partículas do tamanho argila (A) e limo mais argila (L+A) nas diversas frações de quartzo após 16 horas de agitação	33
6	Teor de argila recuperada obtido pela influência do volume de suspensão, quantidade de terra e quantidade de quartzo na dispersão de amostras dos horizontes Ap e B ₂₂ de um Latossolo Roxo série Iracema	35
7	Análise da variância do experimento 2	37
8	Tratamentos que não diferiram estatisticamente entre si pelo teste de Tukey (1%) e que apresentaram os maiores teores de argila recuperada....	39

Tabela	Página
9	Teor de argila recuperada obtido pela influência da quantidade de dispersante, velocidade e tempo de agitação na dispersão de amostras dos horizontes Ap e B ₂₂ de um Latossolo Roxo série Iracema.. 41
10	Análise da variância do experimento 3 45
11	Teste de Tukey (1%) do experimento 3 46
12	Teor de argila obtido por diferentes métodos de dispersão em diferentes solos..... 51
13	Análise da variância do experimento 4 51
14	Teste de Tukey (1%) do experimento 4 para cada solo independentemente 52

LISTA DE FIGURAS

Figura		Página
1	Agitador recíproco horizontal Eberbach, modelo 8287-E15	22
2	Agitador de haste vertical e garrafa do tipo francês	22
3	Sistema utilizado para tomada de alíquotas da suspensão de argila	23
4	Teor de argila recuperada obtido pela influência do volume da suspensão, quantidade de terra e quantidade de quartzo na dispersão de amostras dos horizontes Ap e B ₂₂ de um Latossolo Roxo série Iracema	36
5	Teor de argila recuperada obtido pela influência da quantidade de dispersante, velocidade e tempo de agitação na dispersão de amostras do horizonte Ap de um Latossolo Roxo série Iracema	42
6	Teor de argila recuperada obtido pela influência da quantidade de dispersante, velocidade e tempo de agitação na dispersão de amostras do horizonte B ₂₂ de um Latossolo Roxo série Iracema	43

1. RESUMO

Este trabalho,relata um estudo sobre as principais variáveis envolvidas no processo de dispersão de amostras de solos que apresentam partículas agregadas. Para tanto, utilizou-se amostras tomadas dos horizontes Ap e B22 de um Latossolo Roxo série Iracema, como amostras-problema.

Foram realizados quatro experimentos conforme segue:

1. Estudo da influência da granulometria do quartzo moído, como artifício de desagregação, num esquema fatorial 5×2 com três repetições.
2. Estudo da combinação de quantidades de terra, quantidades de quartzo moído e volumes de água destilada, num esquema fatorial $2^2 \times 3 \times 7$ com três repetições.

2.

3. Estudo da combinação de quantidades de dispersante, velocidades do agitador e tempos de agitação, num esquema fatorial $2 \times 3^2 \times 7$ com três repetições.
4. Comparação do método proposto com outros métodos já existentes utilizando as amostras-problema e outras amostras de granulometria diferente, num esquema fatorial 6×6 com três repetições.

Os resultados obtidos nestes experimentos permitem a definição de um método completo para dispersão de amostras de terra, adequado e com aspectos práticos que indicam a sua utilização para análise granulométrica de grande número de amostras simultaneamente.

2. INTRODUÇÃO

A composição granulométrica do solo é uma de suas características mais estáveis, sendo de fundamental importância na descrição, identificação e classificação de solos. Este parâmetro é de grande utilidade nos campos da Engenharia, Agronomia e Pedologia.

As partículas primárias do solo encontram-se, normalmente, agregadas devido à ação cimentante de substâncias tais como: matéria orgânica, óxidos de ferro e alumínio e íons flocculantes como o cálcio e o magnésio.

Um dos principais agentes cimentantes das partículas do solo das regiões tropicais úmidas são os óxidos de ferro. Estes geralmente ocorrem tanto como partículas discretas como uma camada envolvendo outras partículas.

Os métodos de determinação da composição granulométrica do solo resultam da combinação da desagregação mecânica com processos físico-químicos. Acredita-se que

nenhum método possa ter aplicação generalizada; para cada solo deverá ser escolhido o método que proporcione a melhor dispersão com um mínimo de operações.

A dispersão é um processo complexo que envolve variáveis como tipo de agitação, tempo de agitação, proporção de solo: meio dispersante: agente dispersante e volume da suspensão.

Algumas pesquisas têm sido desenvolvidas com solos de regiões tropicais, com o objetivo de estabelecer um método de dispersão que permita uma avaliação mais realista de sua granulometria. Há, entretanto, necessidade de mais estudos.

O presente trabalho foi conduzido com o objetivo específico de estudar as variáveis envolvidas no processo de dispersão, visando a definição de um método prático e eficiente, aplicável principalmente a solos que apresentem dificuldades de dispersão. Procurou-se examinar, também, a proposição mencionada acima, isto é, de que não há um método igualmente eficiente para todos os solos.

3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1. Métodos de dispersão

Os estudos sobre a determinação da granulometria dos solos se intensificaram com o advento do método da pipeta. Este método, segundo WINTERS e HARLAND (1930), foi desenvolvido, independentemente, por Robinson na Inglaterra (1922), Jennings *et alii* nos Estados Unidos (1922) e Krauss na Alemanha (1923).

O método desenvolvido por JENNINGS *et alii* (1922) consiste em agitar, num cilindro em posição vertical, uma suspensão de terra completamente desfloculada e determinar a concentração da suspensão, a profundidades pré-estabelecidas, em função do tempo. Esta determinação é feita extraíndo da suspensão, uma alíquota de 15 ml, com o auxílio de uma pipeta, tendo o cuidado de não alterar a livre sedimentação das partículas.

Vários autores se preocuparam em determinar o melhor procedimento para preparar as suspensões de amostras de terra para análise granulométrica pelo método da pipeta. WIEGNER (1927) introduziu um agitador rotativo vertical de baixa rotação que era mais eficiente do que outros meios em uso como, por exemplo, a fervedura.

WINTERS e HARLAND (1930) concluíram de seus estudos que, agitando uma amostra de 10 g de terra no agitador preconizado por Wiegner ou num agitador recíproco horizontal, por 48 horas, com 20 cc de carbonato de sódio a 4% e 750 cc de água, sendo a amostra pré-tratada com 200 cc de ácido clorídrico 0,1N, era suficiente para preparar uma suspensão estável para análise granulométrica pelo método da pipeta.

O método que passou a ser conhecido como "da pipeta", foi apresentado por KILMER e ALEXANDER (1949) mostrando uma sequência de etapas para o preparo das suspensões que incluía o pré-tratamento da amostra, para a eliminação da matéria orgânica, e dispersão em agitador recíproco horizontal, durante uma noite, usando hexametáfosfato de sódio como agente estabilizante da suspensão.

Entretanto, antes que o método da pipeta tivesse ganho aceitação universal, BOUYOUCOS, em 1927, apresentou um método baseado no princípio de Odén e utilizando um densímetro especialmente calibrado para determinar a densidade

da suspensão. Segundo o princípio de Odén, há uma variação da densidade da suspensão com o tempo para uma dada profundidade. O hidrômetro foi calibrado em função de resultados obtidos de análises granulométricas obtidas pelo método da pipeta e dá diretamente gramas de sólidos por litro de suspensão. Segundo este método, as frações do solo, areia e argila, são determinadas com apenas duas leituras do hidrômetro executadas em apenas 9 minutos. O autor pesquisou ainda a quantidade de terra a ser usada e verificou que, para solos arenosos, a quantidade indicada era 100 gramas e para os demais solos 50 gramas.

Posteriormente, BOUYOUCOS (1928, 1930, 1934) desenvolveu pesquisas com o objetivo de verificar a eficiência do método do hidrômetro em relação ao método da pipeta. O autor analisou 30 solos e verificou que, para as frações do solo, areia, argila e silte grosso, os dois métodos concordam plenamente. Com relação ao silte fino, porém, houve discordância nos resultados devido à sensibilidade do hidrômetro não permitir distinguir silte fino da fração argila. O autor verificou também que, para solos de texturas extremas, ou seja, muito arenosos ou muito argilosos, os dois métodos podem apresentar diferenças de até 10%. Outras possíveis diferenças poderiam ser atribuídas ao desgaste da hélice do agitador utilizado no método do hidrômetro e à perda do efeito estabilizante do dispersante durante os longos períodos de repouso requeridos pelo método da pipeta.

Mais recentemente, BOUYOUKOS (1951) confeccionou um novo hidrômetro, em função das novas classificações dos separados do solo, adotadas pelo Departamento de Agricultura dos Estados Unidos (USDA) e pela Sociedade Internacional de Ciência do Solo. Este hidrômetro está em uso atualmente. A modificação mais recente, apresentada por BOUYOUKOS (1962), refere-se ao tempo de agitação que foi reduzido de 15 para 2 minutos para todos os solos, indiferentemente, desde que as amostras permaneçam em digestão, em uma solução de Calgon a 5%, de 15 a 20 horas. Segundo o autor, esta nova técnica possibilita a obtenção de dispersões mais completas e estáveis do que a obtida com o método da pipeta, exceto para solos ricos em matéria orgânica.

3.2. Fatores que afetam a dispersão

Diversos são os fatores que promovem ou contrariam a dispersão das partículas sólidas do solo. Do ponto de vista da análise granulométrica, é usual considerar, sob este item, os principais agentes cimentantes e flocculantes que atuam, isolada ou conjuntamente, sobre as partículas do solo.

3.2.1. Matéria orgânica

ROBINSON (1922) foi um dos primeiros pesquisadores a reconhecer a influência da matéria orgânica. Verificou que, tratando a amostra de terra com água oxigenada, os

teores de argila obtidos na análise granulométrica eram mais elevados.

Outros pesquisadores usaram a água oxigenada como um pré-tratamento da amostra. BODMAN (1928) verificou que, em solos ricos de matéria orgânica e em substratos calcáreos, o maior grau de dispersão foi obtido quando se usou água oxigenada e ácido clorídrico como pré-tratamento da amostra. WINTERS e HARLAND (1930), chegaram às mesmas conclusões usando solos representativos do Estado de Illinois (USA).

BOUYOUCOS (1932), entretanto, verificou que a eliminação da matéria orgânica com água oxigenada não alterou o teor de argila avaliado pelo método do hidrômetro, exceto para solos que continham grande quantidade de matéria orgânica não decomposta.

A utilização da água oxigenada para oxidação da matéria orgânica pode afetar negativamente os resultados da análise granulométrica. Este fato foi constatado por DROSDOFF e MILES (1938) ao observarem que as frações mais grossas de mica intemperizada, eram diminuídas em favor das mais finas quando a amostra de terra era tratada com água oxigenada.

Há, porém, solos e situações específicas de análise em que a destruição da matéria orgânica é dispensável. BEALE (1939) verificou que, para solos lateríticos, não havia diferenças significativas entre os teores de argila obtidos

com e sem a eliminação da matéria orgânica. O autor recomendou que, para análises granulométricas de rotina, onde o fator tempo é de muita importância, o pré-tratamento com água oxigenada pode ser omitido.

