

Aplicação de Difração a Laser Via Seca para Estudo Granulométrico de um Solo Residual de Basalto do Oeste do Paraná

Emanuelle Cristina Vitória Brandt Frühauf

Acadêmica de Engenharia Civil, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Toledo, PR, Brasil, efruhauf@alunos.utfpr.edu.br

Yrys Sophya Lins Barreto

Acadêmica de Engenharia Civil, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Toledo, PR, Brasil, yrys@alunos.utfpr.edu.br

Ricardo Schneider

Docente, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Toledo, PR, Brasil, rschneider@utfpr.edu.br

Patrícia Casarotto Oliveira

Docente, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Toledo, PR, Brasil, patriciac@utfpr.edu.br

Guilherme Alan Souza Costa

Docente, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Toledo, PR, Brasil, guilhermecosta@utfpr.edu.br

RESUMO: A análise granulométrica do solo é um ensaio de caracterização de grande importância, uma vez que é possível identificar o tipo de solo através da dimensão das partículas que o constitui e prever, mediante correlações ou banco de dados, informações sobre os parâmetros geotécnicos. No entanto, este tipo de ensaio apresenta certas limitações, tais como a precisão e a duração. Nesse sentido, uma alternativa para a realização da análise granulométrica do solo é o método de difração a laser, executado por um granulômetro a laser, o qual é capaz de fornecer resultados mais precisos, em tese, em um período menor em relação aos ensaios convencionais. Com base no exposto, propõe-se comparar os resultados de análise granulométrica de rotina com o método de difração a laser. O estudo contemplou a aplicação do método de difração via seca. Constatou-se que o método de difração a laser via seca demonstrou divergências em comparação ao procedimento convencional, neste primeiro estudo, para o solo residual de basalto da região Oeste do Paraná. Dentre as possíveis causas da divergência cita-se a quantidade de amostras ensaiadas e a provável floculação de partículas resultantes do processo de preparação das mesmas.

PALAVRAS-CHAVE: Análise Granulométrica, Sedimentação, Difração à Laser, Solo Residual de Basalto.

ABSTRACT: Soil granulometric analysis is a paramount characterization test, since it is possible to identify the type of soil through the size of the particles that constitute it and predict, through correlations or databases, information about the geotechnical parameters. However, this type of test has certain limitations, such as accuracy and duration. In this sense, an alternative for carrying out soil particle size analysis is the laser diffraction method, performed by a laser granulometer, which is capable of providing more accurate results, in theory, in a shorter period compared to conventional tests. Based on the above, it is proposed to compare the results of routine granulometric analysis with the laser diffraction method (LDM). The study included the application of the dry diffraction method. It was found that the dry laser diffraction method demonstrated differences in comparison to the conventional procedure, in this first study, for the residual basalt soil in the western region of Paraná. Among the possible causes of the divergence are the number of samples tested and the probable flocculation of particles resulting from their preparation process.

KEYWORDS: Granulometric Analysis, Sedimentation, Laser Diffraction Method, Basalt Residual Soil.

1 INTRODUÇÃO

O tamanho das partículas do solo é a primeira característica em que se pode diferenciar os materiais geológicos, uma vez que os sistemas de classificação se baseiam na dimensão dos grãos para identificar o tipo do solo e definir sua granulação, tal como o Sistema Unificado de Classificação dos Solos (SUCS) proposto por Casagrande. Além disso, a análise granulométrica permite a avaliação de parâmetros indispensáveis para a engenharia, visto que a dimensão das partículas do solo influencia no seu comportamento. Para a determinação desses parâmetros que definem uma curva granulométrica – como Diâmetros Efetivos (D_{10} , D_{30} e D_{60}), o Coeficiente de Uniformidade (C_u) e o Coeficiente de Curvatura (C_c) – realiza-se usualmente o ensaio de granulometria composto por peneiramento e sedimentação, padronizado pela NBR 7181 (ABNT, 2016b).

