



Universidade Estadual de Maringá
Centro de Ciências Exatas
Departamento de Física

**CARACTERIZAÇÃO INICIAL DE UM HORIZONTE
DE UM NEOSSOLO**

Acadêmico: Victor Akio Yanaguisawa

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Hatsumi Mukai

Maringá, PR
Novembro, 2018



Universidade Estadual de Maringá
Centro de Ciências Exatas
Departamento de Física

Victor Akio Yanaguisawa

CARACTERIZAÇÃO INICIAL DE UM HORIZONTE DE UM NEOSSOLO

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Departamento de Física da Universidade Estadual de Maringá, sob a orientação da Prof^a. Dr^a. Hatsumi Mukai, como parte dos requisitos para obtenção do título de bacharel em Física.

Aprovada por:

Profa. Dra. Hatsumi Mukai (DFI/UEM)
Prof. Dr. André Maurício Brinatti (DEFIS/UEPG)
Prof. Dr. Breno Ferraz de Oliveira (DFI/UEM)

Maringá - PR
Novembro, 2018

AGRADECIMENTOS

À professora Hatsumi por insistir na realização de meu TCC e concluir o curso de Física. E, espero poder retribuir, dando forças para outras pessoas da mesma forma.

Ao professor André Maurício Brinatti, por disponibilizar todo o apoio incondicional no desenvolvimento deste trabalho.

Ao professor Breno Ferraz de Oliveira, pela força dada e no qual tem minha admiração como pessoa.

A todo pessoal da UEM e da UEPG, que contribuíram direta e/ou indiretamente com o presente trabalho.

À professora Vlândia Correchel que disponibilizou as amostras de solo.

Ao Laboratório de Caracterização Físico-Química da UEPG, como responsáveis Professor Eder e Professora Sandra.

Ao professor André Vitor Chaves de Andrade pela análise de difração de raios X.

Aos meus pais.

A todas as outras pessoas não mencionadas, que contribuíram com o presente trabalho e na minha formação.

Aos André's (Marino e da Paixão), Vitor's (Marques e Zanuto), Renato, Roberta, Camilla, Denise, Flávia e Kendi por terem sido meus companheiros importantes da Física-UEM e vários professores que considero como grande exemplo. E, também ao Prandel e ao Luís Otávio, pessoas importantes que contribuíram neste trabalho na UEPG.

RESUMO

Neste trabalho, é realizado a caracterização inicial do solo na profundidade onde ocorre a transição entre o horizonte C e a rocha mãe de um perfil do solo identificado como Neossolo Flúvico, pertencente à região rural da cidade de Baliza-GO. Os resultados desta caracterização contribuem fornecendo informações na área de Ciência do Solo e, ainda, na direção de uma solução ambiental no estudo sobre a degradação provocada pelo efeito da erosão. E, como físico para a aprendizagem de diversas técnicas experimentais. As técnicas utilizadas foram: o método visual como uma primeira classificação das amostras por cores, o método de picnometria a gás Hélio para determinação da densidade de partículas, tamisação e o método da pipeta baseado na lei de Stokes para a análise da textura e o fracionamento físico do solo, e a espectroscopia de fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF). Exceto a análise da cor que foi feita no material original, todos os demais procedimentos foram realizados em forma de Terra Fina Seca ao Ar (TFSA) sendo preparadas de duas formas: uma pela escolha de diferentes pontos do material em função de sua cor e a outra por meio da junção de várias partes do material para representar o horizonte em estudo. Assim, foi determinado a densidade de partículas, a textura do solo, a composição química e os minerais presentes no material. A indicação da presença do mineral quartzo foi a mais notória de todas, por ser um horizonte com uma densidade de partícula próxima a do quartzo e uma análise textural arenosa poderia ser afirmado que este horizonte predomina este mineral. Além disso, a técnica EDXRF indicou a predominância de Si, Al, S, Cs, K e Ti. Fortalecendo o tipo de solo de textura arenosa devido à maior concentração de Si, representado pelo quartzo (SiO_2). Os outros elementos encontrados como Ti, é um provável componente do mineral rutílio e anatásio, óxido de titânio bastante comum nos solos; já a presença de Si e Al, combinados pode formar minerais como caulinita e corundum; e a alta concentração de Ca na fração argila indica os prováveis carbonatos de cálcio como calcita.

Palavras chave: Densidade de Partícula, Análise Textural, Análise Elementar

ABSTRACT

This work presents the initial characterization of the soil at the depth where the transition between the C horizon and the rock matrix occurs. This soil was identified as a Fluvisol, belonging to the rural region of the city of Baliza-GO. The results of this characterization contribute to the Soil Science providing information and enhancing studies on degradation caused by the erosion effect. And, as a physicist to learn about several experimental techniques. The techniques used were: the visual method as a first classification of the samples by color, the Helium gas pycnometry method to determine particle density, sieving and the pipette method based on the Stoke's law applied to the textural analysis and soil physical fractioning, and energy dispersion X-ray fluorescence spectroscopy (EDXRF). Except for the visual method that was used in the original material, all other procedures were performed in air-dry fine earth (TFSA) prepared in two ways: one by choosing different points of the material as a function of its color and the other by means of joining several material parts of the material to represent the horizon under study. In this way, particle density, soil texture, chemical composition, and the minerals present in the material were all determined. The presence of the mineral quartz was the most prominent of all, for being a horizon with particle density close to that of quartz and a sandy textural analysis could have confirmed that this mineral is predominant in the horizon. In addition, the EDXRF technique indicated the predominance of Si, Al, S, Cs, K and Ti strengthening the sandy texture of the soil due to higher Si concentration, represented by quartz (SiO_2). The other elements found such as Ti, are likely to be components of the minerals rutile and anatase, a very common titanium oxide in soils. On the other hand, the presence of Si and Al, combined may form minerals such as kaolinite and corundum; while the high concentration of Ca in the clay fraction indicates probable calcium carbonates such as calcite.

Keywords: Particle Density, Textural Analysis, Elemental Analysis

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Organograma da apresentação do presente trabalho.....	11
Figura 1.1: Organograma da estrutura de apresentação do Capítulo 1.....	12
Figura 1.2: Desenho esquemático apresentando a formação de um perfil de um solo: a rocha mãe sofre degradação formando os minerais, enquanto na superfície ocorre o acúmulo de matéria orgânica, e com as constantes modificações no solo tornam-se definidas formando os horizontes.	13
Figura 1.3: Representação da composição das fases de um solo em porcentagem..	14
Figura 1.4: Cores característicos de óxidos de Fe	16
Figura 1.5: Imagem ilustrativa da fragmentação do solo resultando em aumento da superfície ($0,5 \text{ m}^3$ para 1 m^3)..	17
Figura 1.6: Triângulo textural utilizado para classificação do tipo de solo, segundo SBCS....	20
Figura 1.7: Distribuição relativa dos minerais nas frações da TFSA: Argila, Silte e Areia.....	24
Figura 1.8: Organograma dos principais tipos de minerais do solo brasileiro, apresentados nesta seção.	24
Figura 1.9: Ilustração do (a) tetraedro de Si com 4 O coordenados, unidade fundamental para formação dos silicatos [36] e (b) do hábito do quartzo- α	27
Figura 1.10: Difratoograma de DRX pelo método do pó de um padrão de difração do quartzo para exemplificação, obtida pela simulação da técnica DRX pelo método do pó.....	28
Figura 2.1: Organograma da apresentação deste capítulo sobre as técnicas de caracterização utilizadas na obtenção dos resultados deste trabalho.	31
Figura 2.2: Desenho esquemático de um picnômetro a gás: V_C compartimento (porta amostra), V_R compartimentos de referências que dependem dos registros abertos, A entrada do gás, S válvula de expansão, B saída do gás e L leitor de pressão.....	32
Figura 2.3: Imagem ilustrativa das forças atuando sobre uma partícula (em vermelho) dentro de um recipiente (em azul). Em que: E é a força de empuxo, Fat a força de arraste entre a partícula e o meio, e Pp a força peso atuante na partícula.	34
Figura 2.4: Imagem da diferença entre regime laminar (a) e turbulento (b)	35
Figura 2.5: Representação gráfica dos regimes para o coeficiente de arraste C_d versus o número de Reynolds	36
Figura 2.6: Desenho ilustrando as etapas da caracterização da amostra por meio da técnica de EDS. O tubo emite raios X que interage na amostra e emitem energias características para o detector que indica os elementos químicos.	38
Figura 2.7: Imagem esquemática indicando o processo físico que ocorre na técnica de EDXRF. Em que: o feixe de raios X (fótons) incidente (representados pelas setas) na amostra: K, L, M, N são as camadas de energia ocupadas, da menos energética para a mais energética, respectivamente; os índices α e β são referentes as energias emitidas	39
Figura 2.8: Imagem ilustrativa sobre a emissão de fóton de raios X contínua: o fóton do Raios X incidente ao ser desviado pelo núcleo atômico provoca um freamento diminuindo sua energia cinética que emite uma radiação.	41
Figura 3.1: Organograma de apresentação do Capítulo 3.	42
Figura 3.2: Imagem ilustrativa sobre a formação do solo..	43
Figura 3.3: Imagem fotográfica indicando os locais das partes das amostras coletada, a Amostra 4 consistia de materiais pontilhados em vermelho.	44
Figura 3.4: Imagem fotográfica do material utilizado para o preparo da TFSA: a) Peneira para a tamisação e b) Dessecador para evitar umidade nas amostras de TFSA.	45
Figura 3.5: Imagem fotográfica do Picnômetro (MVP-D160) utilizado para determinação da densidade das amostras de TFSA.	46

Figura 3.6: Esquema da sequência da determinação da densidade de partículas.....	47
Figura 3.7: Sequência da análise textural: (a) 4 amostras na reação do dispersante, (b) desagregação das partículas, (c) tamisação da areia, (d) areia na placa de Petri, (e) sedimentação do silte, (f) coleta da amostra de argila pela pipeta após o tempo determinado pela Lei de Stokes e (g) secagem dos materiais na placa de Petri.....	48
Figura 3.9: Processo do EDXRF: (a) amostra provenientes do fracionamento após ser secado, (b) amostras maceradas e tamisadas com peneiras de 45 μm , (c) eppendorfes com amostra preparadas para análise (d) amostra inserida no anel com fundo de Mylar®, fechadas com os filmes (e) os porta amostras dentro do espectrômetro (f) e inseridos no equipamento de EDXRF.....	50
Figura 4.1: Organograma da apresentação dos Resultados: técnica, propriedade analisada e o que se obtêm.....	51
Figura 4.2: Indicação do tipo do solo conforme triângulo textural para os teores: areia (88%), silte (12%) e argila (0,56%).....	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1: Exemplos dos tipos de análises realizadas em solos e a respectiva propriedade que se obtêm.....	15
Tabela 1.2: Classificação dos tamanhos dos sólidos contidos em amostras de solos..	17
Tabela 1.3: Classificação do tamanho das partículas do solo, segundo órgãos governamentais..	18
Tabela 1.4: Valores de algumas densidades de partículas, da composição de solos e a fórmula orgânica destes compostos..	19
Tabela 1.5: Algumas características de texturas do solo	20
Tabela 1.6: Classe do silicato os arranjos atômicos de tetraedros.....	25
Tabela 1.7: Informações sobre filossilicatos: caulinita, biotita, haloisita, muscovita, montmorilonita e vermiculita. Sendo DRX – medidas de difração de raios X com radiação de Cu K α , $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$..	25
Tabela 1.8: Informações sobre os tectossilicatos. Sendo DRX – medidas de difração de raios X com radiação de Cu K α , $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$..	26
Tabela 1.9: Informações sobre os óxidos. Sendo DRX – medidas de difração de raios X com radiação de Cu K α , $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$..	29
Tabela 1.10: Informações sobre os carbonatos. Sendo DRX – medidas de difração de raios X com radiação de Cu K α 1, $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$..	30
Tabela 2.1: Energias características dos elementos na EDXRF.....	40
Tabela 3.1: Identificação das amostras de solo e sua descrição por cor.....	44
Tabela 3.2: Intervalo dos diâmetros das partículas da TFSA adotados neste trabalho baseados na Classificação da SBCS.	45
Tabela 4.1: Relação da cor com os prováveis minerais, análise visual. E, qual o mineral relacionado a cor.....	51
Tabela 4.2: Resultado da densidade de partículas do horizonte C3.	52
Tabela 4.3: Resultado da análise textural das TFSA do horizonte C3.	52
Tabela 4.4: Resultado da análise elementar do horizonte das amostras pontuais.	53
Tabela 4.5: Resultado da análise elementar do horizonte das amostras.....	54

SUMÁRIO

Introdução	10
1 Fundamentação teórica: Solos	12
1.1 Definição	12
1.2 Propriedades do solo.....	14
1.2.1 <i>Cor</i>	15
1.2.2 <i>Tamanho de partícula</i>	16
1.2.3 <i>Densidade de partículas</i>	18
1.2.4 <i>Textura do solo</i>	19
1.2.5 <i>Elementos químicos</i>	21
1.3 Minerais	23
1.3.1 <i>Silicatos</i>	24
1.3.2 <i>Óxidos</i>	28
1.3.3 <i>Carbonatos</i>	29
2 Fundamentação Teórica: Técnicas de caracterização do solo	31
2.1 Picnometria.....	31
2.2 Análise textural e fracionamento físico	33
2.3 Espectroscopia por fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF)	38
3 Materiais e Métodos	42
3.1 Material de estudo	42
3.2 Terra Fina Seca ao Ar (TFSA)	45
3.3 Densidade de partículas	46
3.4 Análise textural e fracionamento físico	47
3.5 Espectroscopia por fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF)	50
4 Resultados e Análise dos Resultados	51
4.1 Análise visual: Cores	51
4.2 Técnica de picnometria – Densidade.....	52
4.3 Análise textural e fracionamento físico	52
4.4 Espectroscopia por fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF) – Elementos químicos.....	53
4.5 Análise dos resultados	55
Considerações finais	57
Referências	58

Introdução

O solo é um dos elementos da natureza responsável pela manutenção da vida no planeta, possuindo papéis fundamentais como o desenvolvimento das plantas. Os tipos de solos influenciam nas vegetações e, conseqüentemente, os tipos de seres vivos que habitam um local. O solo também estabelece o destino da água, forma os reservatórios naturais como rios, lagos e aquíferos, essencial para a vida, e durante o processo tem a capacidade de purificar estas águas. Além disso, possui outros papéis fundamentais como promover a reciclagem dos corpos de animais e plantas mortas, portanto colaborando para a manutenção do ecossistema. Fornece diversos materiais de construção e serve como base que sustentam todas as construções civis [1], e não menos importante na Agricultura e Agropecuária, que garante a nossa sustentação com qualidade.

Este é constituído por materiais sólidos e porosos, são responsáveis pelos fenômenos das funções fundamentais do mesmo, onde o comportamento varia de acordo com seu tipo. A parte sólida do solo, de maior responsabilidade das propriedades física, química e mineralógica é estabelecida como Terra Fina Seca ao Ar (TFSA), sendo relacionado aos tamanhos das partículas e sua estabilidade física. Desta forma, muitas análises são realizadas na TFSA a fim de obter as informações essenciais das propriedades do solo [2, 3].

Caracterizar o solo permite identificar a melhor atividade que o solo pode desempenhar e indicar as adaptações ou correções mais adequadas quando necessário. Este trabalho está focado na caracterização inicial por 4 técnicas básicas: método visual e coloração para relacionar determinados minerais e classificar as amostras, o método de Picnometria a gás Hélio para determinação da densidade de partícula, o método da tamisação e o método da pipeta baseado na lei de Stokes para análise textural e fracionamento físico do solo, e a espectroscopia de fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF) para determinação dos possíveis elementos químicos. Este tipo de identificação é importante principalmente para incrementar informações sobre solos brasileiros como Neossolos na área de Ciência do Solo. Mais precisamente, o solo analisado é o da profundidade onde ocorre a transição entre um horizonte e a rocha mãe, horizonte C3, de um perfil do solo identificado como Neossolo Flúvico pertencente à região rural da cidade de Baliza-GO. A caracterização deste solo contribui também no estudo sobre a degradação do solo provocado pelo efeito da erosão que prejudica a região. Desta forma, o trabalho está exposto como apresentado no organograma da Figura 1: o Capítulo 1 está focado na teoria dos solos, importantes para este

trabalho, contendo uma seção com as propriedades do solo que normalmente são analisadas, que são: a cor, tamanho, densidade, sua textura, e os elementos químicos que a compõem. Seguida por uma seção da composição em termos dos minerais que a compõem. O Capítulo 2 é dedicado à teoria que envolve as técnicas experimentais. No Capítulo 3 apresentam-se as amostras e medidas realizadas com as técnicas citadas no Capítulo 2. Os resultados obtidos por meio de cada técnica e a análise dos mesmos estão apresentados no Capítulo 4. E, por fim as Considerações Finais seguidas pelas Referências utilizadas neste trabalho.

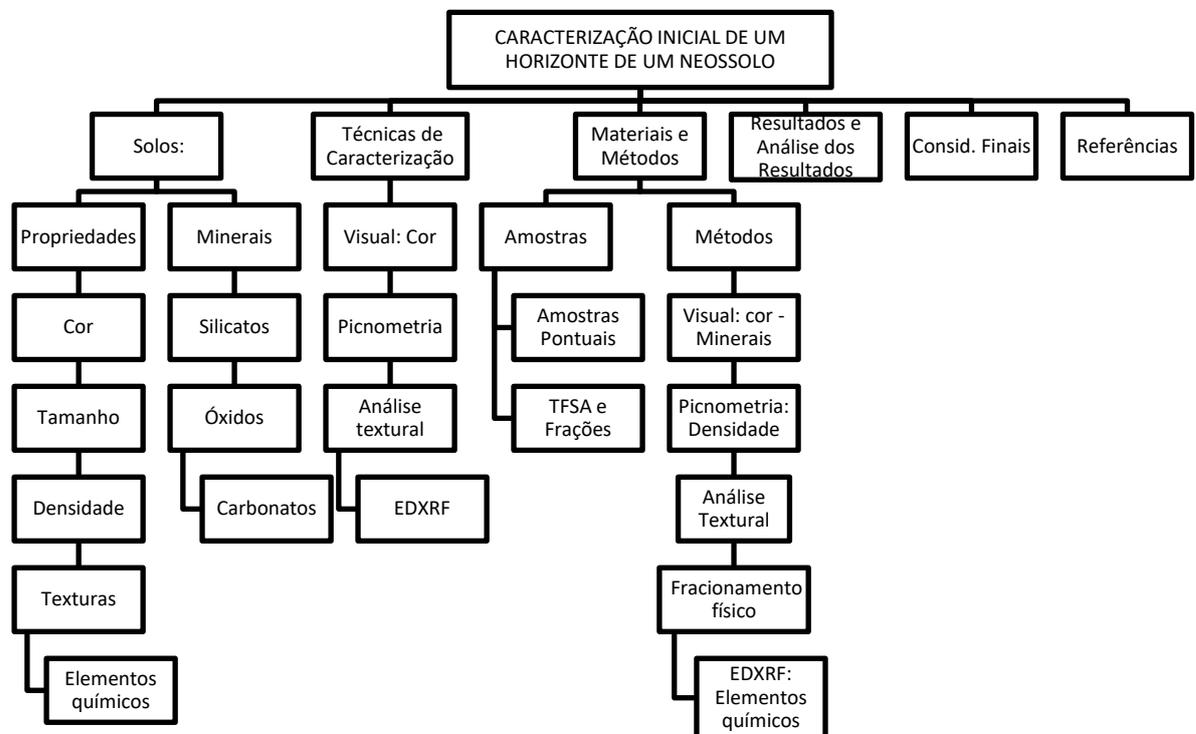


Figura 1: Organograma da apresentação do presente trabalho.