O efeito cimentante da matéria orgânica não deve ser considerado isoladamente. Segundo KIEMER e ALEXANDER (1949), este efeito pode variar amplamente com os diferentes solos, dependendo da quantidade e ^{de} natureza da argila e da matéria orgânica, e do subsequente tratamento empregado. Estes autores afirmaram que, embora existam solos que dispensem a eliminação da matéria orgânica, é recomendável o uso do pré-tratamento, para todos os solos, com a finalidade de garantir uma dispersão completa e obter resultados mais homogêneos.

A utilização de pré-tratamento não se restringe apenas à eliminação da matéria orgânica. PROTZ e ARNAUD (1964) realizaram um estudo analisando a eficiência de 4 pré-tratamentos de amostras de terra para análise granulométrica. O dispersante usado foi o metafosfato de sódio ajustado a pH 9,5. Observaram que, para obter uma completa dispersão da amostra, é importante manter elevado o pH da suspensão. Verificaram ainda que não ocorreu dispersão nas amostras de terra de textura argilosa, tratadas com ácido clorídrico e água oxigenada. Isto deve ter ocorrido devido à predominância do íon hidrogênio no complexo de troca. Os resultados desse trabalho mostram que, quando o pH destes solos foi reduzido de 7,0 para 5,5, ocorreu

a dispersão da argila. Para estes solos o tratamento com hipobromito de sódio foi o mais eficiente, apresentando, também, a vantagem de destruir a matéria orgânica sem a remoção do cimento calcáreo.

3.2.2. *Óxidos de ferro e alumínio*

A eliminação dos óxidos de ferro para a análise granulométrica tem sido causa de alguma controvérsia entre os pesquisadores. Embora o assunto seja abordado, especificamente, em poucos trabalhos, há indicação de que os pesquisadores se dividem entre os que consideram fundamental a remoção destes agentes cimentantes e os que consideram que os óxidos de ferro e alumínio são importantes componentes da fração coloidal dos solos e, por isso, devem permanecer na amostra.

BAVER (1956) é um dos pesquisadores que adverte que a validade dos resultados, quando se faz a eliminação dos óxidos de ferro, é discutível, pois estes fazem parte da fração coloidal do solo. Sua participação nos fenômenos físico-químicos do solo é especialmente significativa em Latossolos ricos nesses componentes.

Um exemplo do efeito da eliminação dos óxidos de ferro, no teor de argila em suspensão, foi citado por FREIRE (1963). A citação diz respeito a um trabalho de TAVARES (1961), no qual amostras de terra ricas em óxidos de ferro e alumínio, das regiões de Piracicaba e Ribeirão Preto, foram

submetidas a pré-tratamentos com ácido oxálico, em substituição ao ácido clorídrico normalmente usado. O autor obteve um aumento, na porcentagem de argila, de 40% para os solos de Piracicaba e ^{de} 36% para os solos de Ribeirão Preto.

3.2.3. Íons flocculantes

A eliminação dos íons flocculantes, que são responsáveis pela queda do potencial eletrocinético das partículas coloidais do solo, é a etapa final na obtenção de uma suspensão estável. Esta eliminação se dá pela substituição do íon flocculante (cálcio, hidrogênio, alumínio, etc.) por um íon dispersante conveniente (geralmente sódio) no complexo de troca.

Diversos compostos contendo sódio têm sido pesquisados. Olmsted *et alii*, segundo BAVER (1956), verificaram que o oxalato de sódio é mais eficiente que o carbonato de sódio e este mais do que o hidróxido de sódio.

Alexander, entretanto, segundo BAVER (1956), observou que o oxalato de sódio não é mais eficiente que o hidróxido de sódio na dispersão de solos que contenham grandes quantidades de óxidos de ferro e alumínio e baixos teores de bases trocáveis. Isto ficou confirmado através do trabalho de BEALE (1939), que verificou que, ao tratar solos lateríticos com oxalato de sódio, ocorria flocculação. Baseado nas sugestões de Alexander, este autor empregou uma mistura de 5 cc

de oxalato de sódio 0,5 N e 3 cc de hidróxido de sódio 1 N, obtendo ótimos resultados de dispersão.

TYNER (1939), entretanto, introduziu o hexa-fosfato de sódio como agente dispersante e verificou que era tão eficiente quanto o oxalato de sódio e a mistura de Beale. Sua eficiência, segundo o autor, prende-se ao fato de que reage com o íon flocculante cálcio, formando um complexo solúvel e indissociável.

Segundo BAYER (1956), o dispersante hidróxido de sódio é mais indicado para solos em que o hidrogênio seja o cátion dominante no complexo de troca. Para solos contendo cálcio trocável ou carbonato de cálcio, recomenda usar carbonato de sódio, hexametáfosfato de sódio, oxalato de sódio ou silicato de sódio.

3.3. Dispersão de solos da Região Tropical

Vários pesquisadores têm se preocupado com o problema de dispersão de solos representativos da região tropical. MEDINA e GROHMANN (1957) foram os primeiros pesquisadores a definir um método de dispersão para estes solos. Embora tenham verificado que nenhum método possa ser utilizado com a mesma eficiência para todos os solos, os autores julgaram desnecessária a fase do pré-tratamento das amostras com água oxigenada. Isto deve-se ao fato de que os solos dos trópicos, com

exceção dos hidromórficos, são geralmente pobres em matéria orgânica. Estes autores verificaram que a melhor dispersão era obtida quando se usava hidróxido de sódio, como agente dispersante e agitação rápida (12.000 rpm). O método preconizado por estes autores consiste na utilização de 10 g de terra, 50 ml de hidróxido de sódio 0,1 N em 250 ml de suspensão, agitação rápida por 10 a 25 minutos e pipetagem de 10 ml da suspensão.

GROHMANN e Van RAIJ (1974) introduziram no método de Medina e Grohmann, anteriormente citado, areia grossa como artifício para desagregação das amostras de terra. Este artifício foi introduzido com base no trabalho de ASHFORD *et alii* (1972), que verificaram que as quantidades de argila dispersa em água aumentavam com a proporção de areia contida na amostra. Este fato foi atribuído à ação abrasiva da areia durante a agitação, provocando a quebra dos agregados contendo argila. O trabalho de GROHMANN e Van RAIJ (1974), realizado com o objetivo de comprovar a eficiência relativa de métodos de dispersão, apresenta, como conclusão, que o método que utiliza agitação lenta de 50 ml de suspensão contendo 20 gramas adicionais de areia grossa foi o mais eficiente.

Posteriormente, GROHMANN (1976), comparou a eficiência do método "agitação lenta com areia" com a do método "vibração ultrassônica" descrito por GENRICH e BREMNER (1972). Os teores médios da fração argila, obtidos dos horizontes Ap e B₂₂, dos Latossolos analisados pela agitação lenta com areia

e pela vibração ultrassônica, na presença de hidróxido de sódio, mostraram que ambos os métodos diferem pouco (3% para o Ap e 1% para o B₂₂) quanto à capacidade de dispersão. Através deste trabalho pode-se dizer que o método denominado "agitação lenta com areia", embora mais demorado, deve ser preferido, se o custo da operação for limitante.

VETTORI (1976) comparou o método de GROHMANN e Van RAIJ (1974) com o método de VETTORI e PIERANTONI (1968), adotado pelo Centro de Pesquisas Pedológicas (CPP) do Rio de Janeiro, num estudo com 20 amostras de solos de diferentes texturas. Verificou que o valor médio de argila, obtido pelo método adotado pelo CPP, correspondia a 93,4% do valor médio de argila obtido pelo método de GROHMANN e Van RAIJ (1974). Essa diferença de 6,6%, segundo o autor, pode ser perfeitamente aceitável.

A influência de pré-tratamento e agentes dispersantes, na análise granulométrica de solos da região tropical, também foi estudada por vários pesquisadores. FREIRE (1963) estudou a influência de tratamentos químicos de dispersão em três séries de solos do Município de Piracicaba. Verificou que, para a Série Monte Alegre (Terra Roxa Estruturada), a melhor dispersão foi obtida tratando a amostra com água oxigenada e peptizando a argila com hexametáfosfato de sódio. Para a Série Ibitiruna (Podzólico Vermelho Amarelo), entretanto, a oxidação da matéria orgânica diminuiu os teores de argila; a melhor dis-

persão foi obtida usando a mistura de Beale como dispersante. Finalmente, para a série Monte Olimpo (Hidromórfico Húmico Gleizado), os melhores resultados foram obtidos com a oxidação da matéria orgânica pela água oxigenada e dispersão com hidróxido de sódio. Estes resultados representam uma das primeiras demonstrações para solos dos trópicos, de que solos diferentes requerem métodos diferentes para a sua dispersão.

Outros estudos sobre a eficiência de pré-tratamentos e agentes dispersantes, na análise granulométrica em solos do Estado de São Paulo, realizados por MENK e OLIVEIRA (1974), mostraram haver floculação em alguns solos quando a matéria orgânica era oxidada pela água oxigenada e o solo disperso com hidróxido de sódio. Verificaram, ainda, que o pré-tratamento com ácido clorídrico mais água oxigenada não se mostrou adequado, principalmente quando foi usado hidróxido de sódio como agente dispersante. Isto, porém, não foi verificado quando se usou Calgon a 5%. O tratamento ácido clorídrico mais hidróxido de sódio foi o mais eficiente, segundo os autores, para os solos com altos teores de cátions bivalentes e principalmente para os solos com elevados teores de óxidos de ferro.

PIERANTONI e VETTORI (1974), entretanto, analisando seis Latossolos ricos em ferro, consideraram ser dispensável o pré-tratamento das amostras com ácido clorídrico, desde que o método do hidrômetro preconizado por VETTORI e PIERANTONI (1968) seja utilizado na dispersão da amostra. Os mesmos autores verificaram que este pré-tratamento pode ser dispen-

sado, também, para solos com altos teores de cálcio e magnésio trocáveis.

Em trabalho posterior, GROHMANN e Van RAIJ (1977), confirmaram os estudos realizados por Pierantoni e Vettori no que diz respeito à necessidade de pré-tratamento da amostra. Estes autores concluíram que, para Latossolos argilosos, a desagregação mecânica é a etapa mais importante na análise granulométrica; quando ela for adequada, os pré-tratamentos com ácido clorídrico ou com água oxigenada podem ser omitidos. Consideraram ser, também, indiferente usar hexametáfosfato de sódio ou hidróxido de sódio como dispersantes químicos. A desagregação mecânica, através de agitação lenta por 18 horas, de uma suspensão contendo 20 g adicionais de areia, foi mais eficiente do que a desagregação mecânica utilizando agitação rápida por 15 minutos.

Pela literatura consultada, pode-se concluir que existem vários métodos físico-químicos de desagregação e dispersão de amostras de terra, utilizados na análise granulométrica dos solos. A eficácia destes métodos é variável para os diferentes solos, podendo existir, para cada solo, um método específico mais adequado e eficiente.

4. MATERIAL E MÉTODO

4.1. Material

Devido a ser este, um estudo sobre métodos de dispersão de amostras de terra e, especificamente, representar uma tentativa para definir um método completo, usou-se como critério para escolha do solo, o fato de, segundo a literatura, apresentar problemas de dispersão. Outros solos foram usados posteriormente para verificar as possibilidades de aplicação do método. Procurou-se, também, utilizar material de fácil obtenção,

4.1.1. Solos

Foram utilizadas, para a realização do presente trabalho, amostras dos horizontes Ap e B₂₂ de um Latossolo Roxo, de ocorrência no Município de Piracicaba, classificado por RANZANI *et alii* (1966) como série Iracema. A escolha deste solo se deve ao fato de apresentar problemas na dispersão devido,

principalmente, à presença de agregados altamente estáveis. Este solo ocupa uma área de 2,2% do Município de Piracicaba.