Os ensaios convencionais de granulometria necessitam de preparação da amostra (destorroamento e defloculação) no intuito de evitar que a interação entre as partículas influencie o resultado. Assim, é necessário realizá-los em duas etapas: uma delas consiste na sedimentação para avaliar a fração fina e a outra no peneiramento mecânico para a caracterização da fração mais grossa. Além disso, o método considera a densidade média das partículas, desprezando haver diferenças entre densidades e tem como base teórica a Lei de Stokes (OLIVEIRA et al., 2015). A Lei de Stokes permite calcular a taxa de sedimentação a partir do “diâmetro equivalente” das partículas do solo, consideradas esféricas. Essa consideração pode ser uma fonte de erro, pois as partículas do solo têm formato irregular, sendo mais lamelares quanto mais próximas da fração argila (BIEGANOWSKI et al., 2018).

O tempo de duração do ensaio, bem como possíveis fontes de erros intrínsecas e extrínsecas ao ensaio convencional tornam interessante a utilização de novos métodos disponíveis em áreas afins, como a aplicação de difração a laser para o estudo granulométrico - *Static Laser Scattering* (SLS) ou *Laser Diffraction Method* (LDM). Esta técnica tem capacidade de medida de grãos entre 0,0001 e 2 mm, o que pode variar conforme a precisão do equipamento utilizado (OLIVEIRA et al., 2015). Além do fato do ensaio promover maior celeridade na avaliação granulométrica, Pinheiro et al. (2018) apontam a alta repetibilidade, pequena quantidade de amostra necessária e possibilidade de identificar particular da ordem de 1 μm como outros pontos positivos.

No entanto, todo método tem suas vantagens e desvantagens, áreas de aplicação e limitações específicas. Em Bieganowski et al. (2018) é mostrada uma ampla revisão bibliográfica comparando os métodos convencionais de granulometria por sedimento com a técnica de difração a laser, a partir de vários autores citados. Os autores classificam as incertezas ou possíveis erros da difração a laser em seis grupos, alguns sendo duplamente dependentes, a saber:

- Pré-tratamento do solo: tamanho da amostra, dispersão do solo, manuseio da amostra pós-coleta, possível remoção de componentes do solo;
- Construção do equipamento (fabricante): número e localização de detectores, potência das sondas ultrassônicas, comprimento de onda da luz, tamanho do porta-amostra, construção das unidades de dispersão;
- Modelo de cálculo: pressupostos das Teorias de Mie e Fraunhofer;
- *Software*: forma da partícula, largura da distribuição e distribuição unimodal;
- Configurações dependentes do operador: fonte de luz, tempo de medição, velocidade da bomba e do agitador, poder do ultrassom;
- Pressupostos da difração a laser: carga superficial, esfericidade e isotropia das partículas do solo, conhecimento preliminar dos índices ópticos do solo, aleatoriedade na orientação das partículas do solo em relação ao laser.

O método de análise via seca por difração se demonstrou, segundo Papini (2003), satisfatório em relação ao método via úmida para pós-metálicos. Essa conclusão se deu pela redução considerável do tempo de preparação das amostras, além de garantir melhor dispersão devido a não aglomeração de partículas. Além disso, em amostras preparadas por via seca a avaliação a laser ocorre uma única vez, contrapondo partículas em meio líquido, o que concerne ao objetivo deste estudo. Britto et al. (2023) observaram que este método permite maior captação de partículas de siltes em comparação com o ensaio tradicional, constatando porcentagens de siltes significativamente maiores em relação à sedimentação.

Assim, este artigo tem como finalidade avaliar os resultados de análises granulométricas realizadas convencionalmente em comparação com o método de difração a laser com amostras preparadas por via seca, no qual o ar é o agente dispersante. Este método corresponde ao espalhamento de luz em que o tamanho da

partícula influencia no ângulo e intensidade do feixe de luz, sendo inversamente proporcionais (PAPINI, 2003).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O solo utilizado neste estudo foi coletado em um talude de corte nas obras da Rodovia José Neves Formighieri (BR-467), Toledo, Paraná. Esta região está localizada no contexto geológico da Bacia do Paraná, Grupo Serra Geral, Formação Cascavel, Membro Toledo (MINEROPAR, 2006). Trata-se de um solo residual de basalto, classificado como um silte de alta compressibilidade, definição obtida por meio dos ensaios de caracterização como granulometria e limites de consistência em amostra no mesmo local de estudo (WEISHEIMER et al., 2023).

