



UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA ELÉTRICA



Projeto de Formatura

Aperfeiçoamento de um analisador granulométrico baseado em
atenuação de raios gama

Aluno: Carlos César de Mattos

Orientador: Adílson Gonzaga

São Carlos
2014

Carlos César de Mattos

**Aperfeiçoamento de um analisador granulométrico baseado em
atenuação de raios gama**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado
à Escola de Engenharia de São Carlos, da
Universidade de São Paulo

Curso de Engenharia Elétrica com ênfase em
Eletrônica

Área de concentração: Instrumentação
Agropecuária

Orientador: Adílson Gonzaga

São Carlos

2014

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO,
POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS
DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Mattos, Carlos César de
M444a Aperfeiçoamento de um analisador granulométrico baseado
em atenuação de raios gama / Carlos César de Mattos;
orientador Adilson Gonzaga. São Carlos, 2014.

Monografia (Graduação em Engenharia Elétrica com
ênfase em Eletrônica) -- Escola de Engenharia de São
Carlos da Universidade de São Paulo, 2014.

1. Instrumentação Agropecuária. 2. Análise
granulométrica. 3. Atenuação de raios gama . I. Título.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Nome: Carlos Cesar de Mattos

Título: "Aperfeiçoamento de um analisador granulométrico baseado em atenuação de raios gama"

Trabalho de Conclusão de Curso defendido e aprovado
em 24 / 11 / 2014,

com NOTA 8,0 (OITO, ZERO), pela Comissão Julgadora:

Prof. Associado Adilson Gonzaga - (Orientador - SEL/EESC/USP)

Dr. Renato Varoto - (SEL/EESC/USP)

Mestre Rafael Frederico Fonseca - (Doutorando - UFSCar)

Coordenador da CoC-Engenharia Elétrica - EESC/USP:
Prof. Associado Homero Schiabel

Agradecimentos

Ao meu pai Carlos Mattos, minha mãe Ana Mattos e minha irmã Nathalia Mattos pelo apoio e suporte durante toda a graduação.

Ao Dr. João de Mendonça Naime pela oportunidade de realizar este projeto, e orientação fornecida nas horas de dúvida.

Aos amigos e companheiros de trabalho Luis Aparecido de Godoy e Jorge Luis Novi pelos dias de trabalho juntos, pelo conhecimento transmitido e pela ajuda e empenho quanto ao projeto mecânico e usinagem dos materiais.

Resumo

Este trabalho visou o aperfeiçoamento de um analisador granulométrico de solos baseado em atenuação de raios gama. Para isso, o analisador desenvolvido por Naime et al. (2001) foi estudado buscando-se pontos onde seria possível realizar aperfeiçoamentos. Foi desenvolvido novo projeto mecânico promovendo independência entre as plataformas da Fonte/Detector e plataforma do agitador, e um novo portador de amostras, que propiciou um aumento na capacidade de amostras de 10 para 40. Foi desenvolvido um novo sistema eletrônico para o analisador que possibilitou a independência de computador externo para o funcionamento do analisador e uma modernização do equipamento. Para adequação ao novo sistema eletrônico foi desenvolvido um Software utilizando Borland C++. Foram introduzidas mudanças no método de calibração da fonte radioativa e no tamanho das cubetas. Para validação e avaliação do analisador desenvolvido, foram realizados testes comparativos entre os dois analisadores incluindo tempo de análise e resultado das análises.

Palavras-chave: Análise granulométrica, atenuação de raios gama, instrumentação agropecuária.

Abstract

This work aimed at the improvement of a soil particle-size analyzer based on gamma ray attenuation. For this purpose, the analyzer developed by Naime et al. (2001) was studied seeking for points where it would be possible to make improvements. It was introduced new mechanical design promoting independence among the source / detector platform and mixer platform, and a new sample carrier, which allowed an increase in capacity from 10 to 40 samples. A new electronic system that allowed independence from external computer for analyzer operation and brought modernization to the equipment was developed. To adapt the software to the new electronic system was developed a Software using Borland C ++. Changes were made to the calibration method of the radioactive source and the size of the buckets. For the analyzer validation was performed some tests and comparisons between the two analyzers including time of analysis and results of the analysis tests.