1 Fundamentação Teórica: Solos

Este capítulo é dedicado a definição de solos, suas principais propriedades e os principais minerais que a compõem, como apresentado no organograma da Figura 1.1.

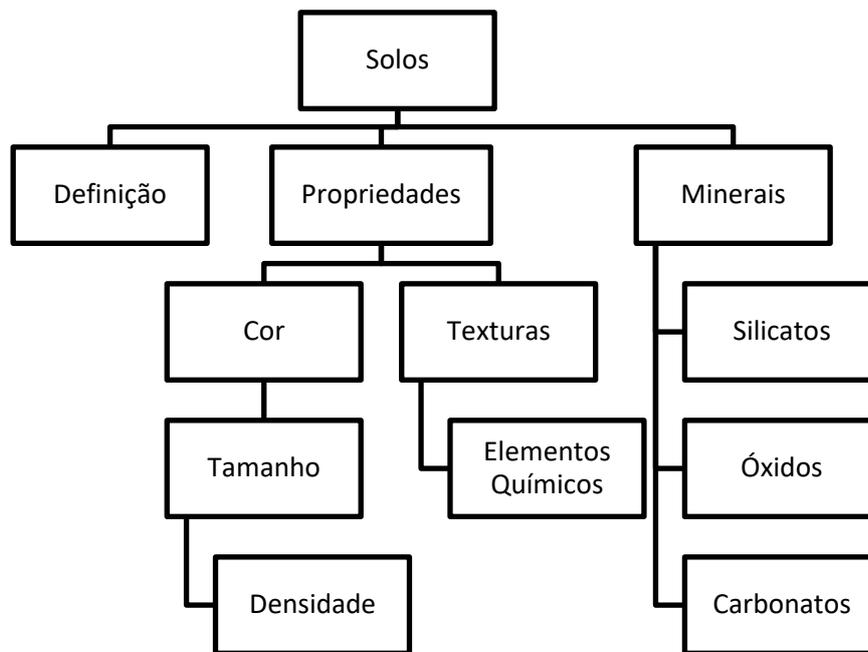


Figura 1.1: Organograma da estrutura de apresentação do Capítulo 1.

1.1 Definição

O termo solo vem do latim *solum* (que significa suporte, superfície) e faz parte da litosfera pertencendo à camada mais externa da superfície terrestre, a crosta terrestre. O conceito do solo pode depender da finalidade de uso ou da área do profissional. Desta forma, para um engenheiro agrônomo, o solo é um meio utilizado para agricultura e responsável em fornecer nutrientes para as plantações. Na Engenharia Civil, o solo é utilizado para servir como base das construções que suportam as solicitações de cargas. E para um pedólogo, o solo é um corpo que se desenvolve na natureza de acordo com tempo e vários fatores ambientais, por exemplo, material de origem, condições climáticas e a localidade [4].

O perfil de um solo (Figura 1.2) forma-se devido à decomposição das rochas que ocorre pelo intemperismo¹, às rochas sofrem degradação provocada pela natureza, tornando

¹ Segundo Professora Mayara Cardoso: “Intemperismo Físico: Degradação da rocha por meio de processos físicos, sem alteração da sua composição química. Intemperismo Químico: conjunto de reações químicas que alteram os minerais que compõem as rochas”. Fonte: <https://www.infoescola.com/geografia/intemperismo/>.

partículas de tamanhos cada vez menores, formando a fração mineralógica; no topo do perfil ocorre o acúmulo da fração orgânica formada pela decomposição dos animais e das vegetações. E, ao longo do tempo o perfil sofre constantes modificações onde as camadas do solo tornam-se mais definidas em relação às suas propriedades e ocorre a formação de diferentes horizontes² (O, A e B) [5].

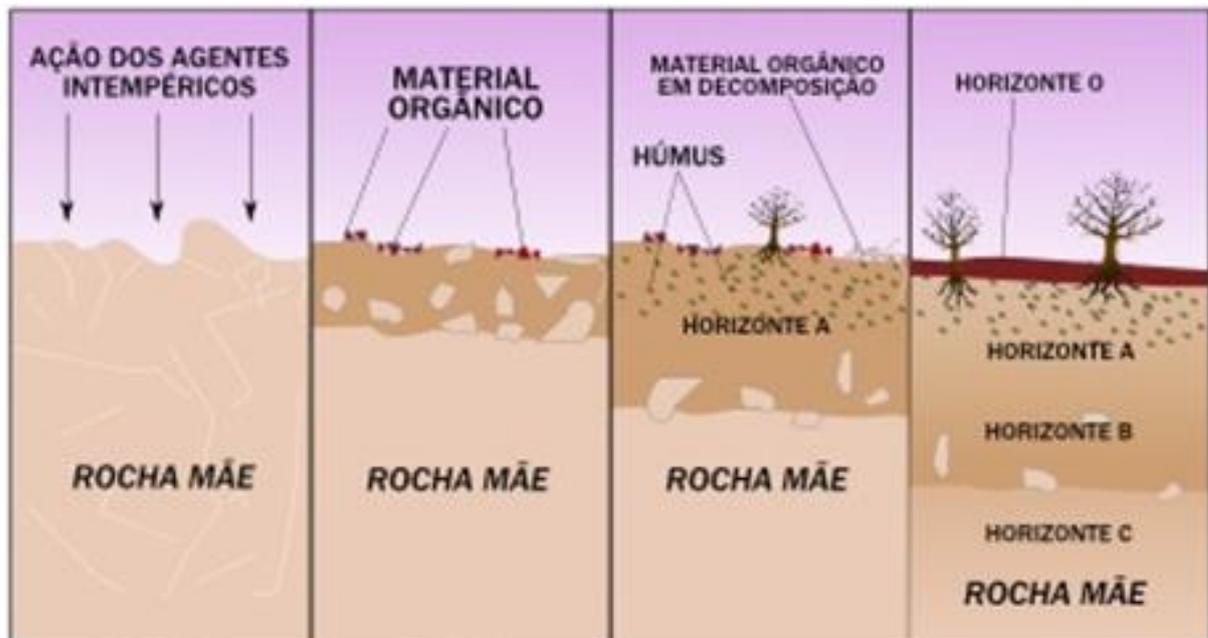


Figura 1.2: Desenho esquemático apresentando a formação de um perfil de um solo: a rocha mãe sofre degradação formando os minerais, enquanto na superfície ocorre o acúmulo de matéria orgânica, e com as constantes modificações no solo tornam-se definidas formando os horizontes [5].

O solo é um sistema trifásico, isto é, possui fase sólida representada pelos minerais e matérias orgânicas; fase líquida representada pela água que infiltra no solo carregando diversas substâncias; e fase gasosa representada pelo ar, vapor da água e outros gases [6]. A proporção das fases varia conforme as modificações sofridas ao longo do tempo. No entanto, a metade do que é denominado solo, geralmente é composta de vazios, chamados de poros, preenchidos pela água e/ou pelos gases de formas alternadas no tempo (Figura 1.3). E, a outra metade é composta de materiais sólidos divididos entre minerais em maior quantidade, e matérias orgânicas em menor quantidade. Fases estas indicadas em porcentagem na Figura 1.4 [5].

² O horizonte é o nome dado às camadas do solo, aproximadamente paralelas à superfície e sobrepostas. Estes foram formados em decorrências da ação de um conjunto de fenômenos biológicos, físicos e químicos, e que se organiza formando camadas que compõem o solo. Fonte: LEPSCH, Igo F. **Formação e Conservação dos Solos**. São Paulo: Oficina de Textos, 2002.

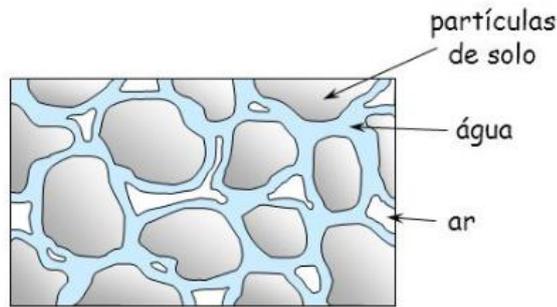


Figura 1.3: Representação dos poros preenchidos por ar e água [5].

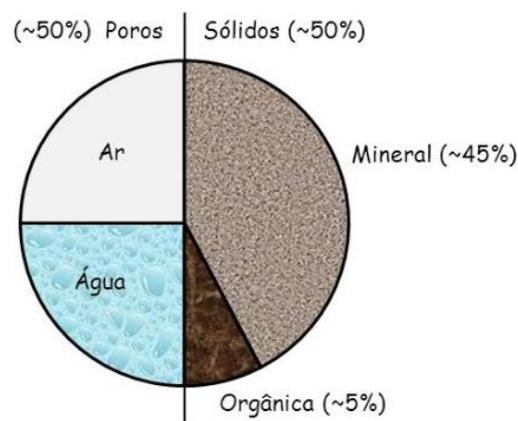


Figura 1.4: Representação da composição das fases de um solo [5].

1.2 Propriedades do solo

Nesta seção, serão apresentadas algumas propriedades do solo, enquanto no Capítulo 2 serão abordados os procedimentos utilizados para obtenção destas propriedades. Algumas propriedades apresentadas aqui são fundamentais para muitas áreas de estudo da Ciência do solo tais como: a sua cor, textura e sua densidade; bem como, são pré-requisitos para a determinação de outras propriedades físicas e químicas como a densidade de partículas do solo e análise elementar feita por meio da espectroscopia de Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia (EDXRF) que facilitam a caracterização deste material em termos de elementos químicos.

A caracterização de solos pode ser dividida em três grupos: análises físicas, análises químicas e análises mineralógicas. A seguir, apresenta-se na Tabela 1.1, apresentam-se algumas propriedades que são obtidas por meio destas análises [7].

Tabela 1.1: Exemplos dos tipos de análises realizadas em solos e a respectiva propriedade que se obtêm. Tabela adaptada da Referência [7].

Tipo de análise	Propriedade obtida
Análise física	Umidade Porosidade Densidade Plasticidade Permeabilidade Capacidade de saturação Compacidade
Análise química	PH Acidez Elementos químicos
Análise mineralógica	Constituição mineral Estrutura cristalina

No início deste capítulo, foram apresentadas algumas formas do uso de solos, sendo necessário identificar diferentes composições e verificar se é apropriado para determinadas atividades. Portanto, as diferentes formas de análises das propriedades do solo tornam-se complementares e auxiliam na obtenção de melhores indicações de uso e as adaptações necessárias para a utilização do solo pelo Homem.

Este trabalho foi desenvolvido baseando-se na importância de caracterizar o material em análise, juntamente com a do aprendizado em manusear diversas técnicas experimentais, bem como a interpretação dos resultados por estas obtidas pelo autor do presente trabalho.

As propriedades do solo analisadas neste trabalho são aquelas referente à sua cor, tamanho de partículas, densidade, texturas e elementos químicos que a compõem. Apresentam-se tais propriedades nas Subseções de 1.2.1 a 1.2.5.

1.2.1 Cor

A cor do solo é a primeira propriedade facilmente identificada, muitas vezes a análise visual é suficiente. É o primeiro indicador das propriedades de um solo, principalmente dos elementos químicos presentes. A partir desta informação, têm-se os indícios sobre os minerais presentes e sobre a concentração de materiais orgânicos que o compõem [8].

A coloração escura do solo indica concentração da decomposição de materiais orgânicos, geralmente relacionados ao horizonte A de um perfil; já a coloração vermelha indica concentração de óxidos de ferro e indica a boa drenagem de água e aeração no solo, indicando presença de minerais como hematita; a coloração amarelada é semelhante à condição da coloração avermelhada, possuindo grau de aeração inferior, indicando presença

de oxidróxido de ferro (goethita) (Figura 1.5); a coloração acinzentada indica solos que se tornam saturada mais facilmente com a água e indica presença de ferro que sofreu redução. Logo, os solos com cores mais claras indicam a ausência ou baixa concentração dos minerais e matérias orgânicas, pois são fatores que dão cor aos solos. Assim, em solos claros ocorre a predominância apenas de minerais como quartzo e caulinitas [9, 10, 11]. Os minerais citados estão apresentados na Seção 1.3.

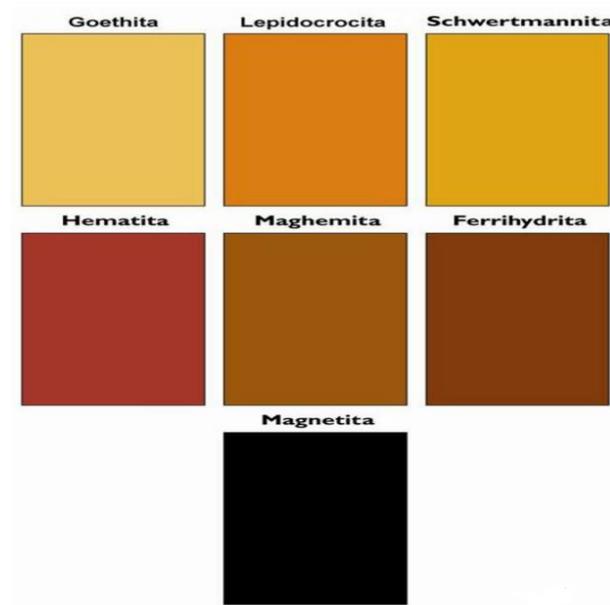


Figura 1.5: Cores característicos de óxidos de Fe [12].

Vejamos na próxima subseção a influência do tamanho da partícula na caracterização dos solos.

1.2.2 Tamanho de partícula

As partículas, composta de materiais de diversos tamanhos diferentes formam o solo e consolidando a sua estrutura. Sendo esta, uma das informações fundamentais para compreender as propriedades e o comportamento do solo [2].

O intemperismo é responsável pela decomposição dos materiais, provocando a redução dos tamanhos, resulta no aumento da área de contato, conforme ilustrado na Figura 1.6, e, conseqüentemente, permite maior intemperismo químico, resultando em outras alterações nas propriedades do solo até tornarem-se mais definidas [3].

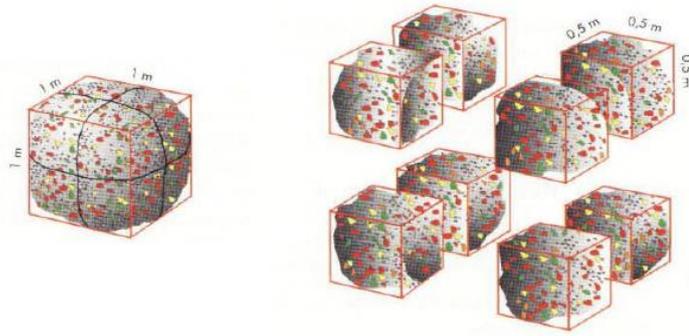


Figura 1.6: Imagem ilustrativa da fragmentação do solo resultando em aumento da superfície ($0,5 \text{ m}^3$ para 1 m^3). Figura adaptada da Referência [3].

Os materiais sólidos do solo são classificados por tamanho do diâmetro. Para atividades de engenharia geotécnica³ está em vigor a NBR 6502:1995 – Rochas e solos. A Tabela 1.2 apresenta o intervalo dos tamanhos para sua classificação [13].

Tabela 1.2: Classificação dos tamanhos dos sólidos contidos em amostras de solos. Tabela adaptada da Referência [13].

Tamanho	Classificação
20 cm a 1 m	Matacão
6 cm a 20 cm	Pedra-de-mão
2 mm a 6 cm	Pedregulho
6 μm a 2 mm	Areia
2 μm a 6 μm	Silte
Menor que 2 μm	Argila

Existem diversas classificações e subclassificações em relação ao tamanho de partículas, sendo que o intervalo de tamanhos mais importante é chamado de Terra Fina Seca ao Ar (TFSA), que são partículas de tamanhos inferiores a 2 mm de diâmetro. Este é o resultado do intemperismo sofrido pelo solo ao longo do tempo, que faz com que a TFSA seja composta pela mistura de areia, silte e argila. Estas são consideradas como parte dos materiais mais estáveis e responsáveis pelas propriedades físicas, químicas e mineralógicas do solo [2, 3].

A Tabela 1.3 apresenta a classificação dos tamanhos das partículas da TFSA segundo a Sociedade Brasileira de Classificação dos Solos (SBCS), Associação Brasileira de Normas e Técnicas (ABNT), Sociedade Internacional de Ciências dos Solos (ISSS, do inglês

³ Ramo da Geologia e Engenharia Civil. Fonte: https://pt.wikipedia.org/wiki/Engenharia_geot%C3%A9cnica.

International Society of Soil Science) e do Departamento de Agricultura dos Estados Unidos (USDA, do inglês *United State Department of Agriculture*) [13, 14].

Tabela 1.3: Classificação do tamanho das partículas do solo, segundo órgãos governamentais. Tabela adaptada das Referências [12 e 13].

Tamanho de Partículas (µm)							
SBCS		ABNT		ISSS		USDA	
						Areia muito grossa	2000-1000
Areia grossa	2000-200	Areia grossa	2000-600	Areia Grossa	2000-200	Areia grossa	1000-500
		Areia média	600-200			Areia média	500-250
Areia fina	200-50			Areia Fina	200-20	Areia fina	250-100
						Areia muito fina	100-50
Silte	50-2	Silte	20-2	Silte	20-2	Silte	50-2
Argila	<2	Argila	<2	Argila	<2	Argila	<2

Apresenta-se na próxima seção a propriedade de densidade de partículas que normalmente compõem o solo.