Para este artigo, os resultados dos ensaios conduzidos por Weisheimer et al. (2023) foram utilizados para fins de comparação com os resultados obtidos pela difração a laser via seca. No trabalho citado, as amostras foram tratadas segundo a NBR 6457 (ABNT, 2016a), a qual determina o modo de preparo das amostras de solos submetidas a ensaios de caracterização, compressão e umidade. Ou seja, para análise granulométrica convencional, foram realizados ensaios de peneiramento e sedimentação, em que a amostra foi destorroada e passada na peneira de 2 mm. Todo material maior que 2 mm foi lavado, seco em estufa e submetido ao peneiramento grosso. Posteriormente, cerca de 70 g de solo passado na peneira de 2 mm foi dissolvido em 125 cm³ de solução de hexametáfosfato de sódio com concentração de 45,7 g de sal por 1.000 cm³ de solução (dispersão química) por 12 horas, e por fim submetido a dispersão mecânica, no copo dispersor por 15 minutos, obtendo-se assim, amostras para o ensaio de sedimentação e peneiramento fino.

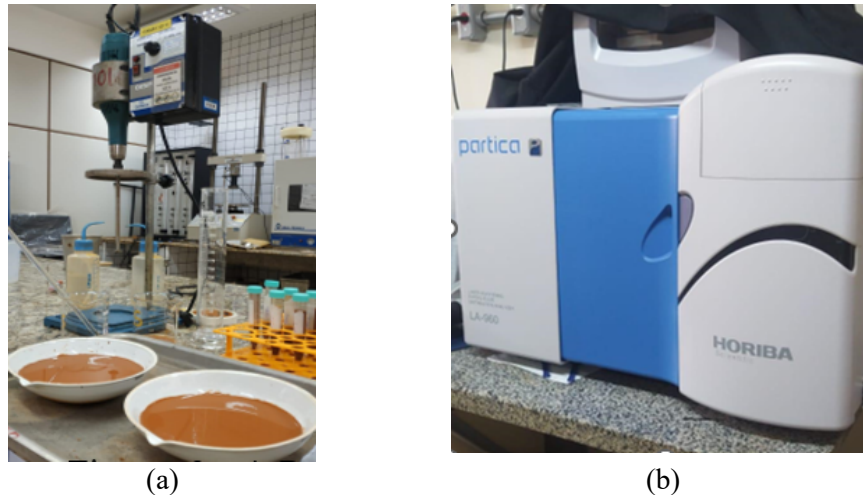
Existem várias normas recomendadas para o método de ensaio de difração a laser, como a ISO 13320, ISO 14488, ISO 14887, ASTM B 822-97, ASTM E 1458-92 (Jillavenkatesa et al., 2001). No entanto, em seu Guia Prático “*Particle Size Characterization*” (2001), Jillavenkatesa et al. (2001) afirma que o ideal é que sejam seguidas as recomendações do fabricante do equipamento utilizado, neste caso, a LA-960 Horiba. No site do fabricante é enfatizada a importância da amostragem representativa, para a qual as ISOs 13320 3 14488 recomendam a técnica de divisão de amostras, como principal objetivo a minimização de erros (HORIBA AN 154, 2018). Ademais, a ISO 13320/2020 informa que para a fase de dispersão da preparação da amostra o procedimento pode ser ajustado conforme o objetivo do ensaio, podendo ser dispersos em ar ou líquido.