Key words: granulometric analysis, gamma ray attenuation, agricultural instrumentation.

Lista de Figuras

Figura 1 - Curva de distribuição granulométrica.	20
Figura 2 - Curva de distribuição granulométrica acumulada.....	21
Figura 3 - Triângulo de análise textural.	22
Figura 4 - Exemplo de equipamento para análise granulométrica de solos por peneiramento.	23
Figura 5 - Hidrômetro da ASTM, modelo 152 H.....	28
Figura 6 - Analisador granulométrico de solos desenvolvido por Naime et al. (2001).....	37
Figura 7 - Desenho esquemático do sistema de medida do analisador granulométrico. Fonte: Naime et al. (2001)	38
Figura 8 - Software durante uma análise granulométrica completa. Fonte: Naime et al.(2001).....	39
Figura 9 - Novo analisador granulométrico - Detalhe para o carrossel de amostras circular.....	43
Figura 10 - Novo analisador granulométrico - Visão geral sem carenagem. .	44
Figura 11 - Novo analisador granulométrico - Visão geral com carenagem. .	45
Figura 12 - Novo analisador granulométrico - Detalhe para o sistema de motor e polia que movimenta o carrossel de amostras.	45
Figura 13 - Diferentes tipos de cubetas.	46
Figura 14 - Esquemático simplificado do sistema eletrônico e cadeia nuclear do novo analisador.....	48
Figura 15 - Sistema eletrônico do novo analisador granulométrico.	49
Figura 16 - Chave óptica instalada no limite superior da plataforma do agitador.	50
Figura 17 - MicroSwitch no limite de curso da plataforma do motor agitador.	51
Figura 18 - Recipiente de chumbo para fonte e colimadores.	52
Figura 19 - Plataforma da fonte e detector já alinhados à laser.	52
Figura 20 - Software desenvolvido - Manutenção.....	54
Figura 21 - Software desenvolvido - Análise granulométrica completa.	55
Figura 22 - Software desenvolvido - Gráficos.....	56
Figura 23 - Software desenvolvido - Gráfico de distribuição acumulada de tamanho de partículas de uma amostra.....	57

Figura 24 - Software desenvolvido - Análise Textural.....	58
Figura 25 - Cubeta 5cm vs Cubeta 2,5cm - Amostra 1.....	61
Figura 26 - Cubeta 5cm vs Cubeta 2,5cm - Amostra 2.....	61
Figura 27 - Cubeta 5cm vs Cubeta 2,5cm - Amostra 3.....	62
Figura 28 - Analisador 1 vs. Analisador 2 - Amostra 1.....	63
Figura 29 - Analisador 1 vs. Analisador 2 - Amostra 2.....	63
Figura 30 - Analisador 1 vs. Analisador 2 - Amostra 3.....	64

Sumário

Agradecimentos.....	7
Resumo	9
Abstract	11
Lista de Figuras	13
Sumário	15
1 Introdução.....	17
1.1 Apresentação	17
1.2 Objetivos	17
2 Fundamentos Teóricos	19
2.1 Análise Granulométrica de Solos	19
2.1.1 Escalas granulométricas e formas de representação	20
2.2 Métodos de análise	22
2.2.1 Análise por peneiramento	22
2.2.2 Métodos por sedimentação e Lei de Stokes	24
2.2.3 Método da Pipeta.....	25
2.2.4 Método do hidrômetro (densímetro).....	27
2.2.5 Métodos que utilizam instrumentação eletrônica	29
2.3 Radiação Gama	30
2.3.1 Interação da radiação gama com a matéria.....	31
2.3.2 Atenuação da radiação pela matéria	32
2.4 O Analisador Qualisolo.....	34
2.4.1 Método de análise.....	35
2.4.2 Descrição do analisador	36
2.4.3 Procedimento para análise	39