1.2.3 Densidade de partículas

O solo sofre modificações constantemente, forma diferentes horizontes definidos fisicamente e quimicamente. Porém, não é um material totalmente uniforme, pois são formados por materiais de inúmeros tamanhos e propriedades diferentes, podendo variar pontualmente. Além disso, os solos possuem espaços vazios variados. No estudo dos minerais, utiliza-se a densidade de partículas do solo que é a relação entre a massa do solo seco e o volume das partículas do solo, onde se considera apenas as partes sólidas. A medida é realizada por meio da média de densidade de todas as partículas. A densidade de partículas é considerada igual tanto em estado seco e/ou úmido [15].

A densidade de partículas também está relacionada à sua composição química e o tamanho de suas estruturas. Sendo proporcional aos átomos de maior peso atômico que formam as partículas e inversamente proporcional aos tamanhos das estruturas. Na Tabela 1.4 apresentam-se alguns exemplos de densidades de partículas. A densidade do solo pode ser utilizada como um indicador de composição mineralógica e orgânica do solo. Por exemplo, o quartzo possui densidade de $2,65 \text{ g/cm}^3$, desta forma, os solos com densidade de partículas mais próximas a este valor tendem a ser arenoso por se tratar da principal composição da areia, ao contrário dos solos com mais matéria orgânica que tendem a ter valores menores [16, 17].

Tabela 1.4: Valores de algumas densidades de partículas, da composição de solos e a fórmula orgânica destes compostos. Tabela adaptada da Referência [15].

Material	Fórmula	Densidade de partículas (g/cm ³)
Aragonita	CaCO ₃	2,95
Cerussita	PbCO ₃	6,55
Diamante	C	3,50
Grafita	C	2,20
Quartzo	SiO ₂	2,65
Feldspato	Si	2,60
Galena	PbS	7,50
Ouro	Au	19,3
Dolomita	CaMg(CO ₃) ₂	2,85
Barita	BaSO ₄	4,30

Na próxima subseção apresenta-se a propriedade relativa à textura do solo, que está associada à técnica de granulometria.

1.2.4 Textura do solo

Trata-se de uma análise física e geralmente é uma das primeiras análises a ser realizada após a análise da cor. A granulometria é uma técnica experimental que consiste em analisar a distribuição dos tamanhos das partículas que formam um determinado material. Na área de solos recebe nome específico de análise textural e tem a finalidade de identificar a porcentagem de areia, silte e argila no intervalo de tamanho de partículas da TFSA (Tabela 1.3). Cada textura do solo possui uma finalidade melhor para sua utilização, portanto tornando-se uma propriedade de grande importância. E, há diversas formas de realizar a análise textural, isto depende da necessidade, agilidade e/ou precisão da técnica [6, 14].

Ao realizar a análise textural, pode-se classificar o solo utilizando o diagrama ternário de textura ou triângulo textural, mostrado na Figura 1.7, a sua classificação está de acordo com o sistema da SBCS [14].

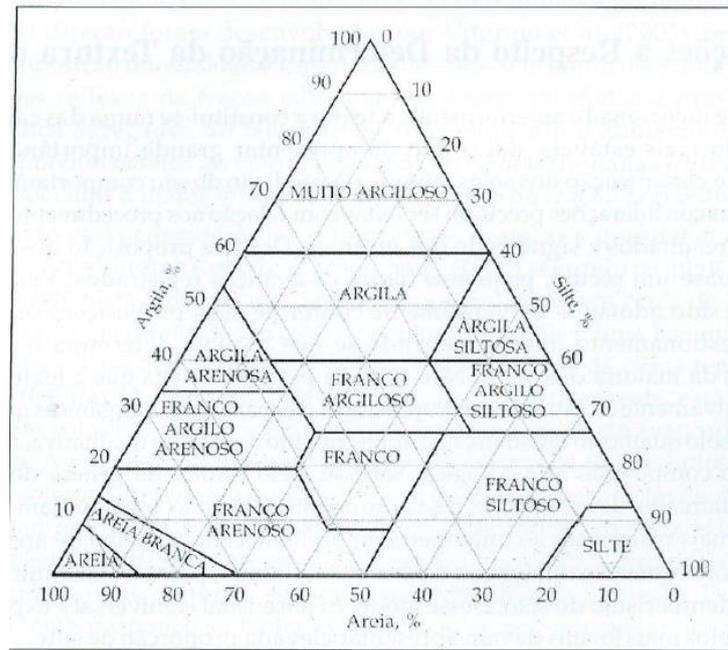


Figura 1.7: Triângulo textural utilizado para classificação do tipo de solo, segundo SBCS [14].

Os solos de texturas arenosas possuem resistências inferiores aos solos de outras texturas, possui índice de coesão baixa, e é altamente permeável. Desta forma, torna-se mais trabalhoso utilizar em construção, exigindo muitas vezes a utilização de estacas profundas para a fundação das construções. Já os solos argilosos, possuem capacidade de grande retenção de água e nutrientes, e mais resistente à erosão [15, 18]. A Tabela 1.5 apresenta algumas características que permite indicar o tipo de textura do solo.

Tabela 1.5: Algumas características de texturas do solo. Tabela adaptada da referência [18].

Textura	Consistência	Forma cubo?	Forma rolo delgado?	Forma anel?	Úmido	Seco
Arenoso	Muito granulenta	Não	Não	Não	Solto	Solto
Areia franca	Muito granulenta	Sim	Não	Não	Coesivo	Solto
Franco siltoso	Macio, pó fino	Sim	Sim	Não	Saponáceo	Poeirento
Siltoso	Granulento e viscoso	Sim	Sim	Não	Saponáceo	Poeirento
Silto-argiloso	Suave e viscoso	Sim	Sim	Não	Firme	Pouco duro
Argiloso	Viscoso	Sim	Sim	Sim	Muito firme	Duro
Muito argilosa	Muito viscoso	Sim	Sim	Sim	Muito firme	Muito duro

Por fim, passamos a apresentar a última propriedade do solo deste trabalho, que é a dos elementos químicos que a compõem.

1.2.5 Elementos químicos

Os elementos químicos presentes nos materiais podem surgir de duas formas:

- Pelas rochas que formam o solo e pelas matérias orgânicas que são depositadas na superfície do solo;
- Pela sedimentação, em que ocorre o transporte de materiais devido à própria movimentação do solo provocados pela natureza.

O interesse nos elementos químicos que fornecem os nutrientes é forte na área da agricultura. A seguir, são apresentados alguns elementos em ordem de importância e de abundância no Planeta [19], além do nitrogênio e oxigênio:

- O silício (Si) é o segundo elemento químico mais abundante no solo depois do oxigênio, visto que o solo é formado praticamente pelos minerais de silicatos ou silicatos de alumínio. O silício é classificado como elemento benéfico na agricultura, auxilia no crescimento e produção das plantas. É um dos principais constituintes dos argilominerais, e os solos brasileiros possuem alto grau de intemperismo apresentando teor de silício entre 5 e 40%, encontrado praticamente em forma de opala e quartzo [20].
- O alumínio (Al) é considerado o terceiro elemento químico em abundância no solo, são encontrados nos minerais criolitanos meios dos *feldspatos*⁴, em caulim⁵, argilas e aluminossilicatos. Em minerais primários são encontrados nos *feldspatos*, plagioclásios⁶, micas e outros; em minerais secundários encontram-se em gibbsita⁷ e outros óxidos hidratados: caulinita, montmorilonita, ilita, variscita; e outros fosfatos de alumínio [19].

⁴ Feldspato ((K, Na Ca) (Si, Al)₄ O₈): Do alemão *feld*, campo; e *spat*, uma rocha que não contém minério. É de uma família de minerais, do grupo dos tectossilicatos, constituintes de rochas que formam cerca de 60% da crosta terrestre. Fonte: <https://pt.wikipedia.org/wiki/Feldspato>.

⁵ Caulim deriva de *Kauling*, palavra chinesa que significa “colina alta”, pois é originário da colina de Jauchau Fu (Norte da China). É um minério composto de silicatos hidratados de Al, como a caulinita e a haloisita. Utilização na fabricação de cerâmicas, tintas, papel, etc. Fonte: <https://pt.wikipedia.org/wiki/Caulim>.

⁶ É uma importante série de tectossilicatos da família dos feldspatos. A designação não se refere a um mineral com uma composição química específica, e sim de a uma série de soluções sólidas, mais conhecida como a série da plagioclase - do grego para "fratura oblíqua" devido aos seus dois ângulos de clivagem. Fonte: <https://pt.wikipedia.org/wiki/Plagioclase>.

⁷ Do grego significa gesso. Sulfato de cálcio hidratado. Fonte: <https://pt.wikipedia.org/wiki/Gipsita>.

- O quarto elemento químico em abundância é o ferro (Fe), praticamente, todas as rochas e solos possuem ferro em sua composição. Encontrados como hematita (minério de ferro vermelho, de composição Fe_2O_3), ou minério de ferro vermelho (Fe_2O_3), magnetita (minério de ferro magnético, de composição Fe_3O_4), ou minério de ferro magnético (Fe_3O_4), siderita⁸ (minério de ferro espático de composição FeCO_3) ou minério de ferro espático (FeCO_3) e pirita (FeS_2) [19].
- O titânio é o nono elemento mais abundante, origina-se das rochas ígneas e é encontrado na natureza como dióxido de titânio (TiO_2) em formas de: rutilo e de anatásio. Bem como nas de: ilmenita (óxido natural de ferro e titânio - FeTiO_3), em areia monazítica e na areia ilmenítica, e nos minérios de ferro [19].
- O manganês (Mn) é o 11º elemento em abundância, sendo encontrado em formas de óxidos, silicatos e carbonatos. O principal meio de extração do manganês é a pirulosita (MnO_2), e outras formas como manganita ($\text{Mn}_2\text{O}_3\text{H}_2\text{O}$), hausmanita (Mn_3O_4), sulfetos, carbonato e silicato de manganês [19].
- O enxofre (S) é o 16º elemento em abundância, com maior ocorrência nas rochas em formas de sulfatos. O enxofre é de grande importância quando aparece como nutrientes, e está em constante ciclo de reciclagem, o sulfato quando combinado com água são absorvidos pelas raízes das plantas, e estas plantas servem de alimentos para os animais, estes animais ou plantas quando morrem, devolve o enxofre para a natureza [21].
- O cálcio (Ca) está presente nas rochas ígneas como dolomita, calcita, apatitas. A baixa concentração de cálcio em solo geralmente indica solos mais ácidos, responsável pela lixiviação⁹ onde a água transporta o cálcio e é substituído por átomos de hidrogênio ou alumínio. É um elemento importante como nutriente [22].

Da mesma forma que o enxofre e o cálcio, o potássio (K) e o magnésio (Mg) são macronutrientes do solo, e origina-se das rochas de origem. O potássio está presente nos

⁸ Mineral trigonal do grupo da calcita. Fonte: <https://pt.wikipedia.org/wiki/Siderita>.

⁹ Dissolução e remoção dos constituintes de rochas e de solos pela ação de um fluido percolante. Fonte: <https://pt.wikipedia.org/wiki/Lixivia%C3%A7%C3%A3o>

minerais: ortoclásio, muscovita, biotita e leucita. Enquanto que, o magnésio nos minerais: emilita, vermiculita e montmorilonita [23, 24].

Assim, finalizamos a apresentação das principais propriedades dos solos, e em que área sua presença são mais importantes. A próxima seção trata da composição de minerais, que por sua vez fazem parte do solo.

1.3 Minerais

A mineralogia é o ramo da ciência que estuda as propriedades, as composições e a formas dos minerais [25]. Durante muito tempo a cristalografia foi considerada como assunto introdutório da mineralogia [26], atualmente é uma ciência independente devido aos grandes avanços ocorrido a partir da descoberta dos raios X (1895) e de sua utilização, principalmente na área da medicina e de materiais. Os materiais cristalinos se compõem de estruturas de rede que se repetem ao longo do material [27].

Os diferentes minerais que constituem partes das rochas e solos são resultados de diferentes interações químicas e físicas, e são estruturados de acordo com as condições de formação, como por exemplo, pressão, temperatura e o próprio local de formação.

Os minerais possuem diferentes critérios de classificação, os critérios mais utilizados são em relação à origem e composição química [28]:

- Critério de origem: classificam-se em minerais primários aqueles derivados da rocha mãe e os minerais secundários aqueles formados no próprio local, derivados dos minerais primários;
- Critério de composição química: classificam-se em silicatos (presença de Si), carbonatos (devido a presença do CO_3), óxidos (metal combinado com O), hidróxidos (óxidos contendo água ou hidroxila OH), sulfetos, elementos nativos (materiais puros) e outras classificações como: sulfetos, sulfossais, haloides, nitratos, boratos, fosfatos, sulfatos e tungstatos.

A distribuição dos minerais na TFSA, em geral possui a distribuição conforme a Figura 1.8, em que: na fração areia ocorre a predominância dos minerais primários silicatados, na fração silte a presença de minerais de todas as classes e na fração argila a predominância dos minerais secundários silicatados [29].

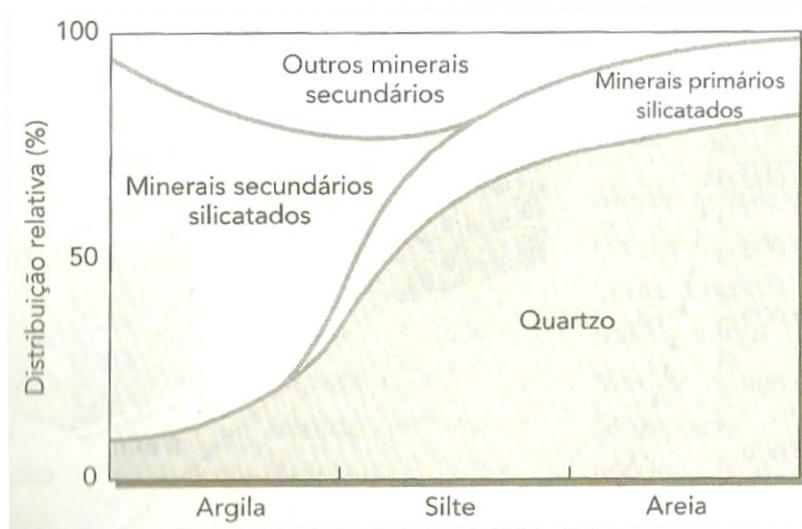


Figura 1.8: Distribuição relativa dos minerais nas frações da TFSA: Argila, Silte e Areia [29].

Muitos minerais são encontrados na natureza de diversas formas. Os minerais que possuem a mesma composição química e diferentes propriedades são chamados de materiais isomórficos. Isto se deve à forma de ligação entre os átomos, o que resulta nas propriedades dos minerais como: cor, dureza, densidade e a estrutura cristalina [30].

A seguir, são apresentados os minerais segundo o organograma da Figura 1.9, e foram escolhidos com base na composição mais provável do solo em estudo neste trabalho, que foi obtido por meio da análise elementar por EDXRF.

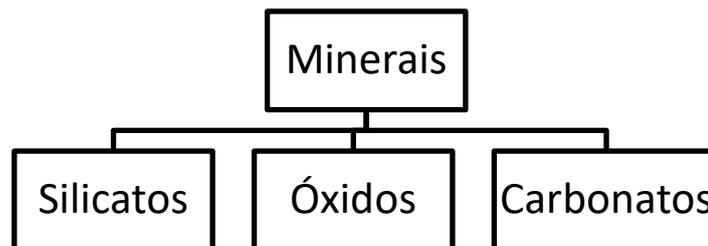


Figura 1.9: Organograma dos principais tipos de minerais do solo brasileiro, apresentados nesta seção.

1.3.1 Silicatos

Os silicatos pertencem à classe de minerais mais importantes, no qual 25% dos minerais conhecidos são desta classe e faz parte de 40% dos minerais mais comuns. São constituídos por tetraedros de silício que formam diferentes classes de silicatos, conforme apresentados na Tabela 1.6 em relação aos arranjos dos átomos de Si e O [30].

Tabela 1.6: Classe do silicato os arranjos atômicos de tetraedros [30].

Classe	Arranjo dos átomos ligados a tetraedros de Silicatos (Si_xO_y)	Relação Si:O
Nesosilicatos	Grupos Isolados	1:4
Sorosilicatos	Grupos Isolados de Duplos tetraedros	2:7
Ciclossilicatos	Silicatos em anéis, apresentando tetraedros ligados com Si_xO_{3x}	1:3
Inossilicatos	Cadeias simples	1:3
	Cadeias duplas	4:11
Filossilicatos	Folhas paralelas	2:5
Tectossilicatos	Estruturas tridimensionais	1:2

Uma das principais classes do silicato é o filossilicato, possui maior importância em relação às propriedades do solo que os demais silicatos, a maior parte dos filossilicatos pertence à classe dos minerais secundários. A caulinita é o mineral mais comum, sendo o principal constituinte do caulim ou argila, originado do feldspato. Outros minerais comuns são haloisita, muscovita, biotita e montmorilonita [31, 32], na Tabela 1.7 são apresentadas as informações destes minerais.

Tabela 1.7: Informações sobre filossilicatos: caulinita, biotita, haloisita, muscovita, montmorilonita e vermiculita. Sendo DRX – medidas de difração de raios X com radiação de Cu $K\alpha$, $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$. Tabela adaptada da Referência [33].

Nome	Fórmula	Composição (%)	DRX		
			I (%)	d (Å)	2 θ (°)
Caulinita	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	Al: 20,90 Si: 21,76 H: 1,56 O: 55,78	100	7,1539	12,37
			61,53	3,5769	24,89
			51,82	4,3612	20,36
Biotita	$\text{K}(\text{Mg},\text{Fe}^{++})_3[\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2]$	K: 9,02 Mg: 14,02 Al: 6,22 Fe: 6,44 Si: 19,44 H: 0,41 O: 43,36 F: 1,1	100	4,820	18,39
			40	4,34	20,45
			20	4,3	20,64
Haloisita	$\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$	Al: 20,90 Si: 21,76 H: 1,56 O 55,78	65	7,3	12,12
			100	4,42	20,09
			60	3,62	24,59
Muscovita	$\text{KA}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH},\text{F})_2$	K: 9,81 Al: 20,3 H: 0,46 O: 47,35 F: 0,95	100	3,32	26,83
			95	9,95	8,88
			55	2,57	34,88
Montmorilonita	$(\text{Na}, \text{Ca})_{0,3}(\text{Al},$	Na: 0,84	100	15	5,89

	$Mg_2Si_4O_{10}(OH)_2.n(H_2O)$	Ca: 0,73 Al: 9,83 Si: 20,46 H: 4,04 O: 64,11	2,93	5	17,74
			2,29	4,49	19,77
Vermiculita	$(Na, Ca)_{0,3}(Al, Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2.n(H_2O)$	Na: 0,84 Ca: 0,73 Al: 9,83 Si: 20,46 H: 4,04 O: 64,11	100	14,33	6,16
			17,03	2,39	37,55
			9,78	2,87	31,17

Os tectosilicatos são grupos de silicatos de maior importância volumétrica. E, são ainda divididas em subgrupos e séries de feldspato, quartzo, feldspatoide e zeólitas [30]. A Tabela 1.8 apresenta as informações dos minerais silicatos dos grupos tectosilicatos da família do quartzo mais comuns.