Sendo assim, para os ensaios executados pelo granulômetro a laser decidiu-se por preparar as amostras também conforme a NBR 6457/2016. As amostras em questão correspondem aos solos residuais Jovem e Maduro da região Oeste do Paraná — identificados como SRJ e SRM, respectivamente — e separadas em 70g de material destorroado, peneirado na peneira de 2 mm e seco ao ar. A partir disso, as amostras foram particularizadas da seguinte forma:

- SRJ e SRM: passaram apenas pelo processo de peneiramento e destorroamento;
- SRJH e SRMH: foram imersas em 125 cm³ de hexametáfosfato de sódio — dispersão química — por no mínimo 12 horas (Figura 1.a), e dispersão mecânica por 15 minutos (mesmo tratamento que o convencional). Por fim, passaram pelo processo de secagem a 105 °C e novamente destorroadas.

Desta maneira, obteve-se duas amostras via seca de cada tipo de solo. Para a realização do ensaio, separou-se cerca de 5g de cada amostra em tubos tipo falcon.

O equipamento utilizado foi o analisador de tamanho de partículas a laser LA-960 Horiba, do Laboratório Central Analítica (LABCA) da UTFPR/Toledo, exibido na Figura 1.b. Ele é capaz de medir partículas, por via seca, em uma faixa que varia de 0,0001 mm até 3 mm. O método de medição do equipamento se baseia na Teoria do Espalhamento de Mie, recomendado para partículas menores que o comprimento de onda ($\lambda = 830,625$ nm), a partir do índice de refração do solo. O princípio do método de espalhamento de luz é que partículas menores dispersam luz em ângulos maiores, ao passo que com as partículas de diâmetro maior ocorre o oposto (HORIBA, 1996-2024).



(a) Solos em imersão em hexametáfosfato de sódio para dispersão.
(b) Granulômetro a laser LA-960.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Após submeter as frações das amostras ao Analisador de Tamanho de Partículas, os resultados foram obtidos em poucos minutos. O *software* do equipamento fornece os dados em formato de texto que podem ser convertidos facilmente para qualquer planilha eletrônica. Separou-se os dados em dois gráficos, sendo referentes à comparação dos tratamentos das amostras de cada tipo de solo (solo residual jovem e residual maduro).

Inicialmente, notou-se pouca concordância entre as três curvas e uma melhor captação de grãos menores na amostra SRJH (Figura 2) em relação à amostra SRJ. Isso se deve ao processo de preparação das amostras SRJH, pelo uso de dispersão química e mecânica. Além disso, os resultados das duas curvas de difração apresentaram um afastamento entre si, indicando a necessidade de separação das partículas através do uso de hexametáfosfato de sódio e agitação. Oliveira et al. (2015) já haviam reportado esta condição em que as amostras sem preparação prévia com hexametáfosfato distanciavam-se das curvas granulométricas esperadas.

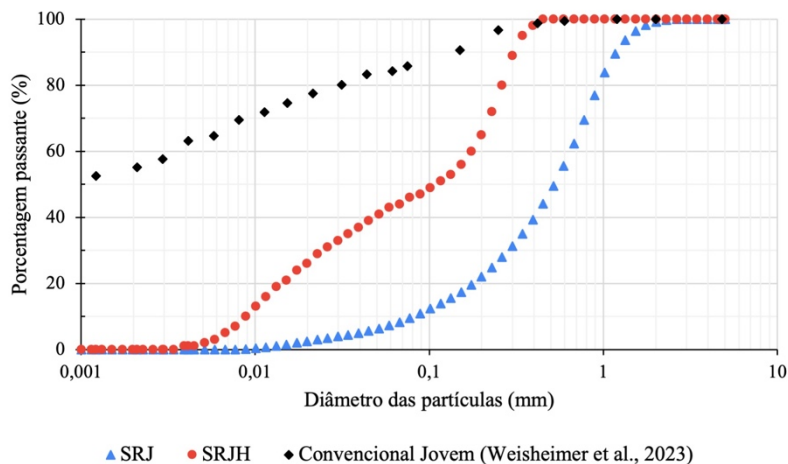


Figura 2. Comparação entre os métodos – solo residual jovem.