2.4.4	Validação do equipamento	41
3	Materiais e Métodos.....	42
3.1	Novo projeto mecânico e evolução do carrossel de amostras	42
3.2	Alteração no tamanho das cubetas	45
3.3	Eletrônica e cadeia nuclear	46
3.4	Software	52
3.5	Calibração da fonte	58
4	Resultados e Discussão	60
4.1	Alteração cubetas.....	60
4.2	Analisador 1 vs. Analisador 2.....	62
4.3	Tempo de Análise	65
5	Conclusão.....	66
5.1	Sugestões para trabalhos futuros.....	66
6	Referências Bibliográficas	67

1 Introdução

1.1 Apresentação

Pode-se definir solo como a camada superficial da Litosfera na qual o homem desenvolve suas atividades de agricultura, pecuária e silvicultura, com a finalidade de produzir alimentos e fibras, incluindo também reservas naturais. É fator crucial para sobrevivência da sociedade, como fonte de alimentos, energia, moradia e tem importância fundamental para reciclagem de água e resíduos gerados pela sociedade. Desta forma, é de grande importância para a sociedade o entendimento do solo em seus diversos aspectos.

O alvo deste trabalho é a física dos solos, mais especificamente a granulometria de solos. Granulometria de solos é o estudo do solo quanto ao tamanho de suas partículas, seu estudo proporciona ao cientista de solo informações necessárias para que se possa prever o comportamento da água, pesticidas e fertilizantes no solo.

O equipamento em estudo é um analisador granulométrico de solos baseado em atenuação de raios gama, que é capaz de fornecer estas informações de forma rápida e precisa.

1.2 Objetivos

O objetivo principal deste trabalho foi apresentar novas soluções para o aperfeiçoamento de um analisador granulométrico de solos baseado em raios gama. Para isso, foram feitas mudanças na estrutura mecânica do equipamento, eletrônica e software utilizados. Com as evoluções propostas, espera-se que o novo analisador obtenha um melhor desempenho através de uma modernização de hardware e software, aumento de sua capacidade e aumento na velocidade das análises.

Após propor e implementar as mudanças, o novo equipamento passou por testes de desempenho, permitindo assim a comparação com o equipamento original e conclusões sobre este trabalho.

Inicialmente são abordados temas fundamentais para a compreensão do analisador tais como uma breve introdução à granulometria de solos, tecnologias e métodos de análise existentes, e funcionamento do equipamento em questão, incluindo a metodologia de análise utilizada,

Em seguida, são relatadas as mudanças propostas e seu processo de implementação, e posteriormente os testes e resultados obtidos. Ao final, são apresentadas as conclusões e sugestões para trabalhos futuros.

2 Fundamentos Teóricos

2.1 Análise Granulométrica de Solos

O termo granulometria significa, literalmente, medida de tamanho dos grãos. Certos materiais, minerais ou não, apresentam-se natural ou artificialmente sob a forma de partículas e grãos. Frequentemente, sendo a granulometria desses materiais uma de suas propriedades físicas fundamentais, há interesse em conhecer a distribuição granulométrica desses materiais de caráter fragmentar, granular ou pulverizado. A análise que permite estabelecer uma expressão quantitativa de distribuição granulométrica é conhecida como análise granulométrica ou análise mecânica (SUGUIO, 1973).

O termo “análise mecânica de solos” foi introduzido na literatura no primeiro ano do século XIX (KRUMBEIN, 1932). Este é hoje conhecido como análise granulométrica de solos e pode ser definido como a distribuição do tamanho das partículas primárias de sua fase sólida, baseada nos diâmetros equivalentes destas partículas. Aquelas menores que 2 mm são geralmente divididas em três frações: areia, silte e argila. Vários sistemas de classificação têm definido diferentes limites para estas frações.