Tabela 1.8: Informações sobre os tectosilicatos. Sendo DRX – medidas de difração de raios X com radiação de Cu K α , $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$. Tabela adaptada da Referência [33].

Nome	Fórmula	Composição (%)	DRX				
			I (%)	d (Å)	2 θ (°)		
Quartzo	SiO ₂	Si: 46,74 O: 53,26	99	3,3426	26,65		
			20,8	4,2542	20,87		
			11	1,8174	50,15		
Tridimita		Si: 46,74 O: 53,26	Si: 46,74 O: 53,26	100	4,107	21,62	
				90	4,328	20,50	
				50	3,818	23,28	
Cristobalita			Si: 46,74 O: 53,26	Si: 46,74 O: 53,26	100	4,050	21,93
					20	2,485	36,12
					13	2,841	31,46

Dentro da classe dos minerais, apresenta-se o quartzo, uma vez que nas amostras estudadas é o principal constituinte.

- Quartzo

O mineral quartzo SiO₂ é o segundo mineral mais abundante na crosta terrestre, sendo mineral polimorfo de tridimita e cristobalita. Estes três minerais possuem duas configurações cada um, temperatura baixa (α) e temperatura alta (β). O quartzo- α é o mineral mais estável à temperatura ambiente [34].

O quartzo é formado por tetraedro de silício, possuindo quatro átomos de oxigênio ligado à um átomo de silício, como unidade fundamental (Figura 1.10 (a)) responsável pela formação das estruturas que compõe os minerais da classe dos silicatos, e esta formação das estruturas são explicadas pelas operações de simetrias estudadas na cristalografia [35]. A Figura 1.10 (b) apresenta o hábito (aparência externa geral) do quartzo- α .

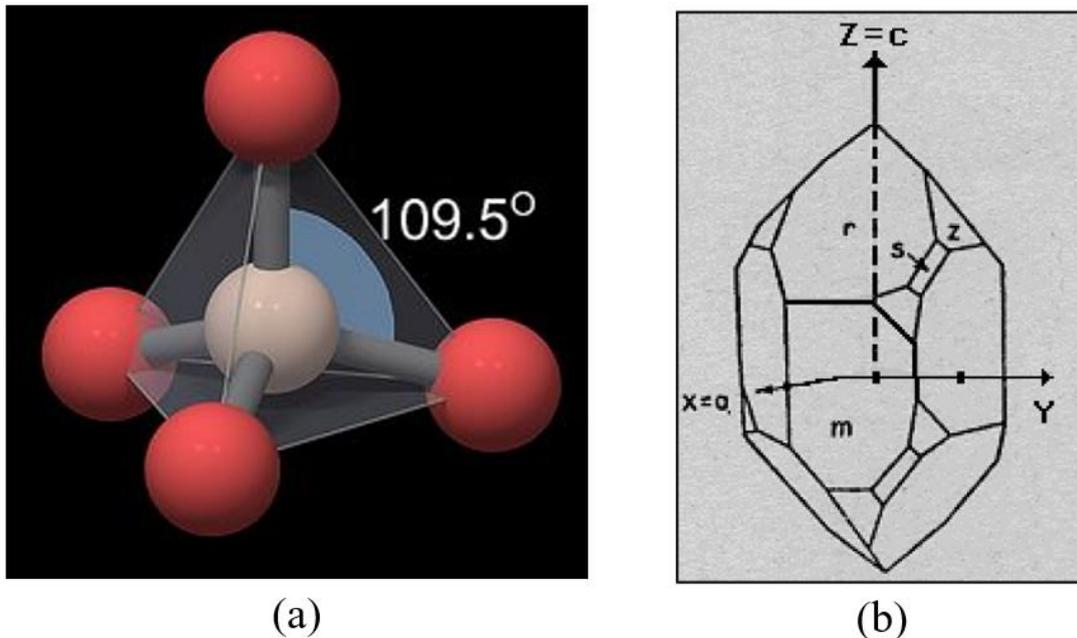


Figura 1.10: Ilustração do (a) tetraedro de Si com 4 O coordenados, unidade fundamental para formação dos silicatos [36] e (b) do hábito do quartzo- α [37].

A cristalografia pode ser dividida em [38]:

- Geométrica: por meio das propriedades geométrica que estudam as formas externas;
- Estrutural: por meio da difração de raios X que estudam as estruturas internas;
- Química: que realiza especialmente o estudo das ligações química existente entre os átomos; e
- Física: que estuda sobre o comportamento dos cristais relacionada à suas estruturas.

As estruturas formadas são classificadas em grupos espaciais que são formadas pela disposição dos átomos em forma de rede, formando planos utilizados para a determinação dos padrões característicos de difração [27].

As operações de simetrias em uma unidade fundamental explicam os planos cristalográficos que são constituídos por planos formados pelos átomos. O método de análise

mais adequado é a difração de raios X¹⁰, por meio da difratometria do pó, cada material cristalino possui um padrão característico de difração, que é dado em função do ângulo e das intensidades relativas dos picos difratados dos raios X. A Figura 1.11 apresenta o difratograma do quartzo- α [39].

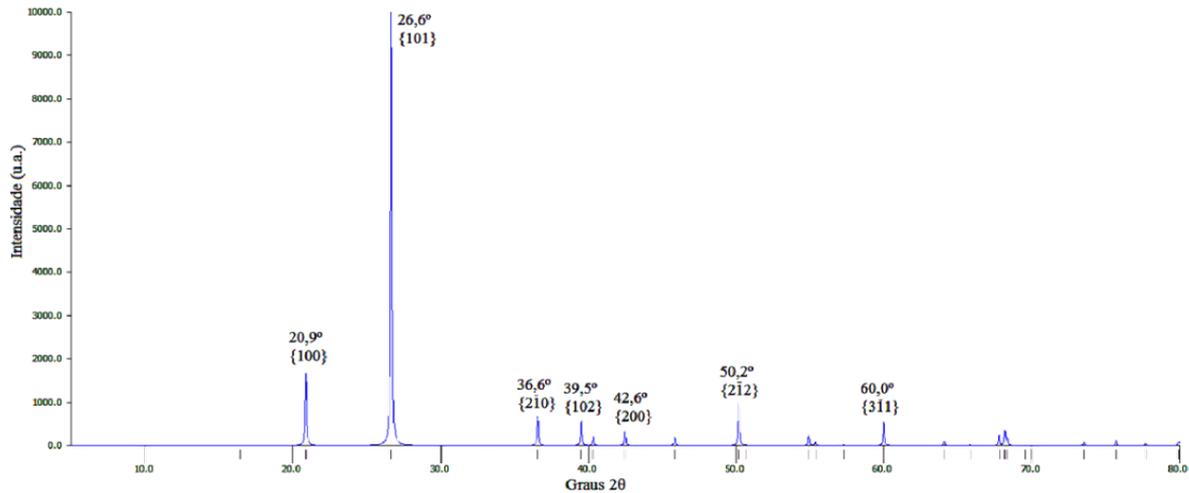


Figura 1.11: Difratograma de DRX pelo método do pó de um padrão de difração do quartzo para exemplificação, obtida pela simulação da técnica DRX pelo método do pó. [40].

Na próxima subseção apresenta-se a classificação mineral dos óxidos mais comuns.

1.3.2 Óxidos

Os minerais classificados como óxidos são divididos em: óxidos simples, óxidos múltiplos, óxidos com hidroxila e óxidos com hidróxidos [30].

Os óxidos mais comuns são os dióxidos de titânio, minério de ferro (hematita e magnetita), cromita, óxido de manganês (pirolusita, manganita e psilomelane), óxido de estanho (cassiterita) e óxido de alumínio (bauxita) [30]. A Tabela 1.9 apresenta informações sobre os minerais da classe dos óxidos.

¹⁰ Caracterização em andamento, mas não apresentado este trabalho.

Tabela 1.9: Informações sobre os óxidos. Sendo DRX – medidas de difração de raios X com radiação de Cu K α , $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$. Tabela adaptada da Referência [33].

Nome	Fórmula	Composição (%)	DRX		
			I (%)	d (Å)	2 θ (°)
Hematita	Fe ₂ O ₃	Fe: 69,64 O: 30,06	100	2,69	33,28
			60	1,69	54,23
			50	2,51	35,74
Corundum	Al ₂ O ₃	Al: 52,93 O: 47,07	100	2,085	43,36
			90	2,552	35,14
			80	1,601	57,52
Rutílio	TiO ₂	Ti: 59,94 O: 40,06	100	3,245	27,46
			50	1,687	54,34
			41	2,489	36,06
Anatásio	TiO ₂	Ti: 59,94 O: 40,06	100	3,510	25,35
			33	1,891	48,08
			22	2,379	37,78
Gibbissita	Al(OH) ₃	Al: 34,59 H: 3,88 O: 61,53	100	4,82	18,39
			40	4,34	20,45
			20	4,3	20,64
Goethita	α -FeO(OH)	Fe: 62,85 H: 1,13 O: 36,01	100	4,18	21,24
			30	2,69	33,28
			25	2,452	36,62

A próxima subseção é dedicada aos carbonatos.

1.3.3 Carbonatos

Os carbonatos dividem-se basicamente em dois grupos em relação à estrutura, estrutura romboédrica (calcita, dolomita e magnesita) e estrutura ortorrômbica (aragonita) [30]. As suas informações estão apresentadas na Tabela 1.10.

Tabela 1.10: Informações sobre os carbonatos. Sendo DRX – medidas de difração de raios X com radiação de Cu K α 1, $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$. Tabela adaptada da Referência [33].

Nome	Fórmula	Composição (%)	DRX		
			I (%)	d (Å)	2 θ (°)
Calcita	CaCO ₃	Ca: 40,04	100	3,035	29,40
		C: 12	18	2,095	43,14
		O: 47,96	18	2,285	39,40
Aragonita	CaCO ₃	Ca: 40,04	100	3,396	26,22
		C: 12	45,86	1,997	45,86
		O: 47,96	27,22	3,273	27,22
Dolomita	CaMg(CO ₃) ₂	Ca: 21,73	100	2,883	30,99
		Mg: 13,18	60	1,785	51,13
		C: 13,03	50	2,191	41,17
Magnesita	MgCO ₃	O: 52,06	100	2,742	32,63
		Mg: 28,83	45	2,102	42,99
		C: 14,25	35	1,7	53,89
		O: 56,93			

No próximo capítulo apresentamos as técnicas de caracterização que serão utilizadas na análise da amostra do solo.

2 Fundamentação Teórica: Técnicas de caracterização do solo

Neste capítulo, são apresentados três dos métodos de caracterização utilizados neste trabalho, a sua importância, os conceitos físicos envolvidos e a necessidade de realização. A primeira é a visual e qualitativa relacionada às cores e a teoria já foi apresentada na seção (1.2.1). Dentre as outras três, a picnometria tem como finalidade determinar a densidade de partícula, cuja informação é necessária para realizar a análise textural e fracionamento físico. A análise elementar por espectroscopia de fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF) reduz os minerais a serem verificados nos materiais. Este capítulo está estruturado conforme apresentado no organograma da Figura 2.1.

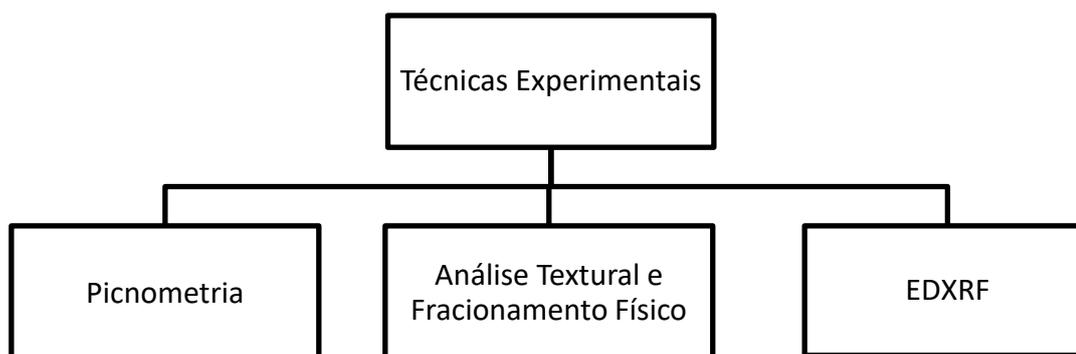


Figura 2.1: Organograma da apresentação deste capítulo sobre as técnicas de caracterização utilizadas na obtenção dos resultados deste trabalho.

2.1 Picnometria

O significado da picnometria vem da junção dos termos gregos: *puknon* (denso) + *metron* (medida), que compreende em obter a densidade dos corpos [42]. Este método teve como princípio a ideia de Arquimedes onde o material em análise provocava o deslocamento dos fluidos [43].

Na área da mineralogia, o interesse está nas partículas de solo que formam os solos. Para isto, utiliza-se a técnica da picnometria que consiste em determinar a densidade e o volume real das partículas que formam os solos [44]. A seguir, é apresentada a técnica da picnometria utilizando o gás Hélio (He).

O picnômetro a gás (no caso He) é um equipamento que consiste de vários compartimentos separados por válvulas, leitor de pressão, entrada e saída de gás, conforme ilustrado na Figura 2.2. Estes compartimentos possuem volumes conhecidos V_C (compartimento para a amostra) e V_R (compartimentos de referência).

O procedimento experimental consiste em injetar gás por uma entrada (A) situada ao lado esquerdo da válvula (S) (Figura 2.2), que preencherá os compartimentos de referência (V_R). Após a estabilização da pressão P_1 , fecha-se a entrada de gás e abre-se a válvula para o gás expandir em V_C onde localiza-se a amostra de volume V_P . Após o gás preencher os vazios¹¹ do material ocorrerá a estabilização da pressão P_2 [45].

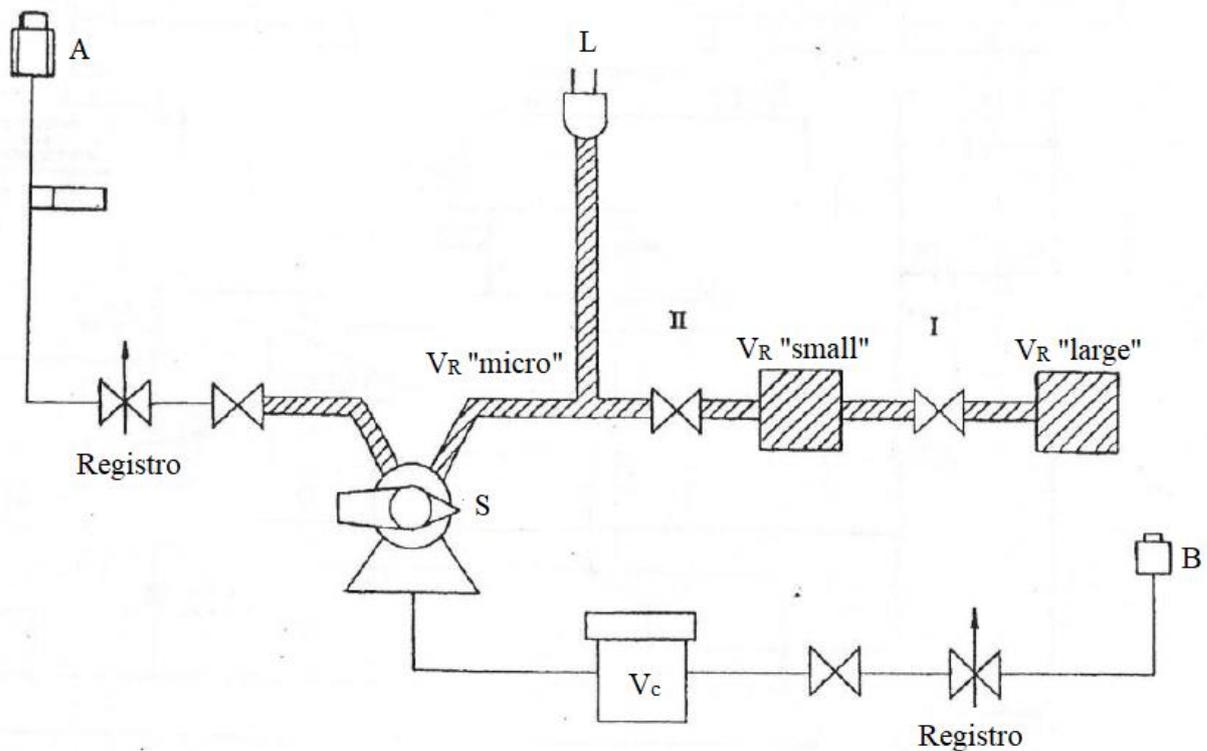


Figura 2.2: Desenho esquemático de um picnômetro a gás: V_C compartimento (porta amostra), V_R compartimentos de referências que dependem dos registros abertos, A entrada do gás, S válvula de expansão, B saída do gás e L leitor de pressão. Figura adaptada da Referência [45].

O seu funcionamento depende da variação de pressão do gás, entre os reservatórios de referência para o da amostra, analisando antes e após (em equilíbrio) a válvula de expansão ser aberta. O gás utilizado é um gás ideal, portanto as equações de estado para cada compartimento antes da abertura são dadas pela equação de Clapeyron (Eq. 2.1 e Eq. 2.2):

¹¹ A utilização do gás deve-se à facilidade dos átomos em preencher os vazios entre as partículas que compõem o solo.

$$P_a(V_c - V_p) = n_aRT_a, \quad (2.1)$$

$$P_1V_R = n_1RT_a, \quad (2.2)$$

em que: P_a , T_a e n_a são respectivamente, a pressão, temperatura e números de mol do ar, n_1 é o número de mol do gás injetado antes da abertura da válvula de expansão.