Posteriormente, na avaliação do solo residual maduro pode-se observar um comportamento análogo. Entretanto, apesar das curvas de difração se apresentarem próximas, é possível notar que a amostra SRM, a qual passou somente por processo de destorroamento e peneiramento, apresentou grãos aglutinados em maior proporção que o outro tratamento prévio, conforme apresentado na Figura 3. Este dado pode estar relacionado ao processo de preparação das amostras e a quantidade de argila, ou sua atividade, pois o SRM deve apresentar um material mais alterado quimicamente, portanto, mais passível de formação de torrões e grãos aglutinados.

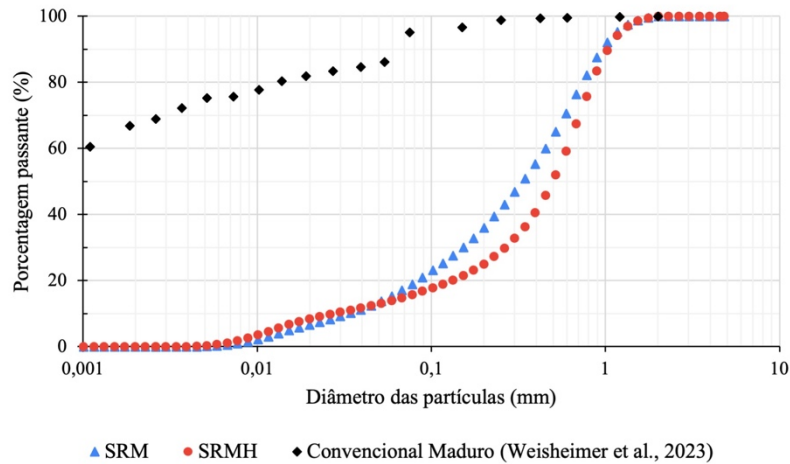


Figura 3. Comparação entre os métodos – solo residual maduro.

Avaliando a Figura 2 e Figura 3, pode-se notar que a dispersão química desempenhou papel importante na definição da granulometria do solo residual jovem (representado pelo afastamento entre as curvas SRJ e SRJH da Figura 2). Em contrapartida, tal efeito não se manifestou no solo residual maduro conforme se observa pelas curvas SRM e SRMJ da Figura 3. Ademais, neste ensaio não foi identificadas partículas menores que 0,002 mm, as quais caracterizam os grãos argilosos (ABNT NBR 6502, 2022), o que explica a divergência entre as curvas convencionais e de difração. Vale destacar que o equipamento utilizado é capaz de identificar partículas de até 0,0001 mm com amostras por via seca. Esta discordância pode ser explicada pela aglutinação dos grãos, com a formação de partículas maiores e então classificadas como outro tipo de material (areia, por exemplo).

De acordo com Britto et al. (2023), no ensaio de difração ocorre subestimação das partículas de argila proveniente da aglutinação dos grãos, favorecendo a identificação de grãos de silte em todas as amostras. Esta constatação vai parcialmente de acordo com os resultados compilados da Figura 4. Nela, observa-se que apesar da granulometria convencional ter caracterizado o material predominantemente como argila, as análises via difração a laser não identificaram nenhuma porcentagem de argila. Contudo, neste caso, houve um maior aumento da parcela de areia. As amostras SRJ e SRJH apresentaram, respectivamente, 7% e 43% de silte, 93% e 57% de partículas de areia. Em relação ao solo maduro, o uso de defloculante para o método de ensaio empregado, não influenciou o resultado. Neste caso as amostras SRM e SRMH apresentaram respectivamente 15% e 14% de silte e 85% e 86% de areia (Figura 4).