As amostras desses horizontes foram coletadas a 90 metros da margem esquerda da estrada que une Água Santa à Usina Santo Antônio. Suas características morfológicas são as seguintes:

Ap 0-20 cm, bruno avermelhado escuro (2,5 YR 3/4), vermelho escuro (10 R 3/4, úmido); argila; blocos subangulares, média, fraca; ligeiramente duro, friável, plástico, pegajoso; presença de carvão e de restos de cultura de cana-de-açúcar; galerias biológicas esparsas.

B22 110-150 cm, vermelho escuro (10 R 3/4; 3/4 úmido); argila; granular, pequena, fraca; friável, muito plástico, muito pegajoso; macroporos comum; raízes finas poucas; presença de carvão.

As características químicas das amostras foram determinadas segundo CATANI e JACINTHO (1974) e os óxidos de ferro segundo JAKSON (1956).

Para fins de comparação de métodos de dispersão, foram usadas também amostras dos seguintes solos descritos por RANZANI *et alii* (1966): Podzólico Vermelho Amarelo-variado Laras série Quebra Dente (horizonte B₂₁); Gley Pouco Úmico série Monte Olimpo (horizonte A/B); Litossolo série Lageadinho (horizonte A₁); e Areia Quartzosa série Paredão Vermelho

(horizonte A_p). A seleção dos horizontes amostrados foi feita de modo a se obter amostras de diferente granulometria.

Os resultados da caracterização química e mineralógica das amostras utilizadas são apresentados na Tabela 1.

4.1.2. *Quartzo*

Foi utilizado quartzo moído (menor que 4 mm), proveniente de Poços de Caldas, MG, como artifício para desagregação das partículas do solo.

4.1.3. *Aparelhos utilizados*

a. Agitador recíproco horizontal Eberbach, modelo 8287-E15 (Arthur THOMAS, Catalogo 1976), com regulador para oscilações por minuto (opm) (Figura 1).

b. Garrafa, tipo francês, de secção quadrada com capacidade de 500 ml (Figura 2).

c. Agitador de haste vertical de baixa rotação (Figura 2).

d. Tanque de água para manter a temperatura constante da suspensão durante a realização de análise (Figura 3).

f. Boêmia de 50 ml para coleta de alíquota (Figura 3).

Tabela 1 - Análise química e mineralógica das amostras utilizadas

Série de solos	Hori- zonte	Profundi- dade(cm)	pH	M.O.	Fe ₂ O ₃	Miliequivalentes/100 g de terra					
						1:2,5	%	%	PO ⁻³ ₄	K ⁺	Ca ⁺²
Iracema	Ap	0- 20	5,5	2,78	7,70	0,12	0,30	4,00	0,64	0,16	5,44
Iracema	B22	120-130	5,0	1,66	10,03	0,01	0,09	0,56	0,24	0,96	7,04
Paredão Vermelho	Ap	0- 20	5,5	0,31	0,14	0,03	0,08	0,30	0,24	0,32	5,60
Quebra Dente	B21	80-105	4,9	0,05	0,48	0,01	0,13	0,65	0,62	2,00	3,60
Monte Olimpo	A/B	25- 45	4,8	0,31	0,52	0,01	0,42	0,72	0,32	2,40	5,12
Lageadinho	A1	0- 25	5,8	0,81	1,66	0,06	0,22	0,08	1,28	0,20	6,64

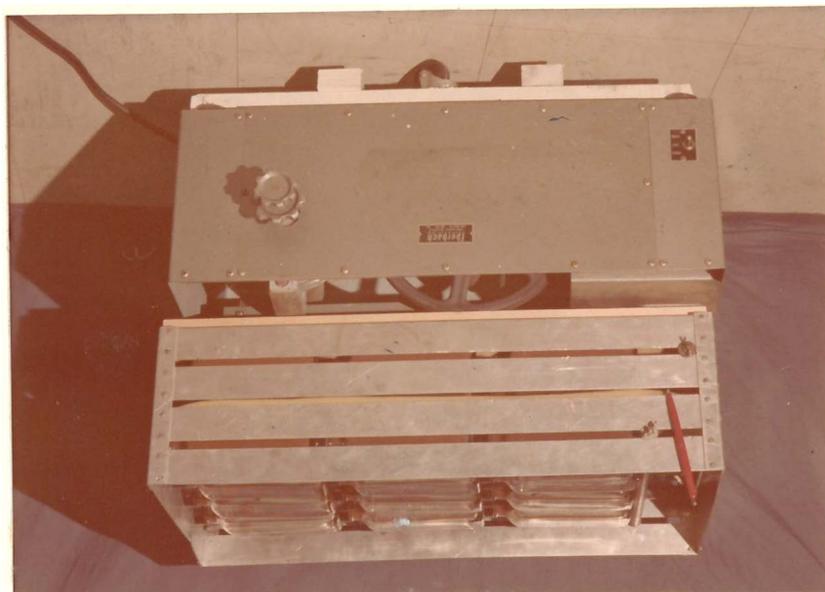


Figura 1 - Agitador recíproco horizontal Eberbach

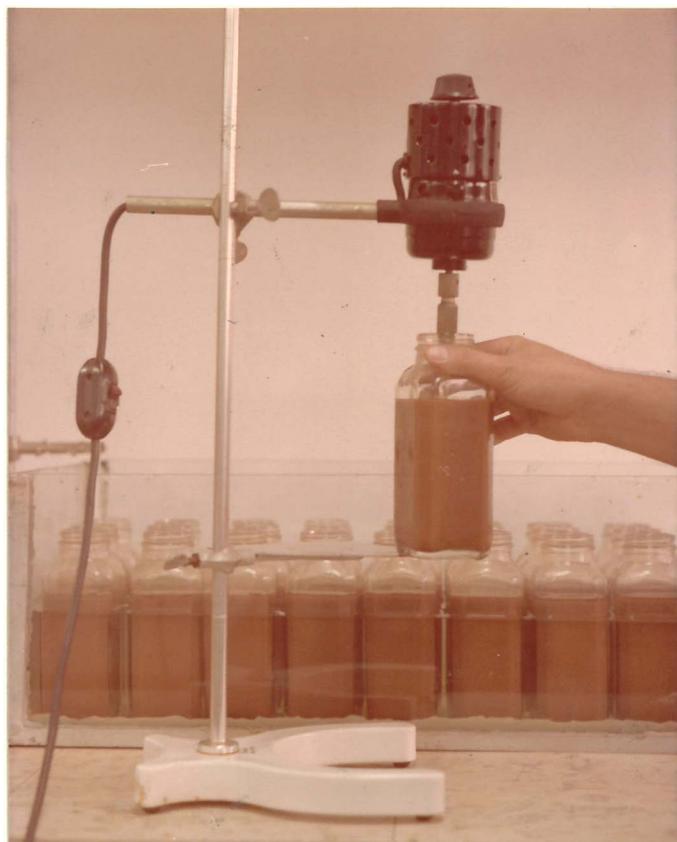


Figura 2 - Agitador de haste vertical e garrafa do tipo francês

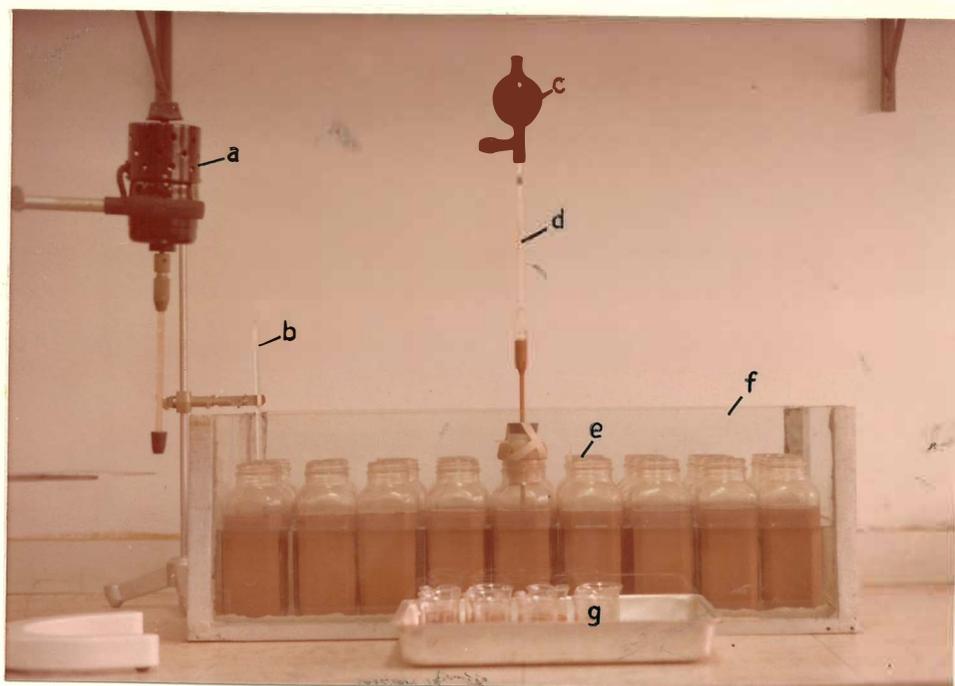


Figura 3 - Sistema utilizado para tomada de alíquotas da suspensão de argila

a - agitador

b - termômetro

c - bulbo

d - pipeta

e - garrafa tipo francês

f tanque de temperatura constante

g - boêmia de 50 ml para coleta de alíquotas

4.2. Método

Para a definição do método de dispersão seguiu-se, em todos os experimentos, a seguinte seqüência analítica utilizando amostras de terra seca ao ar passadas em peneira de 2 mm (TFSA): tomar uma porção de TFSA; colocar na garrafa de vidro do tipo francês; juntar quartzo moído, dispersante e água destilada, e agitar num agitador recíproco horizontal. Após decorrido o tempo de agitação, completar o volume da garrafa para 400 ml; deixar em repouso num tanque com água para homogeneização da temperatura. Em seguida agitar a suspensão com um agitador de haste vertical por um minuto e marcar o tempo inicial de sedimentação. O tempo é calculado segundo a lei de Stokes. Decorrido o tempo de sedimentação fazer as devidas pipetagens para limo mais argila (L + A) e argila (A). Levar a alíquota coletada à estufa a 105°C, pesar e fazer os respectivos cálculos.

Para a definição do método proposto foi usado hidróxido de sódio como agente dispersante.

O trabalho foi dividido em 4 experimentos, conduzidos, individualmente, segundo um delineamento inteiramente casualizado num esquema fatorial. Os experimentos foram os seguintes:

1. Estudo da influência da granulometria do quartzo moído na desagregação de amostras dos horizontes Ap e B₂₂ de um Latossolo Roxo série Iracema, num fatorial 5 x 2

com três repetições. O quartzo moído foi separado em 5 classes de tamanho (2,0 - 1,0 mm; 1,0 - 0,5 mm; 0,5 - 0,25 mm; 0,25 - 0,10 mm; 0,10 - 0,05 mm) utilizando-se a classificação da fração areia segundo o sistema da USDA. Para dispersão utilizou-se 10 g de Terra Fina Seca em Estufa (TFSE) de cada amostra de terra, 10 g de cada classe de tamanho de quartzo, 10 ml de NaOH 1 N e agitação de 16 horas a 150 opm.