Após a abertura da válvula de expansão que divide os compartimentos e a estabilização da pressão, o gás estará preenchendo os dois compartimentos V_R e V_C onde a equação do estado é expressa pela Eq. 2.3 para verificar a variação da pressão:

$$P_2(V_c - V_p + V_R) = n_aRT_a + n_1RT_a, \quad (2.3)$$

admitindo $P_a \ll P_2$, chega-se a expressão do volume de partículas V_p , e dada pela Eq. 2.4:

$$V_p = V_c - V_R \left(\frac{P_1}{P_2} - 1 \right), \quad (2.4)$$

conhecendo a massa da amostra m_p utilizada, obtêm-se a expressão da densidade de partículas (Eq. 2.5):

$$\rho_p(\text{g/cm}^3) = \frac{m_p}{V_c - V_R \left(\frac{P_1}{P_2} - 1 \right)}. \quad (2.5)$$

A vantagem em utilizar o método de picnômetro a gás para determinar a densidade de partículas do solo é devido o material possuir vazios que podem ser ocupados pelo gás, e assim, determinar a densidade desejada com maior precisão sem que haja reação e nem a de umidificação. Geralmente, ocorre a utilização do gás Hélio por se tratar de gás inerte e possuir tamanhos de átomos menores o que facilita a entrada nos poros. Conhecendo o volume do solo por meio do picnômetro e sabendo a massa do solo utilizado obtêm-se a densidade [46].

Passamos agora a apresentar a técnica de análise textural.

2.2 Análise textural e fracionamento físico

A análise textural trata-se de uma análise granulométrica, cuja finalidade é realizar o estudo sobre a distribuição das dimensões das partículas de um solo. Nesta análise, verifica-se

o tamanho das partículas que formam a TFSA. O método mais utilizado é uma combinação dos métodos de peneiramento e sedimentação. Quando se trata de análise textural do solo, fica subentendido a verificação apenas dos teores da areia, silte e argila [13].

Neste trabalho, foi utilizado o método da pipeta conforme procedimento adotado pela Embrapa [7], com adaptações para solos arenosos que serão apresentadas na Seção 3.4.

O procedimento a ser adotado é por tamisação¹² seguido pela de sedimentação. Partindo da TFSA, primeiramente ocorre a separação da areia (partículas de maior tamanho) por tamisação, sobrando a suspensão de silte e argila. Na sedimentação, que é baseada na Lei de Stokes, separa-se para a análise uma porção de argila do restante da suspensão. Estes resultados vêm sendo bastante satisfatórios para concentração da suspensão de partículas de até 20 g/cm³, e também para as partículas das dimensões do silte (Tabela 1.4).

Na Lei de Stokes, analisada para uma partícula, deve ser considerada esférica, com velocidade terminal de queda constante e com as seguintes forças atuantes: da gravidade (\vec{P}_p), empuxo (\vec{E}) e arraste (\vec{F}_{at}), conforme indicado na Figura 2.3 [47].

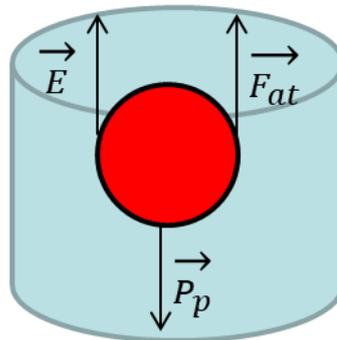


Figura 2.3: Imagem ilustrativa das forças atuando sobre uma partícula (em vermelho) dentro de um recipiente (em azul). Em que: \vec{E} é a força de empuxo, \vec{F}_{at} a força de arraste entre a partícula e o meio, e \vec{P}_p a força peso atuante na partícula. Figura adaptada da Referência [47].

O desenvolvimento a seguir, para obtenção da expressão para a velocidade terminal e em consequência do tempo de sedimentação foi baseado na Referência [47]. As forças atuantes na partícula (Figura 2.3) estão representadas pelas Eqs. 2.6 a 2.8:

$$\vec{P}_p = \rho_p V_p \vec{g}, \quad (2.6)$$

¹² Tamisação (Tamises – peneira de tramas de dimensões bem estreitas) ou peneiração é um método mecânico para eliminar aglomerados de materiais, bem como para determinar tamanho de grãos (granulometria). Fonte: <https://pt.wikipedia.org/wiki/Tamisa%C3%A7%C3%A3o>

$$\vec{E} = \rho_f V_p \vec{g}, \quad (2.7)$$

$$\vec{F}_{at} = \frac{1}{2} C_d A_c \rho_f v_r^2 \hat{j}, \quad (2.8)$$

em que: ρ_p é a densidade da partícula e V_p o seu volume, ρ_f é a densidade do fluido, C_d coeficiente de arraste, A_c a área característica de contato entre o fluido e a partícula, ρ_f densidade do fluido e v_r a velocidade relativa entre ambos. As definições de V_p e A_c , para uma partícula de diâmetro D_p são dadas pelas Eqs. 2.9 e 2.10:

$$A_c = \frac{(\pi D_p^2)}{4}, \quad (2.9)$$

$$V_p = \frac{(\pi D_p^3)}{6}, \quad (2.10)$$

em que coeficiente de arraste (C_d) é dado em função do número de Reynolds (Re_p), conforme Eq. 2.11, cujo número expressa a relação entre as forças de inércia e forças viscosas do fluido, avaliando a estabilidade de um fluxo e indicando o tipo de regime do fluxo (Figura 2.4).

$$C_d = \frac{24}{Re_p} \quad (2.11)$$

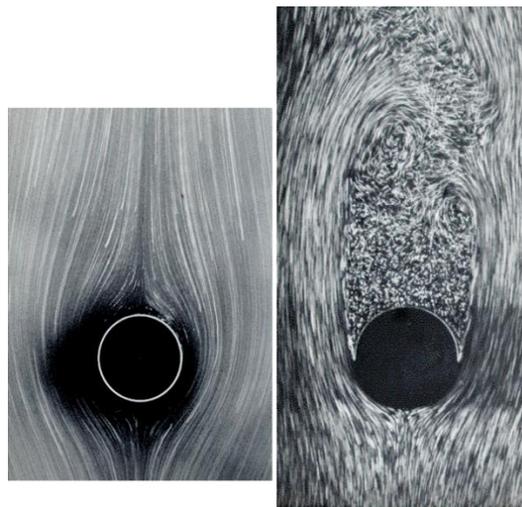


Figura 2.4: Imagem da diferença entre regime laminar (a) e turbulento (b) [47].

(a)

(b)

O regime laminar representa a partícula em sedimentação mais suave, o regime turbulento provoca perturbações em suas vizinhanças, e o coeficiente de arraste pode ser determinada pela Figura 2.5.

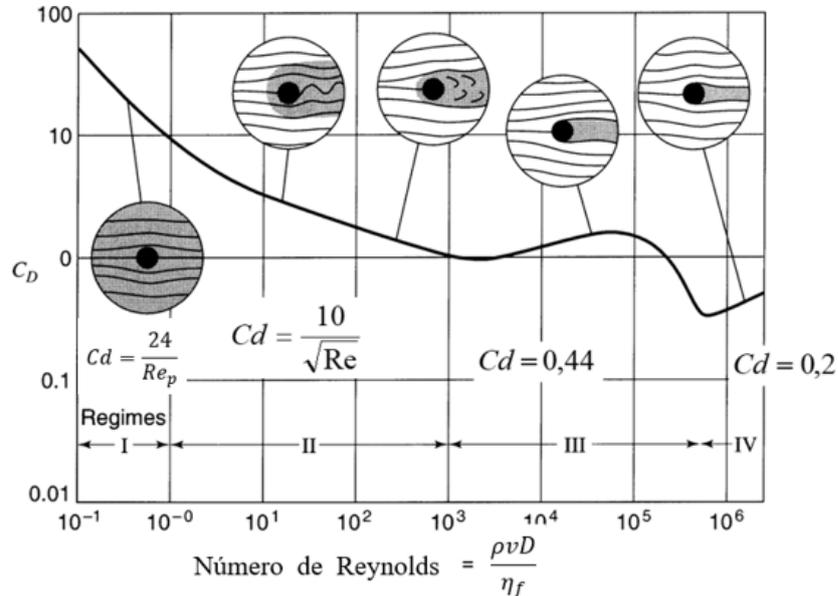


Figura 2.5: Representação gráfica dos regimes para o coeficiente de arraste C_d versus o número de Reynolds [45].

Sendo o número de Reynolds para um fluido com viscosidade η_f , representado pela Eq. (2.12):

$$Re_p = \frac{\rho_f v_r D_p}{\eta_f} \quad (2.12)$$

Considerando a segunda Lei de Newton ($\sum F = m a$), considerando a partícula em movimento vertical em precipitação com velocidade constante ($a=0$), conforme ilustrado na Figura 2.3

$$P_p - E - F_{at} = 0, \quad (2.13)$$

substituindo as Equações (2.6) a (2.8) em módulo e rearranjando os termos:

$$V_p g (\rho_p - \rho_f) = \frac{1}{2} C_d A_c \rho_f v_r^2, \quad (2.14)$$

obtem-se a equação para a velocidade relativa entre a partícula e o fluido (Eq. 2.13),

$$v_r = \frac{D_p^2 g (\rho_p - \rho_f)}{18 \eta_f}, \quad (2.15)$$

e, conhecida o tamanho do percurso na vertical (h), obtém-se o tempo que a partícula leva para a sedimentação (Eq. 2.14):

$$t = \frac{h 18 \eta_f}{D_p^2 g (\rho_p - \rho_f)}. \quad (2.16)$$

Esta expressão é aplicada na suspensão contendo as frações de silte e argila, indicando o tempo de sedimentação das partículas maiores. O nome método da pipeta é devido sua utilização para coletar uma porção de suspensão contendo apenas as partículas menores [7].

As expressões para determinar os respectivos teores são [7]:

$$T_{\text{areia}} = m_{\text{areia}} 5, \quad (2.17)$$

$$T_{\text{argila}} = (m_{\text{argila+dispersante}} - m_{\text{dispersante}}) 20, \quad (2.18)$$

$$T_{\text{silte}} = 100 - T_{\text{areia}} - T_{\text{silte}}, \quad (2.19)$$

em que o teor do silte é determinado pela diferença do teor de areia e argila.

A próxima seção trata-se da terceira técnica experimental utilizada neste trabalho, a de Espectroscopia por Fluorescência de Raios X. Há várias formas da técnica de espectroscopia de fluorescência de Raios X¹³: por dispersão de comprimento de onda, existente desde meados de 1960 baseado na Lei de Bragg; por dispersão de energia (a utilizada neste trabalho) que teve início com o surgimento de detectores semicondutores a base de silício e germânio em torno de 1970; por reflexão total descoberta por Compton em 1930; a induzida por radiação Síncroton e a com microsonda, estas duas últimas com resultados publicados a partir dos anos 2000.

¹³Um trabalho de revisão sobre estas variadas formas é o da referência: Santos, E. S. e co-autores. Enciclopedia Biosfera, 2013, Disponível no site: www.conhecer.org.br/enciclop/2013b/MULTIDISCIPLINAR/espectrometria.pdf

2.3 Espectroscopia por Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia (EDXRF)

Em 1895, Wilhelm Roentgen pesquisava os efeitos de luminescência produzida por raios catódicos e devido ao comportamento desconhecido¹⁴ chamou de raios X. Em 1913, Henry Gwyn Jeffreys Moseley estabeleceu a relação entre comprimento de onda dos raios X e os elementos químicos [48].

A técnica de espectroscopia por fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF ou EDS)¹⁵ é bastante utilizada para a determinação da composição química dos materiais. E, sua aplicação está em investigações de materiais em pesquisas básicas (na área das exatas e engenharias) em instituições de ensino superior, bem como em várias áreas como indústrias químicas, materiais eletrônicos, materiais de construção, suprimentos médicos, atividades agropecuárias, e pode ser aplicada em estudos com foco em meio ambiente para solucionar problemas de poluição e estudar os efluentes. Trata-se de uma técnica simples, rápida e não destrutiva, permitindo analisar os materiais em forma de sólidos, líquidos ou pó [48].

A técnica de fluorescência de raios X baseia-se na emissão de radiações de altas energias (tubo de raios X) na amostra e medir as intensidades das energias reemitidas por estes materiais por meio de um detector (Figura 2.6). Estas possuem energias características que indicam os elementos químicos presentes nas amostras [41].

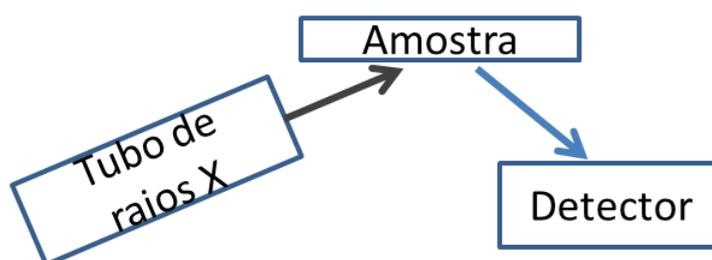


Figura 2.6: Desenho ilustrando as etapas da caracterização da amostra por meio da técnica de EDXRF. O tubo emite raios X que interage na amostra e emitem energias características para o detector que indica os elementos químicos. Figura adaptada da Referência [48].

O resultado captado no detector desta emissão é o espectro de raios X fluorescentes de certos elementos químicos. Portanto, quando os fótons provindos do feixe incidente de raios

¹⁴ O comportamento desconhecido tratava-se do efeito de luminosidade projetada nos objetos a uma certa distância, através dos tubos de Crookes, e este efeito foi observado acidentalmente. Fonte: <https://www.if.ufrgs.br/tex/fis142/raiosx/rxhist.html>

¹⁵EDXRF, do inglês *Energy Dispersive X-Ray Fluorescence*, ou simplesmente como EDS, do *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*.

X ao interagir com a matéria (amostra) podem entre muitos outros efeitos emitir raios X característicos ou contínuos. Normalmente utiliza-se o modelo atômico de Rutherford-Bohr, onde o núcleo atômico é cercado por elétrons distribuídos ao longo camadas energéticas diferentes (K, L, M, N). [51]

Resultado por emissão de raios X característicos: Quando os feixes de fótons são incididos na amostra, ocorre o espalhamento dos elétrons promovendo o deslocamento de outros elétrons entre as camadas do átomo (Figura 2.7). O processo da transição dos elétrons ocorre devido aos espaços livres criados, e estes tendem a ocupar estes espaços deslocando das camadas mais energéticas para as menos energéticas com liberação de energia. E, para cada átomo de um elemento ocorre a emissão de energia características já conhecidas [51]. Por exemplo, na Figura 2.7, o fóton incidente (seta preta) transfere energia para o elétron (em verde) da camada K, este é ejetado e libera um espaço (vacância). E, o elétron da camada L em vermelho, decai para a camada K e este processo de decaimento é acompanhado pela emissão de um fóton com energia $K\alpha$, que é igual a energia de ligação do elétron da camada K menos a energia de ligação do elétron da camada L. O mesmo ocorre para os demais feixes incidentes (fótons) e elétrons em camadas envolvidas representados em amarelo na Figura (2.7), fornecendo as energias em destaque. Devido a esta diferença de energia os fótons emitidos são chamados de característicos.

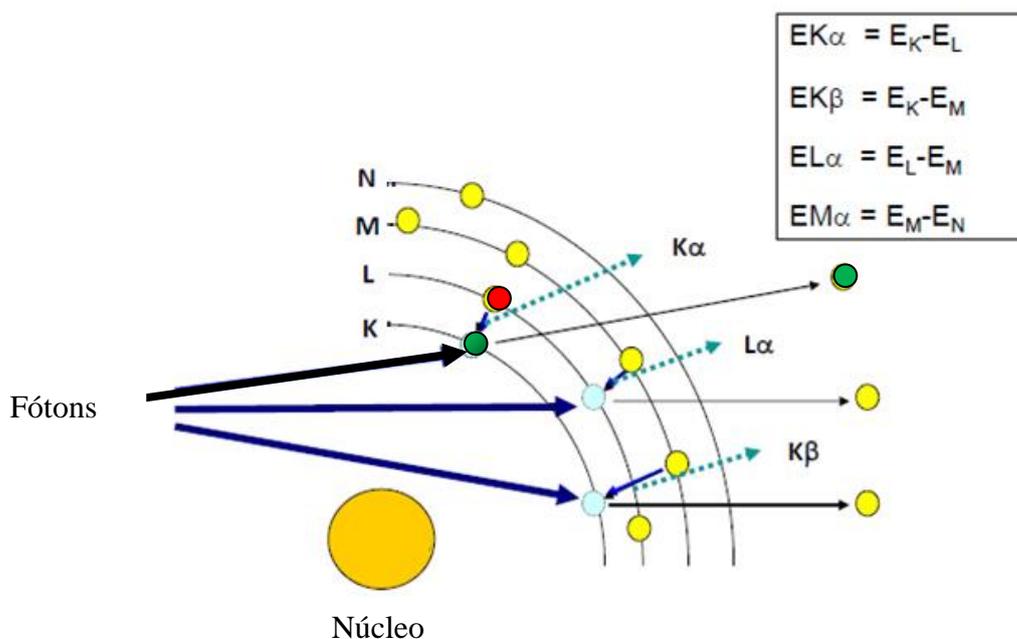


Figura 2.7: Imagem esquemática indicando o processo físico que ocorre na técnica de EDXRF. Em que: o feixe de raios X (fótons) incidente (representados pelas setas) na amostra: K, L, M, N são as camadas de energia ocupadas, da menos energética para a mais energética, respectivamente; os índices α e β são referentes as energias emitidas. Figura adaptada da Referência [48].

A Tabela 2.1 apresenta as energias características em função do deslocamento ocorridos, o primeiro índice (K, L, M) indica a camada ocupada e o segundo índice (α , β) indica a quantidade de camadas deslocadas [48].

Tabela 2.1: Energias características dos elementos na EDXRF. Tabela adaptada da Referência [49].

Massa atômica (Z)	Elemento	K α (keV)	L α (keV)
13	Al	1,486	
14	Si	1,740	
20	Ca	3,692	0,341
22	Ti	4,512	0,452
26	Fe	6,405	0,705

O número atômico do núcleo (Z) está relacionado matematicamente com a frequência dos raios X característico, pela Lei de Moseley¹⁶. Esta Lei é representada pela Eq. (2.20) em que as constantes k_1 e k_2 está diretamente relacionada as linhas espectrais de emissões mais intensas dos átomos, conhecida como K α [50]:

$$\sqrt{f} = k_1(Z - k_2) . \quad (2.20)$$

Vejamos a seguir, sobre os resultados da emissão de raios X contínuos.