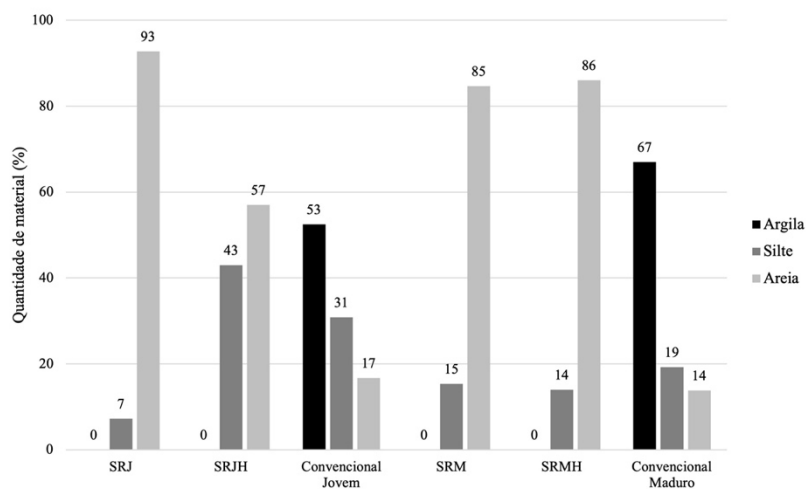


Figura 4. Descrição das amostras em porcentagem de partículas.

No ensaio convencional de sedimentação usado como referência, padronizado pela NBR 7181, encontrou-se material predominantemente argiloso. Identificou-se 53% como argila, 31% de silte e 17% de areia no solo residual jovem, enquanto o residual maduro apresentou 67% de argila, 19% e 14% de silte e areia, respectivamente (Figura 4).

A principal discrepância do ensaio realizado com o convencional se mostra na proporção de argila para a areia, sendo essa última encontrada em abundância nas amostras utilizadas no ensaio de difração enquanto não foi possível sequer identificar partículas menores que 0,002mm, tamanho tal que caracteriza o solo argiloso (ABNT NBR 6502, 2022). Diante disso, verificou-se novamente que os processos de secagem e destorroamento podem ser apontados como fatores determinantes para a aglutinação dos grãos. Desse modo, a incompleta dispersão das partículas determinou menor teor de argila neste ensaio se comparado à sedimentação, assim como constatou Britto et al. (2023).

Além disso, outra disparidade entre os ensaios está relacionada à classificação final do solo em questão, em que na granulometria convencional o solo analisado foi definido como material de granulação fina com base nos ensaios de sedimentação e peneiramento. Todavia, no ensaio de difração a laser via seca, o material apresentou porcentagem inferiores a: 10% (SRJ), 46% (SRJH) e cerca de 18% (SRM e SRMH) de grãos menores que 0,075 mm, classificando-se como solo de granulação grosseira, condizente também com a alta porcentagem de areia.

4 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos, verificou-se que partículas argilosas não foram identificadas pelo granulômetro a laser através do processo de preparação de amostras via seca. Em primeiro momento, pode-se apontar as etapas de preparação das amostras como fator determinante na não detecção de grãos menores. Assim, os processos de secagem e o destorroamento mostraram-se ineficazes e influenciaram na curva granulométrica. Por outro lado, o uso do defloculante e dispersão mecânica teve efeito na amostra de solo residual jovem, resultando em 43% de silte. Já no solo residual maduro, as diferentes metodologias de preparação não apresentaram influência no resultado.

Ao comparar com o ensaio convencional, a principal diferença observada se deu na detecção de argila na porção fina, a qual no método convencional é identificada no ensaio de sedimentação. É importante ressaltar que o método utilizado restringe a representatividade da amostra ensaiada, que passa a ser de cerca de 5g. Portanto, são necessários estudos adicionais para investigar como o processo de preparação das amostras e a limitação da representatividade podem influenciar na análise granulométrica deste solo.

Os resultados obtidos reforçam que a subestimação de partículas mais finas usando a técnica do granulômetro a laser pode ocorrer, conforme reportado por outros estudos, como Britto et al. (2023). Por fim conclui-se que o método de difração a laser é uma ferramenta viável desde que sejam adotados métodos de preparação de amostras adequados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Associação Brasileira de Normas Técnicas (2016a). NBR 6457. *Amostras de solo - Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização*. Rio de Janeiro.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas (2016b). NBR 7181. *Solo - Análise granulométrica*. Rio de Janeiro.
- Associação Brasileira de Normas Técnicas (2022). NBR 6502. *Solo e Rochas - Terminologia*. Rio de Janeiro.
- Bieganski, A.; Ryzak, M.; Sochan, A.; Barna, G.; Hernádi, H.; Beczek, M.; Polakowski, C.; Makó, A. (2018) Laser diffractometry in the measurements of soil and sediment particle size distribution. *Advances in Agronomy*, v. 151, p. 215-279. <https://doi.org/10.1016/bs.agron.2018.04.003>
- Britto, T. S. S., Muñoz, Y. O., Costa, W. G. S., Perretto, F., Izzo, R. L. S. (2023) Análise comparativa de curvas granulométricas obtidas pelo método de sedimentação e por difração a laser. *XIII Simpósio de Práticas de Engenharia Geotécnica da Região Sul*, Ponta Grossa. *Anais... ABMS*. v. 1, p. 312-316.