Para verificar a possibilidade de quebra das partículas de quartzo, resultando num enriquecimento de partículas do tamanho limo e argila, foi acrescentado, ao experimento 1, uma prova em branco utilizando somente quartzo.

Conduziu-se também um experimento em que as frações de quartzo, descritas acima, foram submetidas à dispersão. Este experimento constou de 6 tratamentos (5 frações de quartzo e uma prova em branco) com três repetições.

2. Estudo da combinação de quantidades de terra (5 e 10 g), quantidades de quartzo moído (0, 5 e 10 g) e volumes de água destilada (50, 100, 150, 200, 250, 300 e 350 ml) na dispersão de amostras dos horizontes mencionados no experimento 1, num esquema fatorial $2^2 \times 3 \times 7$ com três repetições.

3. Estudo da combinação de quantidades de dispersante (5, 10 e 15 ml), velocidades do agitador (100, 150, 200 opm) e tempos de agitação (1, 4, 8, 12, 16, 20 e 24 h) na dispersão de amostras dos horizontes mencionados no experimento 1,

num esquema fatorial $2 \times 3^2 \times 7$ com três repetições.

4. Comprovação da eficiência do método proposto, comparando-o com outros já existentes, utilizando - se amostras dos horizontes Ap e B₂₂ do solo usado para a definição do método e outras amostras de granulometria diferente (ver 4.1.1). Os outros métodos utilizados na comparação foram os seguintes:

a. Método da pipeta utilizando areia como desagregante das partículas e hidróxido de sódio como dispersante (GROHMANN e Van RAIJ, 1974).

b. Método da pipeta utilizando hexametáfosfato de sódio como agente dispersante (DAY, 1965).

c. Método do hidrômetro utilizando hidróxido de sódio como dispersante (BOUYOUCOS, 1951).

d. Método do hidrômetro utilizando metafosfato de sódio como dispersante (BOUYOUCOS, 1962).

e. Método do hidrômetro utilizando hidróxido de sódio como dispersante (BOUYOUCOS, 1962).

Neste experimento utilizou-se um esquema fatorial 6×6 com três repetições.

Para todos os métodos foi dispensado o pré-tratamento das amostras de terra, seguindo as recomendações de

MEDINA e GROHAMNN (1957) e de VETTORI e PIERANTONI (1974).

O critério adotado para a avaliação da eficácia dos tratamentos em todos os experimentos realizados, foi a percentagem de argila obtida. Adotou-se, neste trabalho, o termo argila recuperada para significar o teor da argila obtido.

Os experimentos foram realizados na sequência indicada acima. Para a definição da melhor combinação do experimento 2, foi utilizado o melhor resultado obtido do experimento 1; as variáveis que seriam estudadas no experimento 3 foram arbitradas (10 ml de NaOH 1 N, 150 rpm, 16 horas de agitação) com base nos métodos rotineiros de análise granulométrica. Para a definição da melhor combinação entre as variáveis do experimento 3, foi utilizada a melhor combinação das variáveis estudadas no experimento 2.

O método proposto, utilizado no experimento 4 resultou da melhor combinação das variáveis estudadas nos experimentos 2 e 3.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados e discussão dos quatro experimentos são apresentados a seguir, de maneira independente, mas interligados pelas variáveis estudadas em cada um. A variável, definida em um experimento, passa para o seguinte como constante até que a grandeza de todas as variáveis esteja definida, compondo o método proposto.

5.1. Experimento 1. Estudo da influência da granulometria do quartzo moído na desagregação da amostra

Os resultados da influência da granulometria do quartzo moído, no teor de argila recuperada das amostras dos horizontes Ap e B₂₂ do Latossolo Roxo série Iracema, são apresentados na Tabela 2.

Observa-se que as frações mais grosseiras de quartzo moído foram as que proporcionaram a maior desagre-

gação das partículas do solo, conforme indicado pelo teor de argila recuperada.

Tabela 2 - Influência da granulometria do quartzo moído nos resultados da análise granulométrica (% TFSE) das amostras dos horizontes Ap e B₂₂ de um Latossolo Roxo série Iracema (média de três repetições)

Tratamento	Argila	Limo	Areia	Q.Recuperado (g)
HORIZONTE Ap				
Sem quartzo	71,32	13,20	14,40	-
Q.* muito grosso (2,0 - 1,0)**	76,01	11,51	11,84	9,90
Q. grosso (1,0 - 0,5)	77,64	9,41	11,94	9,93
Q. médio (0,5 - 0,25)	75,40	11,96	10,91	9,86
Q. fino (0,25 - 0,10)	73,87	13,24	11,08	9,78
Q. muito fino (0,10 - 0,05)	72,21	46,75	-14,70	7,37
HORIZONTE B ₂₂				
Sem quartzo	72,63	12,90	12,68	-
Q. muito grosso (2,0 - 1,0)	77,00	11,39	11,51	9,96
Q. grosso (1,0 - 0,5)	78,31	11,16	11,00	9,98
Q. médio (0,5 - 0,25)	77,31	10,80	10,69	9,91
Q. fino (0,25 - 0,10)	74,93	13,27	11,63	9,97
Q. muito fino (0,10 - 0,05)	72,35	38,52	-11,68	7,54

* Quartzo

** Diâmetro em mm

A análise da variância, apresentada na Tabela 3, mostra diferenças altamente significativas para horizontes e frações de quartzo.

A comparação entre as médias dos tratamentos através do teste de Tukey (Tabela 4) mostra que, das frações estudadas de quartzo moído, a fração quartzo grosso (1,0-0,5mm) foi a mais eficiente na desagregação da amostra, proporcionando valores mais elevados de argila recuperada. A mesma conclusão foi apresentada por GROHMANN e Van RAIJ (1974), usando areia como um artifício para a desagregação de amostras de Latossolos difíceis de dispersar.

A não significância da interação horizonte x fração de quartzo (H x F), Tabela 3, indica que se deve esperar efeito semelhante, do tratamento considerado melhor, para os dois horizontes. Isto justifica a adoção deste tratamento (fração de quartzo) para completar os tratamentos dos experimentos 2, 3 e 4.

Observa-se, pelos dados de quartzo recuperado, apresentados na Tabela 2, a ocorrência de demolição, durante o processo de agitação, notadamente para o tratamento com quartzo muito fino. Conseqüentemente, o teor de limo aparece superestimado, neste tratamento, em aproximadamente 294% e 224% em relação à média dos demais tratamentos, para os horizontes Ap e B₂₂, respectivamente. Isto se deve, provavelmente, a uma maior concentração de partículas mais duras e com arestas mais agudas

Tabela 3 - Análise de variância do experimento 1

Causas de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Horizontes (H)	1	9,24	9,24	28,88**
Frações de quartzo (F)	5	178,65	35,73	111,66**
H x F	5	2,67	0,53	1,67n.s.
Resíduo	24	7,73	0,32	
Total	35	198,28		

C.V. = 0,75%

Tabela 4 - Teste Tukey (1%) do experimento 1

Nº de ordem	Frações de quartzo	Médias(%)
1	Grosso (1,0-0,5 mm)	77,97 a*
2	Muito grosso (2,0-1,0 mm)	76,51 b
3	Médio (0,5-0,25 mm)	76,35 b
4	Fino (0,25-0,10 mm)	74,40 c
5	Muito fino (0,10-0,05 mm)	72,28 d
6	Sem quartzo	71,97 d

Delta de Tukey (1%) = 1,24

* As médias com a mesma letra não diferem estatisticamente entre si a nível de 1% de probabilidade.

na fração quartzo muito fino, contribuindo para a quebra das partículas como também dos grãos de areia existentes na amostra de terra.

O valor negativo para a fração areia, no tratamento quartzo muito fino, para os dois horizontes, é registrado para salientar o efeito da demolição das partículas da classe areia neste tratamento.

O experimento em que foram agitadas somente as frações de quartzo juntamente com dispersante (Tabela 5), confirmou o fato de que as frações mais finas de quartzo, principalmente a classe de tamanho quartzo muito fino, contribuem para um enriquecimento de partículas das dimensões da argila e do limo. O valor próximo a 20%, de partículas do tamanho limo, evidencia este fato. Com relação às classes mais grossas de quartzo, observa-se que a porcentagem de quartzo recuperado se aproxima de 100%. Os valores próximos a 2% para limo mais argila (L + A) e argila (A), das frações de quartzo, exceto para o quartzo muito fino, não devem ser atribuídas a uma única causa pois, se o tratamento sem quartzo apresentou algum valor para argila, é indicação de que este método detecta pequena quantidade de argila ainda quando não existe. Convém lembrar as limitações da lei de Stokes, que podem explicar este aparente paradoxo. Outra possível causa, é a rehidratação do sódio durante o processo de pesagem do resíduo sólido da alíquota, após secagem em estufa.

Tabela 5 - Porcentagem de partículas do tamanho argila (A) e limo mais argila (L + A) nas diversas frações de quartzo após 16 horas de agitação (média de três repetições).

Tratamento	(A)	(L + A)	Quartzo recuperado (g)	(%)
Sem quartzo	0,93	0,69	-	-
Q* muito grosso (2,0 - 1,0)**	1,12	1,18	9,973	99,73
Q. grosso (1,0 - 0,5)	2,07	1,26	9,978	99,78
Q. médio (0,5 - 0,25)	2,35	1,75	9,932	98,32
Q. fino (0,25 - 0,10)	2,37	2,16	9,918	99,18
Q. muito fino (0,10 - 0,05)	2,69	19,41	8,064	80,64

* Quartzo

** Diâmetro em mm

Dizer mais a respeito desses dados escapa das finalidades do experimento 1. Sugere-se, entretanto, que experimentos semelhantes a este podem fornecer dados para dimensionar as limitações da lei de Stokes em sua aplicação na análise granulométrica do solo.

5.1.1. Conclusão do experimento 1

Os resultados obtidos no experimento 1 permitem concluir que a fração quartzo grosso (1,0 - 0,5 mm) é a indicada para a dispersão de amostras de terra. A contribuição

desta classe para aumentar o teor de partículas do tamanho argila e limo é desprezível, podendo ser utilizada como artifício de desagregação de amostras de terra para a análise granulométrica.

5.2. Experimento 2. Estudo da combinação de quantidades de terra, quantidades de quartzo e volumes de água destilada na dispersão da amostra

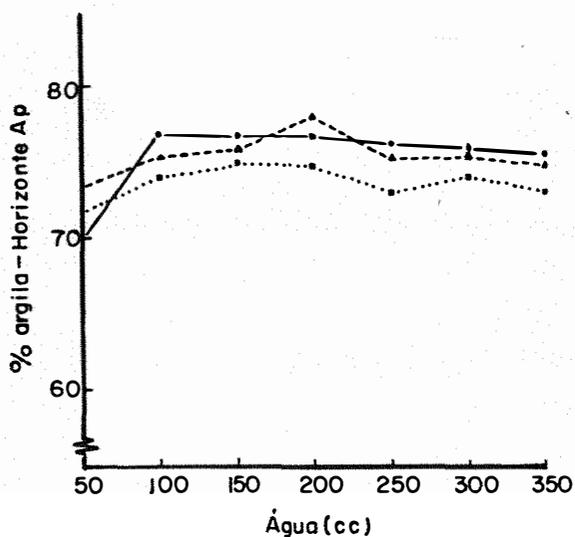
Os resultados médios da influência do volume de água, quantidade de terra e quantidade de quartzo na dispersão dos horizontes Ap e B₂₂ do Latossolo Roxo série Iracema, são apresentados na Tabela 6 e Figura 4.