Resultado por emissão de raios X contínuos [51]: Ainda utilizando o modelo atômico, mas agora embasando o efeito na de emissão de radiação da teoria envolvida nesta técnica que é a radiação de freamento¹⁷ (*bremsstrahlung*), onde temos que um fóton incidente emitido pela fonte de Raios X ao aproximar-se do núcleo do elemento constituinte, vai ser por ele atraído, sendo desacelerado mudando sua trajetória. O fóton incidente que antes possuía uma grande energia cinética, ao ser freado, diminui e parte desta energia é emitida em forma de raios X da amostra. Esta radiação é chamada de radiação de freamento (freamento) (Figura 2.8).

¹⁶ É uma lei empírica relativo a raios X característicos emitidos pelos átomos. Descoberta pelo Físico Britânico Henry Moseley e publicada em 1914. fonte: <https://www.britannica.com/science/Moseleys-law>. Um histórico interessante sobre a biografia da descoberta de Henry pode ser vista no endereço: https://www.youtube.com/watch?v=MINwd_UcGsg.

¹⁷ Palavra de origem alemã: *Bremsen* = frear e *Strahlung* = radiação. Freamento ou também conhecido como freamento.

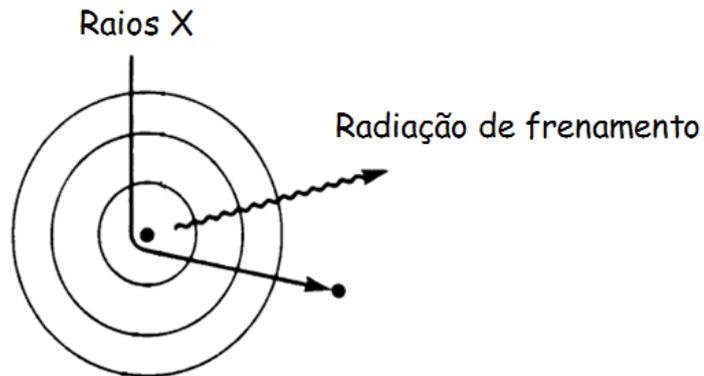


Figura 2.8: Imagem ilustrativa sobre a emissão de fóton de raios X contínua: o fóton do Raios X incidente ao ser desviado pelo núcleo atômico provoca um freamento diminuindo sua energia cinética que emite uma radiação [48].

A diferença entre os raios X característicos e o contínuos, é que o primeiro possui sua energia ligada diretamente ao número atômico dos elementos que compõe a amostra, e o contínuo são úteis para fornecer o fundo observado em espectros de fluorescência de raios X [51].

Neste trabalho, obtém-se como resultado somente a do tipo característico, que será apresentado no Capítulo 4.

3 Materiais e Métodos

Neste capítulo apresenta-se o material de estudo e os métodos utilizados para realizar as análises e a interpretação dos resultados. Praticamente toda preparação das amostras e as análises foram realizadas nos laboratórios do Grupo FASCA (Física Aplicada a Solos e Ciências Ambientais) da UEPG, exceto a determinação da densidade pela técnica de Picnometria. Este capítulo está estruturado conforme apresentado no organograma da Figura 3.1.

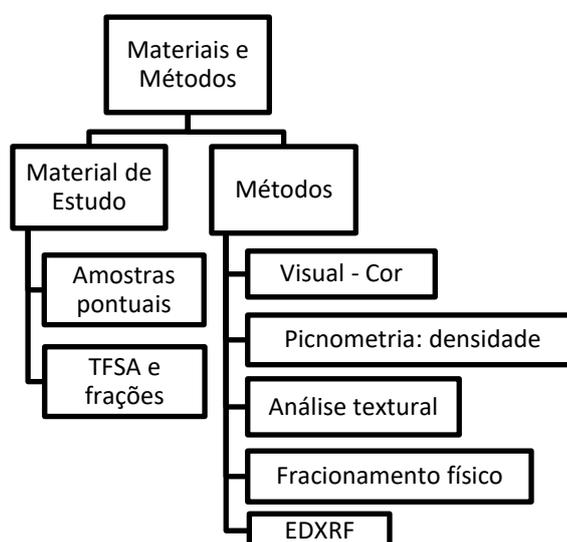


Figura 3.1: Organograma de apresentação do Capítulo 3.

3.1 Material de estudo

O material de estudo é identificado como Neossolo Flúvico, coletado na região rural de Baliza-GO, fornecido pelo grupo da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás. Os neossolos são solos conhecidos como “solos jovens”, e possuem pouco desenvolvimento genético com ausência do horizonte B definido. Ao termo flúvico se refere a solos aluviais provenientes de sedimentações, isto é, foi formado pela movimentação de solos de outros locais [52, 53]. Este solo está localizado no nível mais baixo em relação à posição dos outros solos que compõem a paisagem da localidade. A Figura 3.2 ilustra um exemplo de formação do solo da mesma classe do estudado neste trabalho.

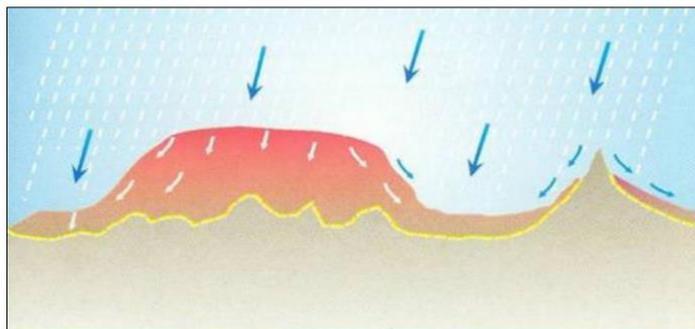


Figura 3.2: Imagem ilustrativa sobre a formação de um Neossolo Flúvico. Figura de [54].

O solo em análise originou-se de uma região na qual foi realizado um estudo sobre a recuperação e monitoramento de uma área prejudicada pela pecuária, os problemas estão relacionados com a compactação do solo pelos animais, ao clima tropical da região (ocorrência constante de chuva) e à característica do solo (textura arenosa), o que intensificava os efeitos de erosão, chamado de voçoroca (do tupi-guarani, rasgar chão) [52-53]. Trata-se apenas do horizonte C3, horizonte onde ocorre a transição com a rocha mãe, sendo assim o material deve fornecer propriedades semelhantes do local de origem.

A primeira etapa da preparação da amostra foi coletar aproximadamente 5 g de amostras de solo em porções oriundas da amostragem de solo disponível (Figura 3.3), e diferenciando-a pela coloração. Sendo as seguintes cores possíveis de diferenciação: branca, amarela, marrom e a região com pontos de cor vermelha, sendo nomeado respectivamente neste trabalho como: Amostra 1, Amostra 2, Amostra 3 e Amostra 4 (Tabela 3.1).

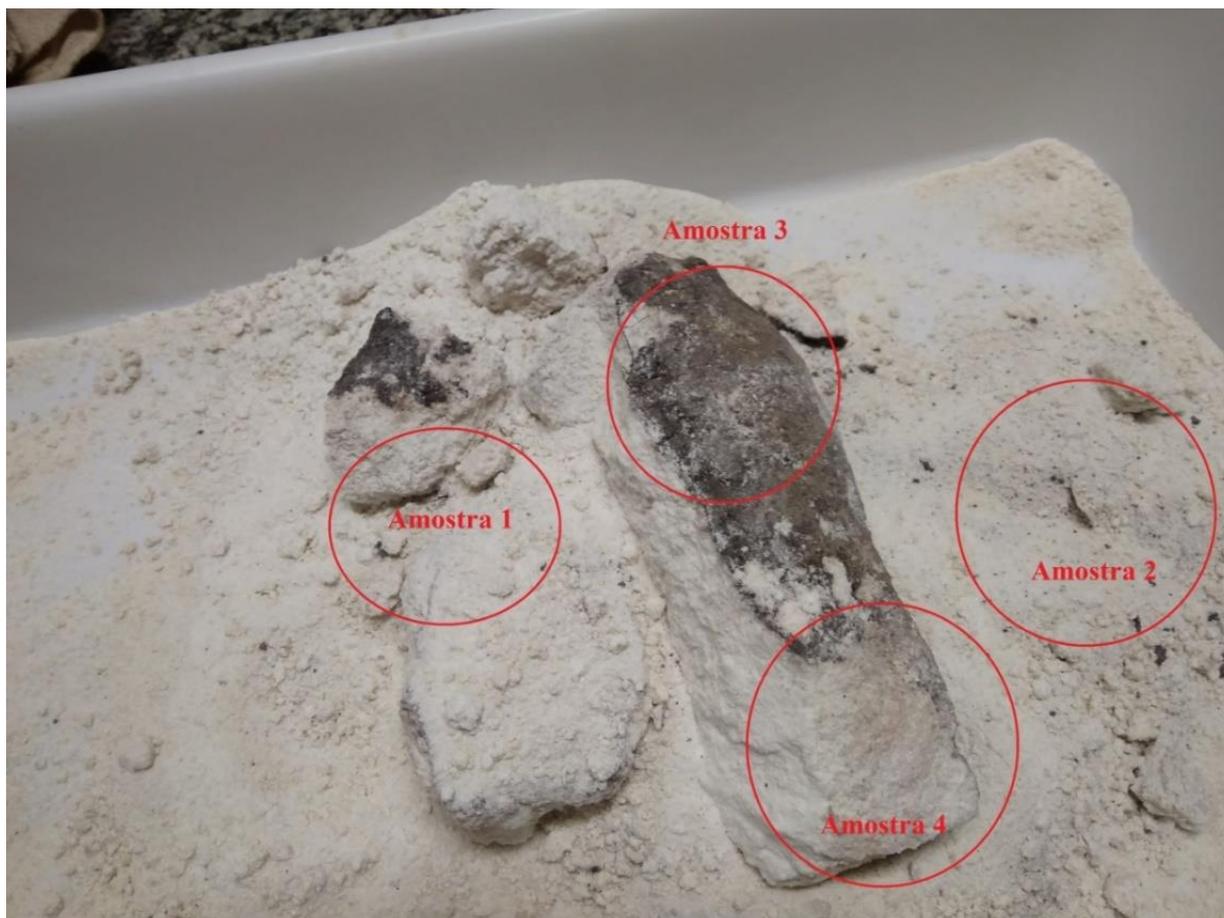


Figura 3.3: Imagem fotográfica indicando os locais das partes das amostras coletada, a Amostra 4 consistia de materiais com pontos em vermelho.

A segunda etapa foi realizar a homogeneização das amostras coletando porções da amostragem inicial de solo nas diferentes colorações citadas anteriormente até completar massa aproximadamente de 500 g, e nomeando-a de Amostra 5. Nesta amostra os resultados indicam as características gerais do horizonte C3 do solo e tem como predominância a cor branca por ter mais amostras desta cor para completar os 500 g. A Tabela 3.1 apresenta a descrição dos materiais pela cor.

Tabela 3.1: Identificação das amostras de solo e sua descrição por cor.

Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5
Branca	Amarela	Marrom	Vermelha	C3-Branca

Após esta classificação por cores é necessário para as demais caracterizações, transformar as amostras em Terra Fina Seca no Ar (TFSA). E, a metodologia para este processo é apresentado na próxima seção.

3.2 Terra Fina Seca ao Ar (TFSA)

Para a preparação da TFSA, cada uma das amostras foi esfarelada e tamisada em peneira com malha de 2 mm de diâmetro (da marca Bertel, Figura 3.4a). Os agregados foram despedaçados sem esforços, não havia folhas e nem raízes na amostra como matérias orgânicas, não necessitando retirada manual, porém foi necessário fazer a retirada manual de pedregulhos. Depois da tamisação, as amostras foram colocadas em uma estufa de secagem (da marca Nova Ética) por 7 dias, sem ultrapassar a temperatura de 45°C, simulando secagem a temperatura natural, evitando a queima dos materiais e ou modificação de minerais presentes, e posteriormente foram armazenadas em um dessecador contendo sílica para evitar o umedecimento (Figura 3.4b).



Figura 3.4: Imagem fotográfica do material utilizado para o preparo da TFSA: a) Peneira para a tamisação e b) Dessecador para evitar umidade nas amostras de TFSA.

O intervalo do tamanho para a classificação das partículas (Tabela 3.2) foi adaptado à classificação da SBCS [14], sem distinção da fração grossa da areia e a fração fina da areia conforme foi apresentado na Tabela 1.3.

Tabela 3.2: Intervalo dos diâmetros das partículas da TFSA adotados neste trabalho baseados na Classificação da SBCS.

Tamanho de Partículas (μm)	Partículas
2000-53	Areia
53-2	Silte
<2	Argila

Assim, após preparar cada amostra da Tabela 3.1 em TFSA e classificá-la segundo a Tabela 3.2, na próxima seção inicia-se a caracterização destas amostras. A primeira é para se obter a densidade das partículas.

3.3 Densidade de partículas

A determinação da densidade de partículas (ρ_p) foi realizada apenas na Amostra 5 com finalidade de realizar a análise textural e fracionamento físico do material representante do horizonte C3.

A medida foi realizada em um Picnômetro a gás (*Multipicnômetro Chrome Instruments* - modelo MVP-D160-E, Figura 3.5), pertencente ao Laboratório de Caracterização Físico-Química da UEPG. Foram separadas aproximadamente 80 g da TFSA da Amostra 5, preparando-a em quadruplicata. acoplado ao cilindro de gás de Hélio. Foi utilizado o maior porta amostra para comportar a maior quantidade TFSA (porta amostra “Large”). Os valores de calibração do equipamento utilizados foram de $V_C = 149,38540 \text{ cm}^3$ e $V_R = 88,8036 \text{ cm}^3$ e a pressão utilizada foi de aproximadamente 17 PSI¹⁸, conforme indicado no manual de utilização do equipamento [42].



Figura 3.5: Imagem fotográfica do Picnômetro (MVP-D160) utilizado para determinação da densidade das amostras de TFSA [55].

A densidade da Amostra 5 (solo do horizonte C3) é calculada pela média da densidade obtida entre as 4 amostragens. A Figura 3.6 apresenta o esquema da sequência adotada, em que para cada amostragem (amostra em TFSA das amostras da Tabela 1.3), realizou-se pelo menos 10 conjuntos de leituras das pressões P_1 e P_2 , sendo que cada leitura tem a duração de

¹⁸ PSI (pound per square inch), libra por polegada quadrada, 1 psi = 6894,76 Pa. Fonte: <https://pt.wikipedia.org/wiki/Press%C3%A3o>

no mínimo 2 minutos. E, após as repetições calculou-se o valor médio das pressões, e determinou-se a densidade de partículas por meio da expressão da Eq. 2.5.

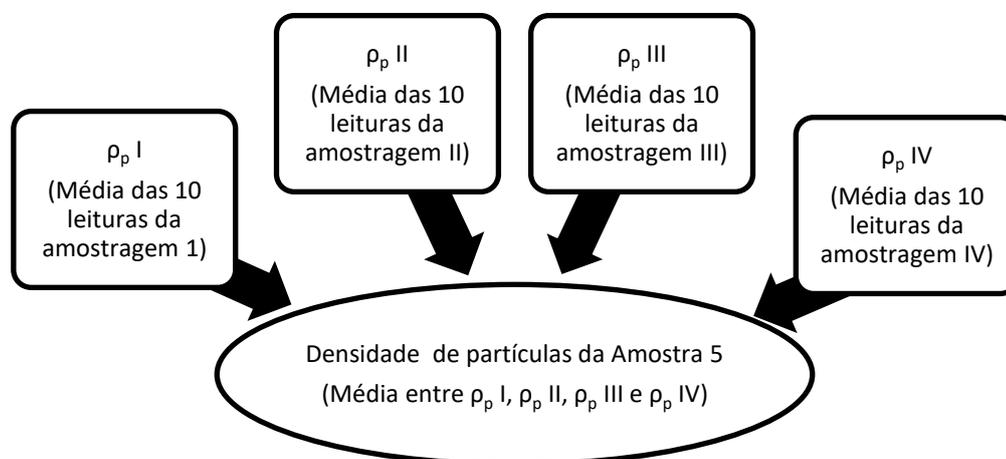


Figura 3.6: Esquema da sequência da determinação da densidade de partículas.

Após apresentar a metodologia utilizada para obter a densidade de partículas que compõem o Neossolo, e este resultado é importante para a análise de texturas, que é o apresentado na próxima seção juntamente com o fracionamento físico.

3.4 Análise textural e fracionamento físico

Para análise textural do horizonte C3 do solo, foi separada aproximadamente 20 g da TFSA da Amostra 5, preparando-a em quadruplicata (Figura 3.7(a)). Cada unidade foi preparada em um béquer de 200 mL contendo 20 g de amostra, 10 mL de dispersante (solução normal de NaOH) e 100 mL de água destilada. Agitou-se a mistura com bastão de vidro e deixado em repouso por uma noite para facilitar a desfloculação das partículas para a etapa seguinte.

Após reação do dispersante, o material foi colocado em um agitador (*ultrassônico Vibra-Cell - SONICS*) por 5 minutos em potência de 10 watts para a desagregação das partículas (Figura 3.7 (b)). A primeira fração separada foi a areia por tamisação (Figura 3.7 (c)), utilizando a peneira de 53 μm de malha, com auxílio de jato de água utilizando um borrifador. A fração de areia retida na peneira foi depositada em uma placa de Petri, (Figura 3.7 (d)) de massa conhecida, e levada para secagem em estufa a 45°C. O restante da suspensão (contendo silte e argila) foi armazenado em uma proveta de 1000 mL, para a separação por meio da sedimentação (Figura 3.7(e)).

Para a coleta da fração de argila, o cálculo foi realizado para temperatura de 16 °C do fluido (água), sendo a viscosidade da água η_f de 0,01111 g/cms conforme valor tabelado em função da temperatura [56], temperatura ambiente no dia, tamanho de partícula D_p utilizada foi do diâmetro máximo da fração argila (2 μm) – Tabela 3.2, densidade da água ρ_f aproximado de 1 g/cm³ [57] e densidade de partículas ρ_p de (2,64±0,01) g/cm³ obtido diretamente por meio da técnica de Picnometria. Desta forma, o tempo de sedimentação determinado, usando a Lei de Stokes (Eq. 2.16), foi de 82 minutos para a altura h da proveta de 1,6 cm. Este tempo de sedimentação embora calculada para uma partícula, é considerada para todas as partículas de mesmo tamanho que estão a esta altura.

Após a determinação do tempo necessário para sedimentação, a suspensão na proveta foi agitada com um bastão contendo furos na extremidade com finalidade de homogeneizar e aguardado tempo de sedimentação. A ponta da pipeta foi posicionada a 1,6 cm de distância da superfície, sendo coletado 50 mL da suspensão (Figura 3.7(f)). A suspensão coletada foi depositada em outra placa de Petri (Figura 3.7 (g)) de massa conhecida e levada para secagem da mesma forma da areia.