em:

<<https://drive.google.com/file/d/1Euos29WqRnqVbSx3W9BGe5cKdyK9PIN6/view?usp=sharing>>.
Acesso em: 21 mar. 2024.

Horiba, Ltd. (2018) *Application Note 154 - Dry Method Development*. Disponível em:
<https://static.horiba.com/fileadmin/Horiba/Technology/Measurement_Techniques/Material_Characterization/Static_Light_Scattering_SLS_/AN154_Dry_Method_Development_for_Laser_Diffraction.pdf>.
Acesso em: 01 abr. 2024.

Horiba, Ltd. (1996-2024). Disponível em: <<https://www.horiba.com/int/scientific/>>. Acesso em: 01 abr. 2024.

ISO/FDIS 13320 (2020) *Particle Size Analysis - Laser Diffraction Methods*, International Organization for Standardization, Geneva.

Jillavenkatesa, A.; Dapkunas, S. J.; LU M L.H. Goetzel, G. C. (2001) *Particle Size Characterization, NIST Recommended Practice guide - Special Publication 960-1, Washington*. Disponível em:
<<https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/Legacy/SP/nistspecialpublication960-1.pdf>>. Acesso em: 24 abr. 2024.

Mineropar. (2006) *Atlas Geológico do Estado do Paraná*. Secretaria de Estado da Indústria, do Comércio e do Turismo. Minerais do Paraná S/A – Mineropar, Curitiba.

Oliveira, T. G., Mendes, G. da C., Pereira, E. L., Ferreira, L. D. (2015) Análise Comparativa entre o Granulômetro a Laser e o Método Convencional de Granulometria por Sedimentação. *XIX Congresso Brasileiro de Mecânica dos Solos e Engenharia Geotécnica*, [s. l.]. Disponível em:
<https://www.researchgate.net/publication/309219852_Analise_comparativa_entre_o_granulometro_a_laser_e_o_metodo_convencional_de_granulometria_por_sedimentacao>. Acesso em: 19 mar. 2024.

Papini, C. J. (2003) *Estudo comparativo de métodos de determinação do tamanho de partícula*. 129f. Dissertação de Mestrado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo. Disponível em:
<http://pelicano.ipen.br/PosG30/TextoCompleto/Claudemir%20Jose%20Papini_M.pdf>. Acesso em: 25 mar. 2024.

Pinheiro, P. O., Arantes, L. A., Pereira, E. L., Ferreira, L. D., Gomes, R. C. (2018) Proposta de utilização do granulômetro a laser para a determinação da distribuição granulométrica de rejeitos finos de mineração. *XIX Congresso Brasileiro de Mecânica dos Solos e Engenharia Geotécnica*. Disponível em:
<https://www.researchgate.net/publication/346713726_Proposta_de_utilizacao_do_granulometro_a_laser_para_a_determinacao_da_distribuicao_granulometrica_de_rejeitos_finos_de_mineracao>. Acesso em: 19 mar. 2024.

Weisheimer, S.I., Barreto, Y.S.L., Costa, G.A.S., Oliveira, P.C., Ito, W.H. (2023) Amostragem e caracterização preliminar de um solo residual de basalto do oeste do Paraná – práticas de campo e laboratório. In: *XIII Simpósio de Práticas de Engenharia Geotécnica da Região Sul - GEOSUL*, Ponta Grossa. *Anais...* ABMS. v. 1, p. 317-324.