A figura 4 mostra que a presença de quartzo na dispersão tende a ser relativamente mais eficiente para as amostras do horizonte B₂₂.

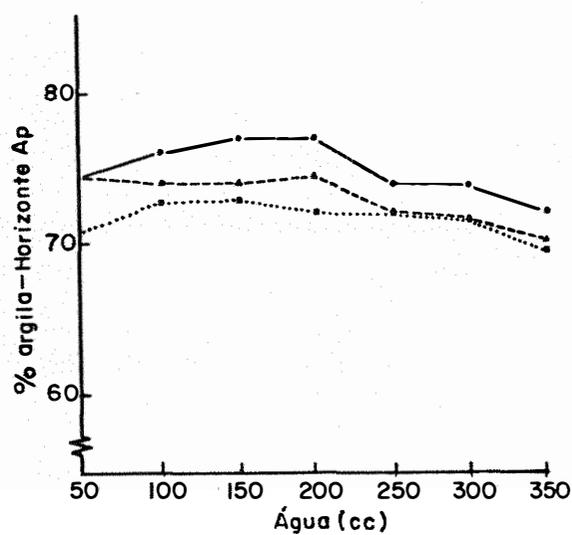
A análise da variância (Tabela 7), revela diferenças altamente significativas para os efeitos principais e todas as interações, com exceção da interação quartzo x terra (B x C), que é significativa a nível de 8% de probabilidade. Isto significa que qualquer variação num determinado fator afetará o efeito dos demais fatores. Em consequência desses resultados foi feito o teste de Tukey para comparação das médias dos tratamentos com o objetivo de determinar a combinação mais indicada.

Tabela 6 - Teor de argila recuperada obtido pela influência do volume da suspensão, quantidade de terra e quantidade de quartzo na dispersão de amostras dos horizontes Ap e B₂₂ de um Latossolo Roxo série Iracema (média de três repetições)

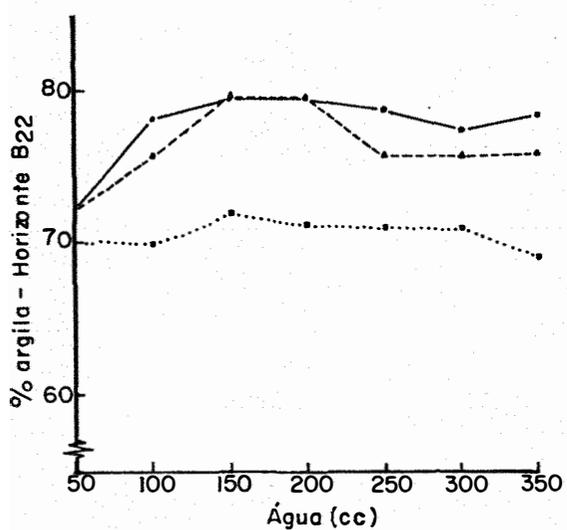
Quantidade de quartzo (g)	Volume de água (ml)	Quantidade de terra		Quantidade de terra	
		5 g	10 g	5 g	10 g
		HORIZONTE Ap		HORIZONTE B ₂₂	
0	50	72,83	71,07	70,28	70,48
	100	74,40	72,95	69,84	71,33
	150	75,17	73,05	72,01	71,60
	200	74,93	72,27	71,33	72,51
	250	73,47	71,97	71,27	70,08
	300	74,61	71,49	71,41	72,18
	350	73,15	69,56	69,04	71,23
	5	50	73,59	74,60	72,01
100		75,57	73,97	76,25	76,71
150		75,95	74,29	79,59	77,56
200		78,72	74,65	79,66	75,09
250		75,81	72,13	75,81	76,49
300		75,52	71,88	75,87	75,56
350		74,93	70,48	76,03	74,89
10		50	70,49	74,39	72,76
	100	77,37	76,44	78,54	76,71
	150	76,99	76,93	79,69	78,11
	200	76,97	77,00	79,66	77,92
	250	76,91	73,59	78,93	78,11
	300	76,37	73,40	77,17	76,00
	350	75,49	72,29	78,72	75,92



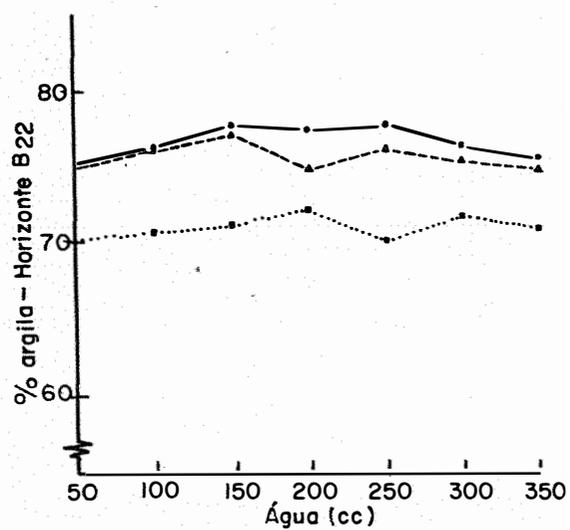
(a) 5g TFSE



(b) 10g TFSE



(c) 5g TFSE



(d) 10g TFSE

LEGENDA:

- 10g Quartzo
- ▲—▲ 5g Quartzo
-● 0g Quartzo

Figura 4 - Teor de argila recuperada obtido pela influência do volume da suspensão, quantidade de terra e quantidade de quartzo na dispersão da amostra dos horizontes Ap e B22 de um Latossolo Roxo série Iracema

Tabela 7 - Análise da variância do experimento 2 (fatorial
 $2^2 \times 3 \times 7$)

Causas de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F
Água (A)	6	287,87915	47,97985	61,04**
Quartzo (B)	2	877,27000	438,63500	557,99**
Terra (C)	1	76,78099	76,78099	97,67**
Horizontes (D)	1	29,11759	29,11759	37,04**
A X B	12	60,47739	5,11759	6,41**
A X C	6	89,54607	14,92434	18,99**
A X D	6	27,15497	4,52582	5,76**
B X C	2	4,46985	2,23492	2,84(8%)
B X D	2	207,01042	103,50521	131,67**
C X D	1	39,63493	39,63493	50,42**
A X B X C	12	62,73301	5,22775	6,65**
A X B X D	12	32,71149	2,72595	3,47**
A X C X D	6	23,71395	3,95232	5,03**
B X C X D	2	24,83994	12,41997	15,86**
A X B X C X D	12	23,62926	1,96910	2,50**
Resíduo	168	132,06551	0,78610	
Total	251	1.999,03466		

C.V. = 1,19%

A Tabela 8 mostra o grupo de combinações que não diferem estatisticamente entre si a nível de 1% de probabilidade e que proporcionaram os maiores teores de argila recuperada. Este grupo é composto de 24, dentre os 84 tratamentos estudados, ou seja, 28,5%.

Como já foi dito anteriormente, foi estabelecido como critério para a escolha da combinação a ser utilizada no experimento seguinte, aquela que proporcionasse maior teor de argila recuperada nos horizontes estudados. Com base neste critério, foi escolhida a combinação 5 gramas de terra, 5 gramas de quartzo e 200 ml de água, por ser a que dá o maior valor na soma da argila recuperada dos dois horizontes.

GROHMANN e Van RAIJ (1974) obtiveram os melhores resultados de dispersão diminuindo o volume da suspensão, contendo terra e areia adicional, de 250 ml para 50 ml, ou seja, utilizando 37,5% de material sólido.

Pelos resultados obtidos, observa-se que este fato não se repetiu usando os aparelhos citados no item 4.1.3. A melhor dispersão foi obtida quando havia na suspensão, no máximo, 18,18% e no mínimo 3,23% de material sólido.

Atribui-se ao tipo de agitação utilizado por GROHMANN e Van RAIJ (1974), a necessidade de utilizar concentrações mais elevadas de material sólido. A agitação usada por estes autores foi executada por um aparelho de Wiegner, de agita-

Tabela 8 - Tratamentos que não diferiram estatisticamente entre si pelo teste de Tukey (1%) e que apresentaram os maiores teores de argila recuperada (média de três repetições)

Horizontes	T R A T A M E N T O S			% de argila
	Terra(g)	Quartzoz(g)	Água(ml)	
B22	5	10	150	79,69
B22	5	5	200	79,66
B22	5	10	200	79,66
B22	5	5	150	79,59
B22	5	10	250	78,93
Ap	5	5	200	78,72
B22	5	10	350	78,72
B22	5	10	100	78,54
B22	10	10	150	78,11
B22	10	10	250	78,11
B22	10	10	200	77,92
B22	10	5	150	77,56
Ap	5	10	100	77,37
B22	5	10	300	77,17
Ap	10	10	200	77,00
Ap	5	10	150	76,99
Ap	5	10	200	76,96
Ap	10	10	150	76,93
Ap	5	10	250	76,91
B22	10	10	100	76,71
B22	10	5	100	76,71
B22	10	5	250	76,49
Ap	10	5	100	76,44
Ap	5	5	300	76,37

Delta de Tukey (1%) = 3,34

ção lenta. Este aparelho provoca choques entre as partículas principalmente por queda livre da suspensão. Evidentemente, o número e intensidade dos choques aumentam com a diminuição do volume da suspensão até um limite. Por outro lado, o aparelho utilizado neste trabalho (Figura 1) acelera a suspensão sempre numa mesma direção mas alternando o sentido. Como a trajetória é curta, o número de choques e a força de impacto entre as partículas é bem maior do que no aparelho de Wiegner. Consequentemente, obtém-se o mesmo efeito com suspensões mais diluídas.

O grande número de interações significativas apresentadas na Tabela 7, sugere que um estudo detalhado sobre a participação de cada variável poderá permitir uma interpretação mais segura dos dados. Não se cogitou em abordar esta possibilidade neste trabalho porque julgou-se ser necessário obter, primeiramente, informações como as que estão sendo apresentadas.

5.2.1. *Conclusão do experimento*

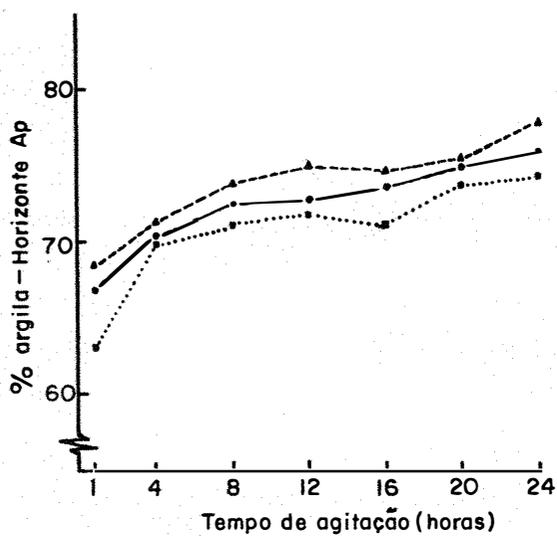
Os resultados obtidos, interpretados segundo os critérios estabelecidos, permitem concluir que a combinação de 5 gramas de terra, 5 gramas de quartzo e 200 ml de água proporciona os maiores teores de argila recuperada.