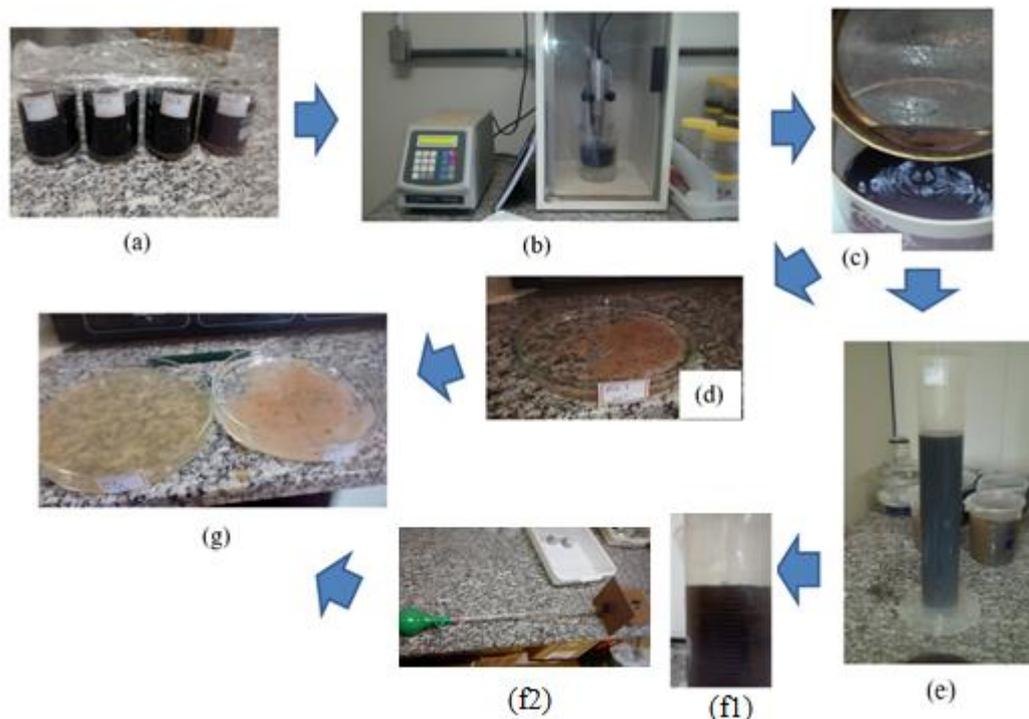


Figura 3.7: Sequência da análise textural: (a) 4 amostras na reação do dispersante, (b) desagregação das partículas, (c) tamisação da areia, (d) areia na placa de Petri, (e) sedimentação do silte, (f) coleta da amostra de argila (f1) pela pipeta (f2) após o tempo determinado pela Lei de Stokes e (g) secagem dos materiais na placa de Petri.

Foi realizado o processo de medida apenas com o dispersante (solução normal de NaOH), sem solo, com a finalidade de determinar a massa do dispersante da fração argila. Para a determinação das porcentagens da areia, silte e argila, utilizou-se as expressões da Eq. 2.17 a 2.19.

Na sequência da análise textural, foi realizada o restante do fracionamento físico, consistindo em separar a fração silte da fração argila (restante da suspensão), foi utilizado um sistema com maior diâmetro de recipiente (tubo de PVC - Figura 3.8) e configurado para coleta de mais amostra (aproximadamente 200 mL da suspensão para cada coleta), onde a altura h da Eq. 3.16 passou a ser de 5 cm, logo, o tempo de coleta variou conforme o dia e em função da temperatura, sendo de 232 minutos (20 °C) a 257 minutos (16 °C). Foi realizado pelo menos 20 coletas em cada uma das 16 unidades preparadas. O material restante no tubo de PVC, após a sequência de coletas, continha a fração silte que foi transferida em Placa de Petri para secagem.

Para cada 3 coletas utilizou-se um recipiente, adicionando o floculante cloreto de cálcio (CaCl_2), para ajudar na sedimentação da fração argila e o tempo de espera de pelo menos 2 dias para cada recipiente, tendo como finalidade reduzir o volume da água por sifonação. Portanto, o processo foi repetido juntando os restos dos diferentes recipientes até reduzir ao menor número de volume possível da suspensão contendo somente a fração argila e levado para a secagem.

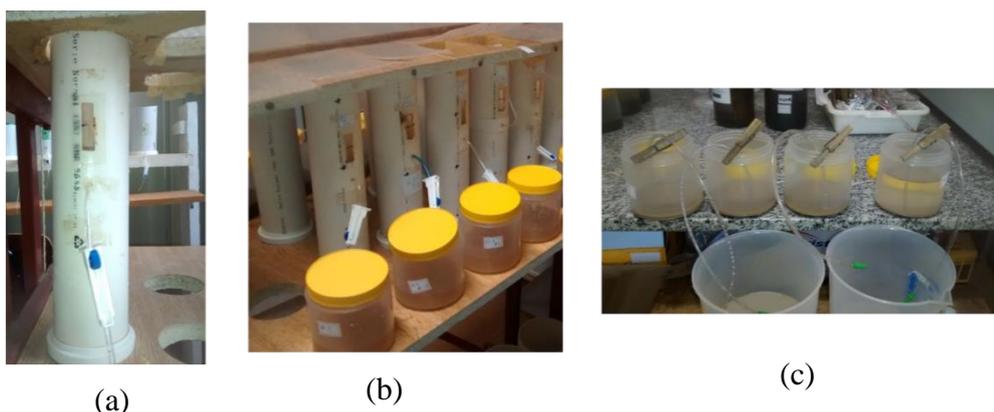


Figura 3. 8: Processo de fracionamento físico: (a) Sedimentação do silte pela lei de Stokes, (b) coleta da fração argila e (c) redução do volume de água por sifonação.

Obtidas as frações de areia, argila e silte em porcentagem, veremos a caracterização para saber a composição química das amostras de TFSA por meio da técnica cuja teoria foi apresentada na seção (2.3) – EDXRF.

3.5 Espectroscopia por fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF)

Para análise elementar, foi utilizada a técnica de fluorescência de raios X por dispersão de energia (EDXRF), a fim de identificar os componentes químicos que compõe o material. O equipamento utilizado foi o espectrômetro de fluorescência de raios X por dispersão de energia da marca Shimadzu (modelo EDX 720) do Laboratório do FASCA/UEPG.

As amostras foram colocadas no porta amostra do equipamento Figura 3.9 (d), constituído de anéis que se encaixam no cilindro que prendem o Mylar® (película de poliéster que possui resistência térmica e de isolamento) de 6 μm na parte inferior onde é depositada a amostra em pó, e na parte superior com papel filme, com alguns furos para evitar o espalhamento do pó no interior do equipamento ao se fazer vácuo, este procedimento foi preparado em duplicatas. A análise foi realizada no modo semiquantitativo, utilizando diferentes faixas de energias para cada intervalo, sendo de sódio (Na) a escândio (Sc) e de titânio (Ti) a urânio (U), a vácuo, com tempo de análise para cada intervalo 50 ms.

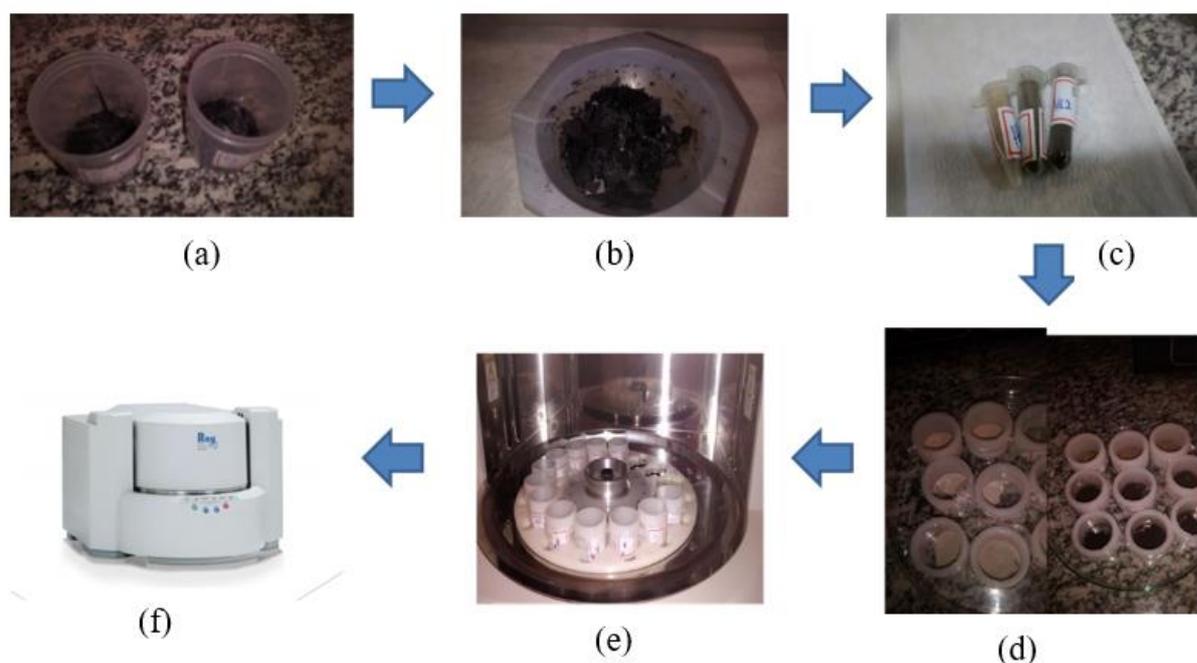


Figura 3.8: Processo do EDXRF: (a) amostra provenientes do fracionamento após ser secado, (b) amostras maceradas e tamizadas com peneiras de 45 μm , (c) eppendorfes com amostra preparadas para análise (d) amostra inserida no anel com fundo de Mylar®, fechadas com os filmes (e) os porta amostras dentro do espectrômetro (f) e inseridos no equipamento de EDXRF.

Apresentado o material a ser analisado, amostras de Neossolo Flúvico - horizonte C3, na forma de TFSA, e a metodologia utilizada para as primeiras caracterizações, o próximo capítulo consta dos resultados obtidos e sua análise.

4 Resultados e Análise dos Resultados

Neste capítulo são apresentados os resultados e sua análise, das primeiras técnicas utilizadas para caracterização da amostra do Neossolo Flúvico, coletado na região rural de Baliza-GO. As técnicas aqui apresentadas são as básicas utilizadas para caracterização de solos. Os resultados estão expostos de acordo com cada análise (técnica utilizada), sequência esta apresentada no Organograma da Figura 4.1.

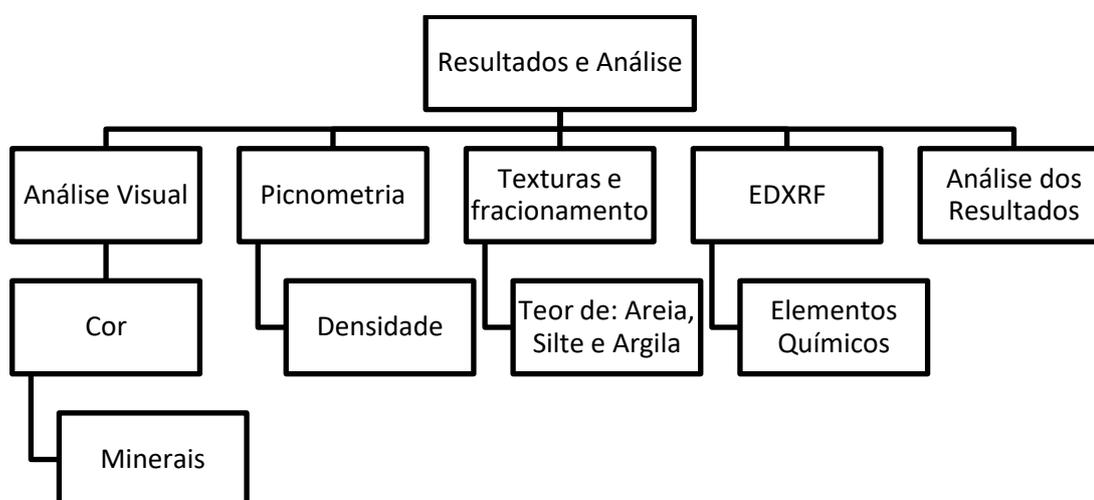


Figura 4.1: Organograma da apresentação dos Resultados: técnica, propriedade analisada e o que se obtém.

4.1 Análise Visual: Cores

Como primeiros indicadores, as cores dos solos foram indicados sem rigorosidade na análise visual de acordo com as cores mais comuns na literatura, este fornecem a presença de possíveis minerais, desta forma, utilizou-se as informações dos minerais da Seção 1.1.1 e a descrição dos materiais conforme a Tabela 3.1 como indicativo dos possíveis minerais predominantes nas amostras e que são apresentados na Tabela 4.1. Lembrando que a amostra 5 é a mistura das demais amostras.

Tabela 4.1: Relação da cor com os prováveis minerais, análise visual. E, qual o mineral relacionado a cor.

Amostra	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5
Cor	Branca	Amarela	Marrom	Vermelha	C3: Branca
Mineral	Quartzo, caulinita	Goethita	Goethita	Hematita	Quartzo, caulinita

Após esta primeira classificação das amostras, preparou-se cada amostra na forma TFSA, e utilizando a técnica de Picnometria, realizou-se as medidas de densidade, que são os resultados da próxima seção.

4.2 Técnica de Picnometria – Densidade

A densidade de partículas do horizonte C3 é definida como a média das medidas realizadas na Amostra 5, em quadruplicatas, utilizando o método do picnômetro a gás, conforme a Seção 3.3, e os resultados estão apresentados na Tabela 4.2. Desta forma, a densidade de partículas determinada foi de $(2,64 \pm 0,01) \text{ g/cm}^3$.

Tabela 4.2: Resultado da densidade de partículas do horizonte C3.

Amostragem/Repetição	1	2	3	4	Média
Densidade médias (g/cm^3)	2,652 \pm ,0002	2,646 \pm 0,003	2,636 \pm 0,003	2,631 \pm 0,004	2,64 \pm 0,01

Obtida a densidade de $(2,64 \pm 0,01) \text{ g/cm}^3$ foi determinado o tempo de sedimentação e realizado a análise textural conforme a Seção 3.4, cujos resultados estão apresentados na próxima seção.

4.3 Análise Textural e Fracionamento Físico

O resultado da análise textural indica a textura do horizonte C3 e os resultados apresentados na Tabela 4.3.

Tabela 4.3: Resultado da análise textural das TFSA do horizonte C3.

Amostragem	I	II	III	IV	V (Média)
Teor de areia (%)	88,7470	88,7375	87,7785	85,5105	88 \pm 1
Teor de silte (%)	10,6297	10,6992	11,7282	13,9062	12 \pm 1
Teor de argila (%)	0,6233	0,5633	0,4933	0,5833	0,56 \pm 0,04

Segundo o triângulo textural (Figura 1.7) para teor de areia 88%, teor do silte 12% e teor da argila 0,56%, conforme indicado por um ponto vermelho na Figura 4.2, o solo é classificado como solo de textura arenosa pela SBCS.

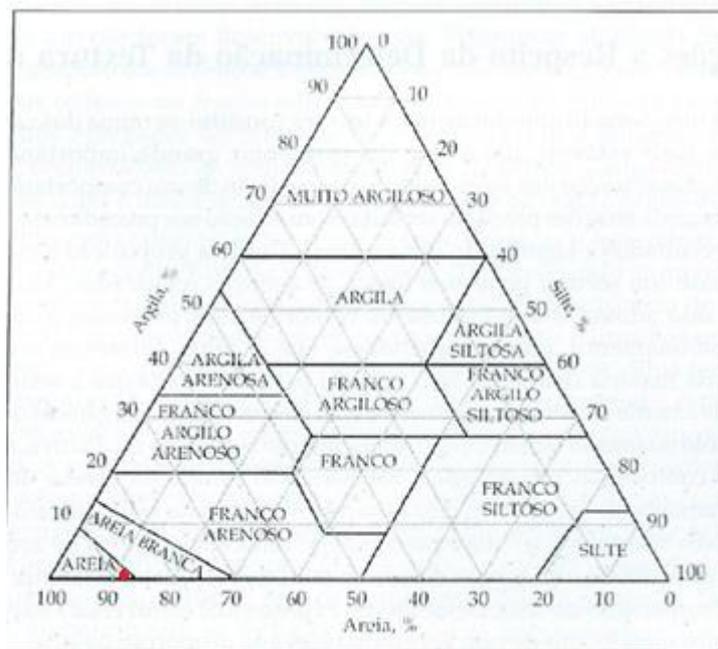


Figura 4.2: Indicado como arenoso (ponto em vermelho) no triângulo textural, o tipo de solo com os teores: areia (88%), silte (12%) e argila (0,56%).

O teor de argila obtido foi extremamente baixo, isto é, para cada preparação com 20 g de amostra, seria obtido 0,112 g de argila, isto é, para obter 2 g de argila, precisaria preparar pelo menos 18 unidades tudo de sedimentação para realizar o fracionamento físico.

Na próxima seção uma das técnicas para analisar quais ou possíveis elementos químicos a amostra possa conter.

4.4 Espectroscopia por Fluorescência de Raios X por Dispersão de Energia (EDXRF) – Elementos Químicos

Os resultados da análise de EDXRF são apresentados na Tabela 4.4 e Tabela 4.5. A Tabela 4.4 apresenta a média, realizados em duplicatas, dos resultados da composição química das análises nas Amostras: 1, 2, 3, e 4 (Figura 3.2).

Tabela 4.4: Resultado da análise elementar do horizonte das amostras pontuais.

	Amostra 1 (%)	Amostra 2 (%)	Amostra 3 (%)	Amostra 4 (%)
Si	91,3±0,3	90,6±0,9	75±3	92,55±0,07
Al	6,0±0,7	5,9±0,2	20±3	4,8±0,2
S	2,0±0,3	2,4±0,8	1,6±0,4	2,1±0,3
Cs	0,25±0,02	0,1±0,2		0,280±0,004
K	0,25±0,01	0,22±0,03	1,0±0,1	0,15±0,04
Ti	0,23±0,02	0,64±0,03	1,34±0,09	0,15±0,02
Cr	0,04±0,05			

Ca		0,1±0,1	0,04±0,06	
Cu		0,01±0,01	0,010±0,001	0,01±0,01
Ge		0,01±0,01		
Zn		0,01±0,01	0,01±0,002	
Ba		0,1±0,2		
Ho		0,04±0,06		
Ta		0,02±0,03		
Pt		0,01±0,01		
Fe			0,90±0,03	
Sm			0,09±0,01	
Zr			0,02±0,03	

E, a Tabela 4.5 apresenta a média dos resultados em triplicatas das amostras de TFSA, Areia, Silte e Argila, estes 3 últimos obtidos pela técnica de Texturas e Fracionamento.