A análise granulométrica de solos é muito utilizada para estimar algumas de suas propriedades hidráulicas, entre elas a curva de retenção de água. As funções de pedotransferência entre os tamanhos de partículas e a umidade obtida a partir da curva de retenção de água no solo, evidenciam a estreita relação entre essas propriedades (ARYA; PARIS, 1981). O conhecimento da função da fração argila no solo não é recente, especialmente em relação a sua atividade na adsorção e fornecimento de água às plantas (ALBRECHT; MCCALLA, 1938). Salter, Berry e Williams (1966) estudando a influência da textura na umidade do solo, concluíram que a capacidade de água disponível do solo é inversamente proporcional ao percentual de areia grossa e diretamente proporcional ao percentual de partículas finas.

2.1.1 Escalas granulométricas e formas de representação

A escala granulométrica adotada no Brasil, é a escala sugerida pelo Departamento de Agricultura dos Estados Unidos-USDA, a fração areia tem diâmetro compreendido entre 2,00 e 0,05 mm, o silte de 0,05 - 0,002 mm e a argila < 0,002 mm. É uma das mais comuns em todas as determinações na área de física de solos, frequentemente utilizada na classificação textural de solos, curvas de distribuição do tamanho das partículas, cujos dados servem como base para estimar propriedades hidráulicas do solo (HWANG; POWERS, 2003).

Uma das formas mais encontradas para representação gráfica de análises granulométricas é o gráfico chamado de curva de frequência granulométrica. Neste tipo de gráfico, tem-se no eixo vertical a frequência percentual, e no eixo horizontal os tamanhos de partículas, como pode ser visto na Figura 1.

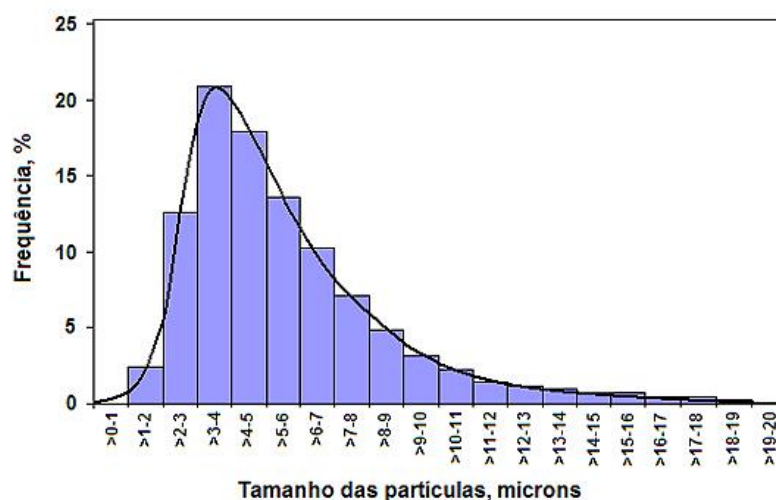


Figura 1 - Curva de distribuição granulométrica.

Frequentemente são encontradas curvas de distribuição acumulada (Figura 2), que também fornecem uma boa visualização das distribuições granulométricas, com a vantagem de extrair rapidamente do gráfico as porcentagens de partículas menores ou maiores do que um determinado tamanho.