5.3. Experimento 3. Estudo da combinação de quantidades de dispersante, velocidades e tempos de agitação na dispersão da amostra

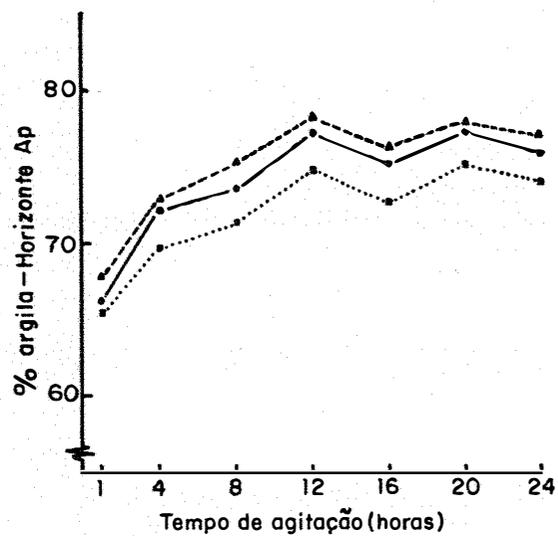
A Tabela 9 e as Figuras 5 e 6 mostram os

Tabela 9 - Teor de argila recuperada obtido pela influência da quantidade de dispersante, velocidade e tempo de agitação na dispersão de amostras dos horizontes Ap e B₂₂ de um Latossolo Roxo série Iracema (média de três repetições)

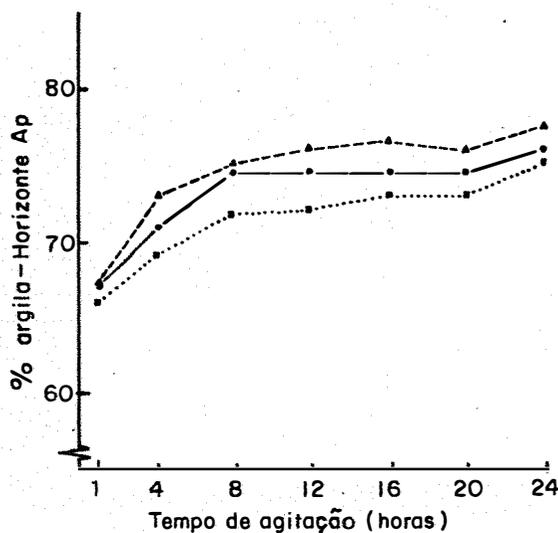
DPM	Tempo de agitação(h)	Dispersante (ml)			Dispersante (ml)		
		5	10	15	5	10	15
		HORIZONTE Ap			HORIZONTE B ₂₂		
100	1	63,07	66,99	66,43	67,60	70,43	72,29
	4	69,71	70,75	72,19	73,52	75,65	77,44
	8	71,25	72,51	74,19	74,61	77,28	78,11
	12	71,95	73,39	75,17	74,29	76,43	78,29
	18	71,15	73,60	74,69	73,63	74,96	77,60
	20	74,19	75,20	75,57	75,71	77,79	78,35
	24	74,61	76,21	78,53	78,64	77,17	78,61
150	1	65,55	66,61	67,63	69,60	70,00	71,87
	4	89,73	72,45	73,12	73,56	73,56	77,12
	8	71,49	74,11	75,84	74,61	75,68	77,76
	12	75,31	77,65	78,51	77,55	79,68	81,01
	16	72,99	75,73	76,77	76,47	77,12	79,20
	20	75,57	77,63	78,27	77,20	80,69	82,56
	24	74,11	76,08	77,39	76,93	77,48	80,48
200	1	65,97	66,91	67,15	70,24	71,41	76,45
	4	69,09	71,31	73,01	73,33	76,65	76,11
	8	72,08	74,72	75,44	76,45	77,55	80,29
	12	72,11	74,40	76,19	75,79	78,00	80,29
	16	73,31	74,21	76,56	75,76	80,24	81,36
	20	73,33	74,56	78,09	76,99	78,40	78,35
	24	75,57	76,85	77,87	76,66	80,51	82,24



(a) 100 rpm



(b) 150 rpm

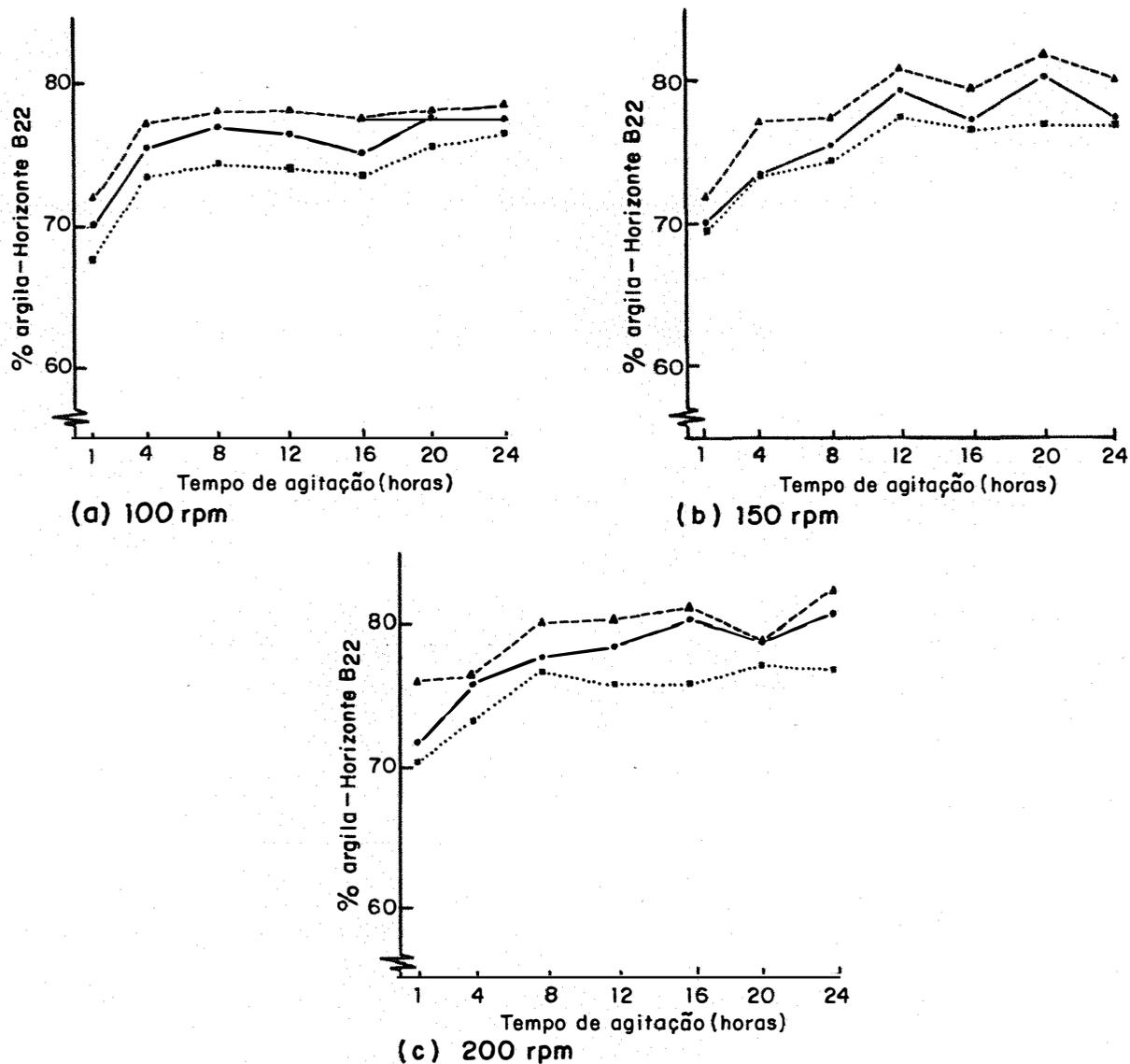


(c) 200 rpm

LEGENDA:

- ▲-----▲ 15 ml NaOH
- 10 ml NaOH
- 5 ml NaOH

Figura 5 - Teor de argila recuperada obtido pela influência da quantidade de dispersante, velocidade e tempo de agitação na dispersão da amostra do horizonte Ap de um Latossolo Roxo série Iracema



LEGENDA

- ▲-----▲ 15 ml NaOH
- 10 ml NaOH
- 5 ml NaOH

Figura 6 - Teor de argila recuperada obtido pela influência da quantidade de dispersante, velocidade e tempo de agitação na dispersão da amostra do horizonte B₂₂ de um Latossolo Roxo série Iracema

resultados da influência da quantidade de dispersante, velocidade do agitador e tempo de agitação na dispersão das amostras dos horizontes Ap e B₂₂ do Latossolo Roxo série Iracema.

Analisando a Tabela 9, observa-se que houve um aumento no teor de argila recuperada das amostras com o tempo de agitação e que a quantidade de 15 ml do peptizante hidróxido de sódio proporcionou os valores mais elevados de argila recuperada, o que é ilustrado nas Figuras 5 e 6.

A análise da variância, apresentada na Tabela 10, mostra que houve efeito altamente significativo para todas as variáveis estudadas. Não houve, entretanto, nenhuma interação significativa.

Para a escolha da melhor combinação das variáveis estudadas, foi realizado o teste de Tukey comparando as médias dos tratamentos. Os resultados, apresentados na Tabela 11, mostram que a quantidade de 15 ml de hidróxido de sódio foi a mais eficiente na dispersão da argila, diferindo significativamente das demais. As velocidades de 150 e 200 oscilações por minuto (opm) proporcionaram a obtenção dos maiores teores de argila, não diferindo estatisticamente entre si a nível de 1% de probabilidade, diferindo, entretanto, da velocidade de 100 opm .

A comparação das médias para tempo de agitação (Tabela 11) mostra que não houve diferenças significativas a nível de 1% de probabilidade, no teor de argila recuperada,

Tabela 10 - Análise da variância do experimento 3

Causas de variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F.
Tempo de agitação (A)	6	1795,83259	299,30543	42,64**
Dispersante (B)	2	627,33221	313,66610	44,89**
Oscilação do agitador(C)	2	122,79360	61,39680	8,75**
Horizontes (D)	1	973,76954	963,76954	138,74**
A X B	12	32,58299	2,71524	0,39
A X C	12	77,83574	6,48631	0,92
A X D	6	38,08420	6,34736	0,90
B X C	4	1,61699	0,40424	0,06
B X D	2	1,12350	0,56175	0,80
C X D	2	12,75063	6,37531	0,91
A X B X C	24	23,26979	0,96957	0,14
A X B X D	12	7,83858	0,65321	0,93
A X C X D	12	22,09074	1,84089	0,26
B X C X D	4	10,62946	2,65736	0,38
A X B X C X D	24	19,86111	0,82754	0,12
Resíduo	252	1768,70680	7,01868	
Total	377	5536,11913		

C.V. * 3,54%

Tabela 11 - Teste de Tukey (1%) do experimento 2

Tratamentos	Níveis	Médias
Quantidade de dispersante	15 ml	76,38 a*
	10 ml	74,44 b
	5 ml	73,07 c
Delta de Tukey(1%)=0,97		
Velocidade do agitador	150 opm	75,30 a
	200 opm	75,10 a
	100 opm	73,99 b
Delta de Tukey(1%)=0,97		
Tempo de agitação	24 h	77,44 a
	20 h	77,02 a
	12 h	76,44 a
	16 h	75,85 a
	8 h	75,22 a
	4 h	73,18 b
	1 h	68,44 c
Delta de Tukey(1%)=1,76		

* As médias com a mesma letra não diferem estatisticamente entre a nível de 1% de probabilidade

acima de 8 horas de agitação. Este fato pode ser observado, também nas curvas apresentadas nas Figuras 6 e 7, as quais tendem a se tornar assintóticas a partir de 8 horas de agitação.