Tabela 4.5: Resultado da análise elementar do horizonte das amostras.

Elemento	TFSA (%)	Areia (%)	Silte (%)	Argila (%)
Si	91±1	94,0±0,7	74,9±0,8	9,45±0,05
Al	5±1	2,9±0,2	20,3±0,4	14,1±0,5
S	2,5±0,6	2,5±0,3	2,0±0,5	0,57±0,09
Ti	0,3±0,3	0,20±0,09	2,40±0,01	0,80±0,07
Cs	0,20±0,03	0,2±0,2		
K	0,18±0,06	0,06±0,05		0,760±0,003
Fe	0,1±0,1		0,340±0,005	0,6±0,5
Ca	0,08±0,04	0,02±0,04	0,04±0,04	73,1±0,4
Ho	0,05±0,04	0,09±0,01		
Ta	0,03±0,03			
Yb	0,01±0,02	0,02±0,03		
Re	0,01±0,02	0,01±0,02		
V	0,01±0,01	0,02±0,01		
Zn	0,01±0,02	0,01±0,01	0,003±0,006	0,01±0,01
Ge	0,01±0,02	0,01±0,01	0,010±0,008	
Ni	0,01±0,01	0,001±0,001		
Sr	0,01±0,01		0,020±0,001	0,20±0,02
Cu	0,010±0,001	0,01±0,01	0,01±0,01	
Ba		0,03±0,06		0,1±0,2
Ac				0,01±0,02
Zr				0,01±0,01
Lu		0,01±0,02		

Portanto, a técnica de EDXRF indicou a predominância em ordem decrescente de: Si, Al, S, Cs, K e Ti. Confirmando a textura arenosa devido à maior concentração de Si, representado pelo quartzo SiO₂. Vale destacar que alguns elementos apresentados nas Tabelas

4.4 e 4.5, em menor proporção não apresentaram exatidão e precisão para serem considerados. Foram citadas para futura averiguações com outras técnicas, como a de raios X.

4.5 Análise dos Resultados

A indicação da presença de provável mineral pela coloração foram previstas nas Amostra 1 e 5 para coloração branca (presença de quartzo e caulinita) e na Amostra 3 pela coloração marrom (presença de goethita) conforme a Tabela 4.1. Já a Amostra 1 pode ser associado o resultado da análise elementar Si que indica o mineral quartzo e a combinação dos elementos Si e Al que compõem a caulinita, reforçando os indícios pela cor. A Amostra 3 foi o único material pontual com presença de Fe, cujo elemento compõem a goethita, reforçando o indício da coloração marrom. Tanto a amostra 2 quanto a amostra 4 deveriam apresentar em sua composição o Fe, isto, provavelmente não foi encontrado porque as quantidades não foram suficientes para serem detectadas. Sendo necessário análises com mais precisão e exatidão.

Em relação à densidade de partículas obtida pela técnica de Picnometria a gás He obteve-se $(2,64 \pm 0,01) \text{ g/cm}^3$, que é bastante próximo ao valor da literatura do quartzo, cuja densidade é de $2,65 \text{ g/cm}^3$ conforme Tabela 1.4, com diferença de valor de 0,38%. Indicando assim a presença do quartzo. E, o quartzo é a principal composição da fração areia na TFSA, conforme apresentado na Figura 1.8, reforçando o resultado obtido pela técnica de Picnometria.

No fracionamento físico foram obtidos os seguintes teores para a Amostra 5 (C3): areia $(88 \pm 1) \%$, silte $(12 \pm 1) \%$ e argila $(0,56 \pm 0,04) \%$, para serem analisadas separadamente por meio da técnica de EDXRF. Esta, que revelou concordância na tendência de maior concentração de Si na fração areia para menor concentração na argila.

Na Amostra 5, TFSA fracionada, a análise elementar por EDXRF apresentou valor de $(94,0 \pm 0,7) \%$ para concentração de silício na fração areia, e a Amostra 5 que representa a TFSA do solo do horizonte C3 apresentou $(91 \pm 1) \%$ de concentração de silício. Portanto, valores próximos que podem ser explicados pela textura arenosa do solo com teor de areia, o que reforça o resultado da predominância do mineral quartzo.

Os outros elementos encontrados como Titânio (Ti), é um provável componente do mineral rutilo e anatásio, que são óxido de titânio bastante comum nos solos; já a presença de Si e Al, combinados podem formar minerais como caulinita e corundum; prováveis

carbonatos de cálcio como calcita, ou resíduos do floculante acrescentado no processo de agregação para obtenção da fração argila.

Considerações finais

As técnicas de caracterização utilizadas no Neossolo Flúvico do horizonte C3 indicou de forma mais notória o mineral quartzo. A coloração branca, a densidade de partículas de $(2,64 \pm 0,04) \text{ g/cm}^3$, com um desvio de 0,38% em relação a seu valor da literatura e o solo com maior porcentagem (88 ± 1) % de textura arenosa, em relação a Silte (12 ± 1) % e argila ($0,56 \pm 0,04$) % obtida pelo método de textura e fracionamento, pode-se afirmar a predominância do mineral quartzo. Além disso, a técnica EDXRF indicou a predominância de Si, Al, S, Cs, K e Ti. Fortalecendo o tipo de solo de textura arenosa devido à maior concentração de silício, representado pelo quartzo (SiO_2).

Assim, neste trabalho foi desenvolvido para a caracterização do Neossolo Flúvico da região rural de Baliza-Go, por meio de técnicas das primeiras análises que se faz em um solo: análise da cor e associar aos minerais; preparar o solo em formato TFSA, e realizar medidas de densidade de partículas (pela técnica de Picnometria) cujo resultado fornece indicação de mineral e também é necessária para realizar a análise textural (pelo método da pipeta) e o fracionamento físico (Método de Tamisação e Sedimentação). A realização do fracionamento permite separar partes da TFSA (em areia, silte e argila) para realizar análises separadamente, o que evita a superposição de informações como visto no EDXRF. A análise elementar por EDXRF é um importante indicador para reduzir o número de minerais a serem verificados.

Como perspectiva, pretende-se continuar a caracterização por meio das técnicas de Espectroscopia de Infravermelho (FTIR) e Difração de Raios X (DRX). Visto que os resultados já obtidos quando acompanhados destas demais técnicas tornam-se mais efetivos. E, todas estas informações irão contribuir para trabalhos futuros com este solo.

E ainda, numa perspectiva futura, como o solo em estudo está em terreno arenoso, está mais sujeito a erosão, assim, uma das formas de tratamento seria misturar matéria orgânica. Isto vem de acordo com o apelo de não desmatamento em torno de rios, pois a vegetação, além de evitar degradação do solo, fornecem e mantêm a matéria orgânica ao solo, evitando a erosão.

Referências

- [1] M. R. Coelho, E. C. C. Fidalgo, H. G. dos Santos, M. de L. M. S. Brefin, D. V. Perez, *Solos: tipos, suas funções no ambiente, como se formam e sua relação com o crescimento das plantas*. Lavras: UFLA, Embrapa, 2013.
- [2] L. S Severino. *Cultivo do Algodão Irrigado*. Embrapa: Sistema de Produção, 2014.
- [3] W. Teixeira, M. C. M. de Toledo, T. R. Fairchild, F. Taioli, *Decifrando a Terra*. Editora Nacional 2. ed., 2007.
- [4] N. Kämpf, N. Curi, *Conceitos de solos e sua evolução histórica*. In: J.C. Ker, N. Curi, C. N. G.R. Schaefer, and P. Vidal-Torrado (Eds.). *Pedologia: fundamentos*. Viçosa, MG: Sociedade Brasileira de Ciências do Solo, p.1-21, 2012.
- [5] Brasil Escola, Pedogênese. Acesso em: novembro de 2018. Disponível em: <<https://brasilecola.uol.com.br/geografia/pedogenese.htm>>.
- [6] A. da Cunha. *Águas subterrâneas*. In: C. E. Q. Giampá, V. G. Gonçalves (Orgs.), *Águas subterrâneas e poços tubulares profundos*. 2. ed., São Paulo: Oficinas de Textos, p.17-56, 2013.
- [7] G. K. Donagema, *Manual de métodos de análise de solos*. Rio de Janeiro: Embrapa Solos, 2011.
- [8] R. C. Campos, *Determinação da cor do solo e sua utilização na predição dos teores de hematita*. Dissertação (Mestrado em agronomia) – Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz. Universidade de São Paulo. Piracicaba, 2001.
- [9] H. do Prado, *Atalho Pedológico: Para classificar solos no campo*. Edição do autor. Piracicaba, 2013.
- [10] O. A. Santama, J. I. Eucinas, E. dos S. B. Inácio, L. B. de Amorin, J. L. J. Vilaverde, *Relação entre o índice de avermelhamento do solo e o estoque de carbono na biomassa aérea da vegetação de cerrado*. Ciência Florestal, Santa Maria, 2013
- [11] A. A. Ribon, K. L. Fernandes, J. M. Junior, A. S. R. de S. Bahia, *Caracterização de hematita e goethita em solos do bioma Cerrado*. XXXV Congresso Brasileiro de Ciências do Solo. O solo e suas múltiplas funções, 2015.
- [12] S. R. Santos, *Propriedades Físicas do solo*. Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri. Instituto de Ciência, Engenharia e Tecnologia. Teófilo Otoni. Acesso em: outubro de 2018. Disponível em: <<http://site.ufvjm.edu.br/icet/files/2016/08/Propriedades-f%C3%ADsicas-do-solo.pdf>>
- [13] Associação Brasileira de Normas e Técnicas (ABNT), *NBR 6502: Rochas e solos*. Rio de Janeiro, 1995.
- [14] Q. J. van Lier, *Física do solo*. Viçosa: Sociedade Brasileira de Física dos Solo, 2010.

- [15] D. J. Reinert, J. M. Reichert, *Propriedades física do solo*. (Desenvolvimento de material didático ou instrucional - Mateiral) Santa Maria, 2006. Acesso em: outubro de 2018. Disponível em: <https://www.agro.ufg.br/up/68/o/An_lise_da_zona_n_o_saturada_do_solo__texto.pdf>.
- [16] A. Liccardo, N. L. Chrodur, *Os Minerais: Elementos da geodiversidade* [livro eletrônico], Ponta Grossa: Editora UEPG, 2017. Acesso em: outubro de 2018. Disponível em: <<http://www.uepg.br/editora/>>.
- [17] C. Janaína; M. A. de Paoli, J. C. de Andrade. *A Determinação da Densidade de Sólidos e Líquidos*. Universidade Estadual de Campinas. Instituto de Química. Chemkeys - Liberdade para aprender. Julho, 2004.
- [18] V. L. Schöll, R. Nieuwenhuis, *Manejo da fertilidade do solo*. Agrodoks. Ed. Agromisa, 2003.
- [19] G. A. Quinágua, *Caracterização dos níveis basais de concentração de Metais nos Sedimentos do Sistema Esturiano da Baixada Santista*. Tese (Doutorado em ciências) - Instituto de Química. Universidade de São. São Paulo. Outubro. 2016.
- [20] M. L. de C. Menegale, G. S. A. Castro, M. A. C. Mancuso, *Silício: interação com o sistema solo-planta*. Journal of Agronomic Sciences, Umuarama, v.4, n. especial, p.435-454, 2015.
- [21] V. H. Junkes, E. Germann, E. L. Beline, J. D. dos Santos, A. C. F. Gasques, *O ciclo do enxofre aplicado à agricultura e agroindústria*. XI EEPA Encontro de Engenharia de Produção Agroindustrial. Campo Mourão, 2017.
- [22] V. de M. Benites, M. da S. S. Carvalho, A. V. Resende, J. C. Polidoro, A. C. C. Bernardi, F. A. de Oliveira, *Boas práticas para uso eficiente de fertilizantes: Potássio, cálcio e magnésio na agricultura brasileira*, 2010.
- [23] E. S. Sengik. *Os macronutrientes e os micronutrientes das plantas*, 2003.
- [24] M. J. de L. Lemes, P. M. F. Filho, M. A. F. Pires, *Influência da mineralogia dos sedimentos das bacias hidrográficas dos rios Mogi-guaçu e Pardo na composição química das águas de abastecimento público*. Química Nova, Vol. 26, No. 1, p.13-20, 2003.
- [25] R. Mauro, *Mineralogia de solos brasileiro: interpretação e aplicações*. 2. ed. Lavras: UFLA, 2011.
- [26] E. Flint. *Princípio de Cristalografia*. Editora Paz. Moscou, 1965.
- [27] R. J. D. Tilley. *Cristalografia: Cristais e estruturas cristalinas*. Oficinas de Texto, 2014.
- [28] C. de Oliveira, A. P. Araújo, N. Mazur, *Fundamentos de ciências do solo - IA 321*. Instituto Federal Rural do Rio de Janeiro. Departamento de Solo. Seroédica, 2002. Acesso em: outubro de 2018. Disponível em: <<http://www.ufrjr.br/institutos/ia/ds/IA321.pdf>>.

- [29] N. C. Brady, R. R. Weil, *Elementos da Natureza e Propriedades dos Solos*. Tradução técnica: I. F. Lepsch. 3. ed. Porto Alegre: Bookman, 2013.
- [30] J. D. Dana, *Manual de Mineralogia*. Livros Técnicos e Científicos, Vol. 1, Rio de Janeiro, 1981.
- [31] E. P. M. Sampaio, *Mineralogia do solo*. Departamento de Geociências. Universidade de Évora, 2006
- [32] C. Kleins; B. Dutrov, *Manual de Ciência dos Minerais*. 23. ed. Editora Bookman. Porto Alegre, 2012.
- [33] WEBMINERAL Database. Acesso em: outubro de 2018. Disponível em: <<http://webmineral.com/>>.
- [34] E. Harima, *Estabilização da fase β e obtenção da fase α da cristalobalita a partir do resíduo da casca de arroz queimada*. Dissertação (mestrado) - Área interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais. Universidade de São Paulo. São Carlos. 1997.
- [35] P. H. M. de Castro, P. R. S. Vendrame, J. P. P. Pinese, *Mineralogia da fração argila de solos localizados em ilhas no alto Rio Paraná, PR/MS*. Semina: Ciências Exatas e Tecnológicas, Londrina, v. 35, n. 2, p. 181-188, jul./dez, 2014.
- [36] The Quartz Page. Acesso em: outubro de 2018. Disponível em: <<http://www.quartzpage.de/index.html>>.
- [37] P. L. Guzzo, *Quartzo: Capítulo 31*. Departamento de Engenharia de Minas. UFPE. 2004.
- [38] F. S. Borges, *Introdução*. In: *Elementos de Cristalografia*. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, p. 13-14, 1982.
- [39] L. Bleicher, *Introdução à Difração de Raios-X em Cristais*. Universidade Federal do Ceará. 2010.
- [40] L. V. Prandel, *Integração de métodos de caracterização mineralógica de solos caulínicos*. Tese (doutorado em ciência). Ponta Grossa, 2015.
- [41] Data base of ATR-FT-IR spectra of various materials. Acesso em: outubro de 2018. Disponível em <http://lisa.chem.ut.ee/IR_spectra/paint/fillers/quartz/>.
- [42] C. de Figueiredo. *Novo dicionário da língua portuguesa*, 1913.
- [43] F. C. dos Santos, W. M. S. Santos, S. da C. Bebart, *Uma análise da flutuação dos corpos e o princípio de Arquimedes*. Revista Brasileira de Ensino de Física, v.29, n. 2, p. 295-298. 2007.
- [44] M. J. Moura, M. M. Figueiredo. *Aplicação das Técnicas de Picnometria de Gás e de Porosimetria de Mercúrio à Caracterização da Madeira de E. globulus*. Silva Lusitana, vol.10, n.2, Portugal, 2002.

- [45] *Quantachrome Instruments Multipicnometer Intruments Model: MVP-DI60-E Operating Manual*. Inc. Boynton Beach, FL, 2009.
- [46] F. Gatamorta, *Produção e caracterização de materiais celulares metálicos com distintas configurações de poros, por metalurgia do pó*. Universidade Estadual de Campinas. Tese (doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica. Campinas, 2017.
- [47] E. O. Rodríguez, *Movimento de partículas em fluidos. Notas de aula, TA 631 – Operações Unitárias I*, UNICAMP, 2012. Acesso em outubro de 2018. Disponível em: <[www.unicamp.br/fea/ortega/aulas/aula17 MovimentoParticulas.ppt](http://www.unicamp.br/fea/ortega/aulas/aula17%20MovimentoParticulas.ppt)>.
- [48] P. D. Pape, *Basic principles of WDXRF Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence*, Universidade Estadual de Ponta Grossa. IV Workshop do C-LABMU, 2017.
- [49] Bruker. *Periodic Table of Elements and X-ray Energies*. Acesso em: outubro 2018. Disponível em: <www.bruker.com/hhxf>.
- [50] Wikipédia, Lei de Moseley. Acesso em novembro de 2018. Disponível em: <https://pt.wikipedia.org/wiki/Lei_de_Moseley>.
- [51] A. H. Pinto, *Portable X-Ray Fluorescence Spectrometry: Principles and Applications for Analysis of Mineralogical and Environmental Materials*. Crimson Publishers, ISSN 2578-0255, vol 1, 2018.
- [52] Embrapa, *Sistema Brasileiro de Classificação dos Solos*. 2ed. Brasília, 2006.
- [53] R. de O. Custódio Filho, *Recuperação e monitoramento de voçoroca em neossolo quartzarênico no município de Baliza, GO*. 2011. 98 f. Dissertação (Mestrado em Agronomia) - Escola de Agronomia, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2011.
- [54] J. A. Mazza, *Solos Pouco Desenvolvidos*. Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz. Piracicaba. Acesso em outubro de 2018. Disponível em: <https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/54718/mod_resource/content/1/Aula%207%20-%20Solos%20Pouco%20Desenvolvidos.PDF>.
- [55] Lab Wrench, *Quantachrome Instruments – Stereopycnometer and Multipycnometer*. Acesso em outubro de 2018. Disponível em: <<http://mobile.labwrench.com/equipment/9156/>>.
- [56] Armfield - Engineering Teaching & Research Equipment, *Demonstrações de Osborne Reynolds – Manual de Instruções*, F1-20, 5. ed., Inglaterra, 2011.
- [57] D. R. Lide, *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, 85. ed., CRC Press, Washington, 2004.