Em trabalho semelhante GROHMANN e Van RAIJ (1974), utilizando amostras de Latossolos, mostram que a partir de 12 horas de agitação as curvas de dispersão também se tornaram assintóticas. O maior tempo requerido pelo método de GROHMANN e Van RAIJ (1974) é provavelmente devido às causas mencionadas no Experimento 2 (pg. 28).

Para a escolha dos melhores níveis das variáveis estudadas neste experimento, dentre os que não diferiram estatisticamente entre si, consideraram-se os aspectos práticos do trabalho em laboratório.

Entre as velocidades de 150 e 200 opm do agitador, escolheu-se 150 opm porque, nesta velocidade, o desgaste do agitador deve ser menor. Para o tempo de agitação, escolheu-se 16 horas por apresentar a vantagem de permitir deixar a agitação das amostras durante a noite, o que é conveniente. Saliencia-se, entretanto, que, para trabalhos de urgência, o tempo de 8 horas também pode ser usado. Quanto ao agente dispersante, a quantidade de 15 ml foi a escolhida por ter sido a que proporcionou os valores mais elevados de argila recuperada.

A proporção agente dispersante : terra tem sido estudada por diversos autores. Alguns destes trabalhos foram

mencionados na Revisão de Literatura, como por exemplo, MEDINA e GROHMANN (1957), FREIRE (1963) e MENK e OLIVEIRA (1974). O critério usado por estes autores é semelhante ao adotado neste trabalho, isto é, simples comparação de tratamentos e escolha do que resulta em maior teor de argila recuperada. Trata-se de um critério empírico. Para que a proporção agente dispersante: terra, em amostras de Latossolos, seja racional, são necessários estudos mais detalhados sobre o comportamento físico-químico da suspensão (pH, potencial eletrocinético).

É interessante notar que a divisão das variáveis que foram estudadas foi tal, que no experimento 2 ficaram as que interagem entre si e no experimento 3, as de ação independente. Isto ocorreu porque o experimento 2 reuniu, como variáveis aquelas que são diretamente atuantes no processo de dispersão, enquanto que, no experimento 3, duas das três variáveis têm efeito indireto sobre a dispersão.

5.3.1. *Conclusão do experimento 3*

Os resultados obtidos e interpretados segundo os critérios estabelecidos, permitem concluir que a combinação de 15 ml de hidróxido de sódio, 150 oscilações por minuto (opm) do agitador e 16 horas de agitação proporciona os maiores teores de argila recuperada.

5.4. Método proposto (pipeta com quartzo)

As conclusões dos três experimentos (5.1.1; 5.2.1; e 5.3.1) integram-se para a realização do primeiro objetivo deste trabalho que era a definição de um método prático e eficiente de dispersão.

O método proposto é, em linhas gerais, o seguinte:

1. Tomar 5 gramas de Terra Fina Seca em Estufa (TFSE).
2. Colocar em garrafa, tipo francês, adicionar 5 gramas de quartzo grosso (1,0-0,5 mm), 15 ml do dispersante hidróxido de sódio e 200 ml de água destilada.
3. Agitar durante 16 horas num agitador recíproco horizontal Eberbach, modelo 8287-E15 ou semelhante, regulado para 150 oscilações por minuto (opm).
4. Completar o volume da garrafa para 400 ml com água destilada.
5. Colocar a garrafa em tanque de água com temperatura constante. Aguardar 30 minutos para equilíbrio.

6. Agitar a suspensão por um minuto e marcar o tempo inicial de sedimentação.
7. Decorrido o tempo de sedimentação, pipetar uma alíquota da suspensão de 10 ml a profundidade de 5 cm.
8. Determinar o peso do resíduo seco em estufa a 105°C.

5.5. Experimento 4. Comparação do método proposto (pipeta com quartzo) com outros métodos

Os teores médios de argila recuperada, obtidos por diferentes métodos em solos de diferentes texturas, são apresentados na Tabela 12.

Os resultados da análise da variância, apresentados na Tabela 13, indicam que há diferenças altamente significativas entre métodos e solos e revela ainda que há interação altamente significativa entre estes dois componentes. Isto significa que os métodos se comportam diferentemente para cada solo.

As médias de argila recuperada, obtidas para cada um dos 6 métodos testados dentro de cada um dos solos estudados, foram comparados pelo teste de Tukey (1%). Estes resultados encontram-se na Tabela 14.

Tabela 12 - Teor de argila obtido por diferentes métodos de dispersão em diferentes solos (média de três repetições)

S O L O S	P I P E T A			B O U Y O U C O S		
	com quartzo e NaOH	com areia e NaOH	sem areia e com NaOH	1951 com NaOH	1962 com NaOH	1962 com NaPO ₃
Paredão Verm.	7,63	6,69	4,75	3,88	4,24	4,93
Quebra Dente	22,48	22,33	20,48	25,87	23,15	31,20
Lageadinho	29,81	31,56	22,28	32,53	34,48	33,87
Monte Olimpo	55,15	55,23	53,31	59,87	56,48	62,53
Iracema Hor.Ap	77,39	79,21	57,89	72,61	63,15	55,81
Iracema Hor.B ₂₂	79,57	79,57	59,04	72,61	67,20	62,48

Tabela 13 - Análise da variância do experimento 4

Causa da variação	G.L.	S.Q.	Q.M.	F.
Solos (S)	5	61195,1728	12239,0345	1422,41**
Métodos (M)	5	1299,2449	259,8489	30,19**
S x M	25	2427,9346	97,1173	11,28**
Resíduo	72	619,5153	8,6043	
Total	107	65541,8680		

C.V. = 6,85%

Tabela 14 - Teste de Tukey (1%) do experimento 4 para cada solo independentemente

Nº de ordem	Métodos	Média (%)
<u>IRACEMA HORIZONTE Ap</u>		
1	Pipeta com areia	79,21 a*
2	Pipeta com quartzo	77,39 a
3	Bouyoucos 1951 com NaOH	72,61 a
4	Bouyoucos 1962 com NaOH	63,15 b
5	Pipeta sem areia	57,89 b
6	Boyoucos 1962 com NaPO ₃	55,81 b
<u>IRACEMA HORIZONTE B22</u>		
1	Pipeta com quartzo	79,57 a
2	Pipeta com areia	79,57 a
3	Bouyoucos 1951 com NaOH	72,61 a b
4	Bouyoucos 1962 com NaOH	67,20 b c
5	Bouyoucos 1962 com NaPO ₃	62,48 c
6	Pipeta sem areia	59,04 c
<u>MONTE OLIMPO</u>		
1	Bouyoucos 1962 com NaPO ₃	62,53 a
2	Bouyoucos 1951 com NaOH	59,87 a b
3	Bouyoucos 1962 com NaOH	56,48 a b
4	Pipeta com areia	55,23 a b
5	Pipeta com quartzo	55,15 a b
6	Pipeta sem areia	53,31 b
<u>LAGEADINHO</u>		
1	Bouyoucos 1962 com NaOH	34,48 a
2	Bouyoucos 1962 com NaPO ₃	33,87 a
3	Bouyoucos 1951 com NaOH	32,53 a
4	Pipeta com areia	31,56 a
5	Pipeta com quartzo	29,81 a b
6	Pipeta sem areia	22,28 b
CONT./		

Tabela 14 - Teste de Tukey (1%) do experimento 4 para cada solo independentemente

CONT✓

Nº de ordem	Métodos	Média (%)
<u>QUEBRA DENTE</u>		
1	Bouyoucos 1962 com NaPO ₃	31,20 a
2	Bouyoucos 1951 com NaOH	25,87 a b
3	Bouyoucos 1962 com NaOH	23,15 a b
4	Pipeta com quartzo	22,48 b
5	Pipeta com areia	22,33 b
6	Pipeta sem areia	20,48 b
<u>PAREDÃO VERMELHO</u>		
1	Pipeta com quartzo	7,36 a
2	Pipeta com areia	6,69 a
3	Bouyoucos 1962 com NaPO ₃	4,93 a
4	Pipeta sem areia	4,75 a
5	Bouyoucos 1962 com NaOH	4,24 a
6	Bouyoucos 1951 com NaOH	3,88 a

Delta de Tukey (1%)=8,40

* As médias com a mesma letra não diferem estatisticamente entre si a nível de 1% de probabilidade.

Observa-se que, de maneira geral, os métodos que usam como artifício de desagregação a areia e o quartzo, apresentaram-se mais eficientes em solos de textura argilosa, exceto para o solo Monte Olimpo. Para os solos de textura média, os métodos de Bouyoucos foram os que apresentaram os melhores resultados. Finalmente, para os solos arenosos não há diferença significativa entre os métodos.

Para cada série de solo estudada, o comportamento dos métodos foi o seguinte:

a - Série Iracema (Horizonte Ap)

Os métodos que utilizam quartzo e areia como artifício de desagregação das partículas, bem como o método de Bouyoucos de 1951, não apresentaram diferenças altamente significativas, mas diferiram dos demais métodos. O efeito abrasivo da areia e do quartzo facilitam, em grande parte, a desagregação das partículas que, nestes solos, se apresentam como agregados altamente estáveis. O mesmo parece ter ocorrido devido à agitação violenta (15 minutos, 12.000 rpm) utilizada no método de Bouyoucos 1951. O método de Bouyoucos 1962 apresentou resultados inferiores provavelmente porque, em solos com agregados estáveis, a digestão da amostra não substitui o efeito da agitação.

b - Série Iracema (Horizonte B₂₂)

Os métodos se comportaram de maneira semelhan-

te à série Iracema, horizonte Ap. A diferença está em que o método de Bouyoucos 1951, apresentou-se como equivalente ao método de Bouyoucos 1962 com hidróxido de sódio. O que foi dito a respeito da eficiência do método de Bouyoucos 1962 com hidróxido de sódio, para solos com agregados estáveis, é aplicável também neste caso. Deve-se notar, entretanto, que enquanto o horizonte Ap do Solo Iracema é mais rico em matéria orgânica que o horizonte B₂₂, o inverso ocorre para o teor de óxidos de ferro (ver Tabela 1). É possível que o período de digestão, preconizado pelo método de Bouyoucos 1962, seja mais eficiente para demolição de agregados cimentados por óxidos de ferro do que por matéria orgânica.

c - Série Monte Olimpo

O método de Bouyoucos 1962 com metafosfato de sódio e o método da pipeta sem areia excluem-se mutuamente no agrupamento dos métodos que não apresentaram diferenças significativas.

FREIRE (1963) constatou para a série Monte Olimpo, que a matéria orgânica afeta sensivelmente a dispersão deste solo. A não remoção deste agregante das partículas do solo provavelmente afetou mais os métodos da Pipeta, particularmente na ausência de quartzo e areia.

d - Série Lageadinho

Os métodos não diferiram estatisticamente en-

tre si, com exceção do método da Pipeta sem areia que é, entretanto, equivalente ao método da Pipeta com quartzo.

e - Série Quebra Dente

O método de Bouyoucos 1962, que utiliza metafosfato de sódio como agente dispersante, foi equivalente aos métodos de Bouyoucos 1951 e de Bouyoucos 1962 com hidróxido de sódio, porém diferiu dos demais métodos. Por outro lado, os dados indicam uma equivalência entre os métodos com menor teor de argila recuperada, destacando o método de Bouyoucos 1962 com metafosfato de sódio como não pertencente a este grupo.

f - Série Paredão Vermelho

Os métodos não apresentaram diferenças estatísticas entre si. Entretanto, é inevitável observar que, para os dois métodos que utilizam artifício para desagregação (areia e quartzo), o teor de argila recuperada é em média 81% maior que o do método de Bouyoucos 1951 com hidróxido de sódio. Este resultado pode ser compreendido pelo que se observou no experimento 1 (pg. 34) e pelas conclusões de ASHFORD *et alii* (1972). Estes autores, conforme já mencionado, mostraram que solos com alto teor de areia tendem a apresentar um aumento no teor de argila. O experimento 1, deste trabalho, mostrou que as partículas grosseiras podem, por efeito da agitação, contribuir para as frações mais finas.

5.5.1. Conclusão do experimento 4

Os dados do experimento 4 permitem concluir que o método proposto (Pipeta com quartzo) é, de modo geral, tão adequado para a análise granulométrica de amostras de terra como os outros métodos testados. Além disso, os dados indicam que solos de natureza e constituição diferentes (matéria orgânica, constituição mineralógica, grau de intemperismo) requerem métodos também diferentes de dispersão. A utilização de métodos padrões, como é usual em laboratórios de análises granulométricas, é desaconselhável para estudos que requerem maior precisão nos valores de argila recuperada.

6. CONCLUSÕES

Após a análise e interpretação dos resultados obtidos são apresentadas as seguintes conclusões:

1. O método proposto denominado "Pipeta com quartzo", é eficiente e aplicável para a análise granulométrica de solos com as características de agregação dos horizontes Ap e B₂₂ do Latossolo Roxo série Iracema.
2. Os métodos testados não são igualmente eficientes para todos os solos.

7. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A realização deste trabalho possibilitou ao autor um maior contato com os problemas relacionados à análise granulométrica de amostras de terra. Desta experiência, ainda que modesta, permite-se destacar algumas considerações que são julgadas pertinentes:

1. O método proposto não se mostrou eficiente apenas quanto à determinação da fração argila. Em confronto com os outros métodos testados, apresentou as seguintes vantagens:

- a - As operações da agitação da amostra de terra e a pipetagem são feitas num mesmo recipiente, evitando a possibilidade de perda de material durante a transferência da suspensão de um recipiente para outro, como normalmente é feito no método tradicional da pipeta.
- b - Cada agitador permite trabalhar com 24 amostras simultaneamente.

c - As dimensões do agitador, a forma e o tamanho das garrafas do tipo francês, requerem um pequeno espaço para a sua utilização.

2. Recomenda-se um estudo prévio para verificar qual o método de dispersão indicado para a(s) amostra(s) problema, especialmente quando se tratar de amostras cujas constituições orgânicas, químicas, físicas e mineralógicas são desconhecidas.

8. SUMMARY

This work reports a study on the main variables affecting the dispersion of soil samples in which most of the individual particles are aggregated. Samples obtained from the Ap and B₂₂ horizons of a "Roxo" Latosol, Iracema series, were used as the problem samples.

The study consisted of four experiments as follows:

1. Effect of grain size of ground quartz as an artifact to promote dispersion (5 x 2 factorial with 3 replications).
2. Effect of sample weight, amount of ground quartz and volume of distilled water (2² x 3 x 7 factorial with 3 replications).
3. Effect of amount of dispersing agent, shaker speed and shaking-time length (2 x 3² x 7 factorial with 3 replications).
4. Comparison of the proposed method with five others using the problem samples and four other soil samples of various particle size distribution (6 x 6 factorial with 3 replications).

The results obtained in those experiments led to the definition of a complete method for the dispersion of soil samples. The method was found to be adequate and practical, so that it is recommended for the simultaneous particle size analysis of large number of samples.

9. LITERATURA CITADA

ASHFORD, E.M., L.C. SHIELDS, e J.V. DREW, 1972. Influence of sand on the amount of water-dispersible clay in soil. Soil Sci. Soc. Amer. Proc., Madison, Wisconsin, 36:848-849.

BAVER, L.D. 1956. Soil Physics. John Wiley & Sons, INC., New York, London Sydney, 3.^a Ed. 489 p.

BEALE, D.W. 1939. Dispersion of Lateritic soils and the effect of organic matter on mechanical analysis. Soil Science, New Brunswick, N.J., 48:475-479.

BODMAN, G.B. 1928. The hydrogen peroxide-hydrochloric acid treatment of soils as a method of dispersion in mechanical analysis. Soil Science, New Brunswick, N.J. 27:459-470.

BOUYOUCOS, G.J. 1927. The hydrometer as a new and rapid method for determining the colloidal content of soils. Soil Science, New Brunswick, N.J. 23:319-331.

- BOUYOUCOS, G.J. 1928. The hydrometer method for making a very detailed mechanical analysis of soils. Soil Science, New Brunswick, N.J. 27:233-238.
- BOUYOUCOS, G.J. 1930. A comparison of the hydrometer method and the pipette method for making mechanical analysis of soils, with new directions. Jour. Amer. Soc. Agron., Washington, 22:747-751.
- BOUYOUCOS, G.J. 1932. Studies on the dispersion procedure used in the hydrometer method for making mechanical analysis of soils. Soil Science, New Brunswick, N.J. 33:21-26.
- BOUYOUCOS, G.J. 1934. A comparison between pipette method and the hydrometer method for making mechanical analysis of soil. Soil Science, New Brunswick, N.J. 38:335-343.
- BOUYOUCOS, G.J. 1951. A recalibration of the hydrometer method for making mechanical analysis of soils. Agronomy Journal, Madison, Wisconsin, 43:434-438.
- BOUYOUCOS, G.J. 1962. Hydrometer method improved for making particle size analysis of soils. Agronomy Journal, Madison, Wisconsin, 54:464-465.
- CATANI, R.A. e A.O. JACINTHO, 1974. Avaliação da fertilidade do solo. Métodos de análise. Piracicaba, SP. Editora Agronômica Ceres. 61 p.

- DAY, P.R. 1965. Particle fractionation and particle-size analysis. In: BLACK, C. Methods of Soil Analysis. Part 1. American Society of Agronomy, INC., Madison-Wisconsin p. 545-567.
- DROSDOFF, M. e E.F. MILES. 1938. Action of hydrogen peroxide on weathered mica. Soil Science, New Brunswick, N. J. 46:391-395.
- FREIRE, O. 1963. Dispersão de Solos. Estudo comparativo de tratamentos químicos empregados no preparo das amostras para análise mecânica. Piracicaba, São Paulo, ESALQ-USP, 168 p (Tese de Doutorado).
- GENRICH, D.A. e J.M. BREMNER. 1972. A reevaluation of the ultrasonic-vibration method of dispersing soils. Soil Sci. Soc. Amer. Proc., Madison, Wisconsin, 36:944-947.
- GROHMANN, F. e B. Van RAIJ. 1974. Influência dos métodos de agitação na dispersão da argila do solo. In: SOCIEDADE BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO. Anais do XV Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, Santa Maria-RS, p.123-132.
- GROHMANN, F. 1976. A vibração ultrassônica na dispersão de Latossolos argilosos. In: SOCIEDADE BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO. Anais do XV Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, Campinas-SP, p.27-29.

- GROHMANN, F. e B. Van RAIJ. 1977. Dispersão e pré-tratamento para análise granulométrica de Latossolos argilosos. Rev. Bras. Ciência do Solo, Campinas, 1:52-53.
- JACKSON, M.L. 1956. Soil Chemical Analysis. Advanced Course. University of Wisconsin, Dep. of Soils, Madison 6 (mimeo.) 894 p.
- JENNINGS, O.S., M.O. THOMAS e W. GARDNER. 1922. A new method of mechanical analysis of soils. Soil Science, New Brunswick, N.J. 14:485-499.
- KILMER, V.J. e L.T. ALEXANDER. 1949. Methods of making mechanical analysis of soils. Soil Science, New Brunswick, N.J. 68:15-24.
- MEDINA, H.P. e F. GROHMANN. 1957. Contribuição ao estudo da análise granulométrica do solo. In: SOCIEDADE BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO. Anais do VI Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, Salvador, p.29-38.
- MENK, J.R.F. e J.B. OLIVEIRA, 1974. Estudo comparativo da influência de agentes dispersantes e de pré-tratamentos na análise granulométrica de solos. In: SOCIEDADE BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO. Anais do XIV Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, Santa Maria-RS, p. 104-122.

- PIERANTONI, H. e L. VETTORI, 1974. Análise Granulométrica. Comparação de dispersão sem e com pré-tratamento ácido. I - Latossolos. In: SOCIEDADE BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO. Anais do XIV Congresso Brasileiro de Ciência do Solo. Santa Maria-RS, p.182.
- PIERANTONI, H. e L. VETTORI. 1974. Análise Granulométrica. Comparação de dispersão sem e com pré-tratamento ácido. II - Solos com argila de atividade alta. In: SOCIEDADE BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO. Anais do XIV Congresso Brasileiro de Ciência do Solo. Santa Maria-RS, p.183.
- PROTZ, R. e R.J. ST. ARNAUD, 1964. The evaluation of four pretreatments used in particle-size distribution analysis. Can. J. Soil Sci. Ottawa, 44(3):345-351.
- RANZANI, G., O. FREIRE e T. KINJO, 1966. Carta de Solos do Município de Piracicaba. Piracicaba, ESALQ-USP. 85p.
- ROBINSON, G.W. 1922. Note on the mechanical analysis of humus soils. Jour. Agric. Sci. Cambridge, Inglaterra, 12:287-288.
- TYNER, E.H. 1939. The use of sodium metaphosphate for dispersion of soils for mechanical analysis. Soil Sci. Soc. Amer. Proc., Madison, Wisconsin, 14:106-113.
- VETTORI, L. e H. PIERANTONI, 1968. Análise granulométrica. Novo método para determinar a fração argila. Equipe Pedologia Fertilidade do Solo. Rio de Janeiro, 8p (Boletim Técnico nº 3).

- VETTORI, L. 1976. Análise granulométrica. Comparação entre o novo método do IAC e do CPP e de ambos com ataque sulfúrico. In: SOCIEDADE BRASILEIRA DE CIÊNCIA DO SOLO. Anais do XV Congresso Brasileiro de Ciência do Solo. Campinas-SP, p.23-25.
- WIEGNER, G. 1927. Method of preparation of soil suspensions and degree of dispersion as measured by the WIEGNER-GESSNER Apparatus. Soil Science, New Brunswick, N.J. 23:377-370.
- WINTERS, E. e M.B. HARLAND. 1930. Preparation of soil samples for pipette analysis. Jour. Amer. Soc. of Agron., Washington, 22:771-780.