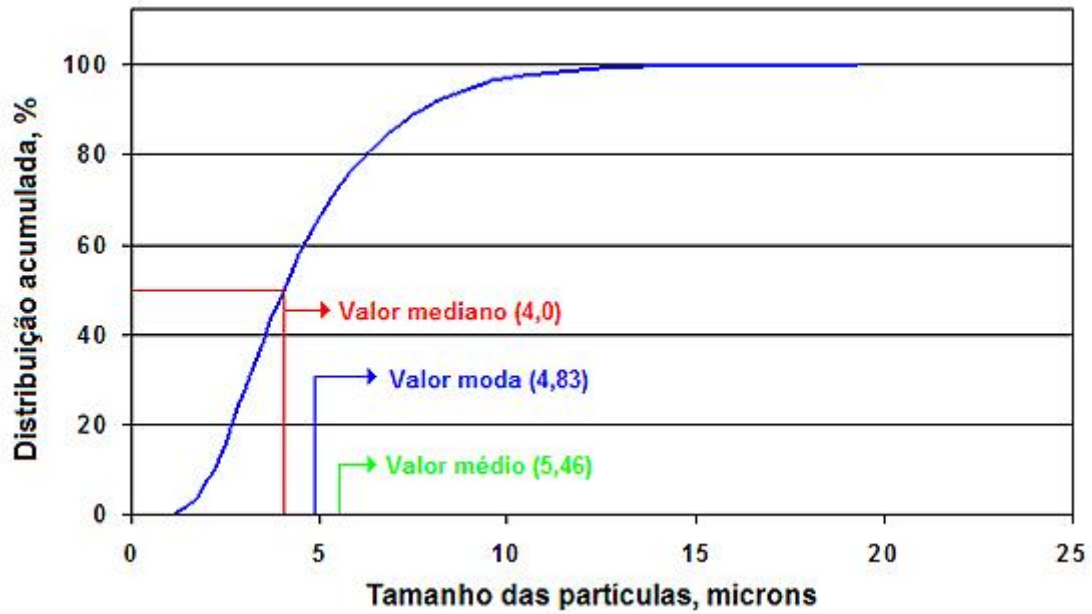


Figura 2 - Curva de distribuição granulométrica acumulada.

Para representações onde se deseja comparar somente os percentuais de areia, silte e argila, pode ser usado um diagrama de três variáveis chamado triângulo de análise textural, Figura 3. Traz a vantagem de fornecer, a partir das frações do solo, uma descrição qualitativa.

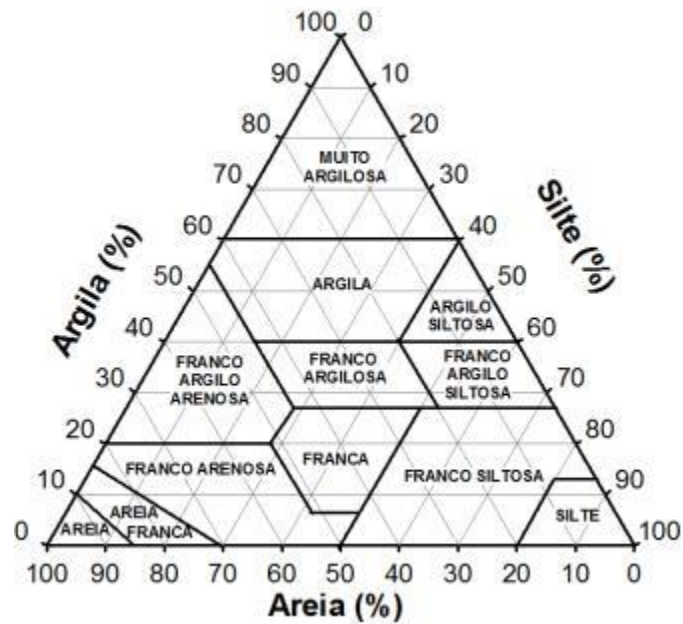


Figura 3 - Triângulo de análise textural.

2.2 Métodos de análise

Diversas técnicas em análise granulométrica de solos estão disponíveis na literatura (MCTAINSH; LYNCH; HALES, 1997). Uma grande parte destas estão resumidas e discutidas em McCave e Syvitski (1991). De modo geral, os diferentes métodos incluem peneiramento; peneiramento combinado com sedimentação e métodos de sedimentação.

Os procedimentos para análise pelos métodos de sedimentação podem ser resumidos em três etapas: o pré-tratamento das amostras, para remoção de agentes cimentantes e floculantes; dispersão das amostras e quantificação das frações do solo.

São descritos aqui, em linhas gerais, os principais métodos encontrados na literatura.

2.2.1 Análise por peneiramento

Para a análise por peneiramento, utilizam-se peneiras que possuem telas com malhas padronizadas, que geralmente podem ser combinadas seguindo a

escala granulométrica adotada. Pode ser montado um conjunto de peneiras colocando-se várias peneiras uma sobre a outra por meio de encaixes, com a malha aumentando de baixo para cima. Desta maneira, os grãos que permanecerem em uma determinada peneira, após o peneiramento, são maiores que a abertura da malha daquela peneira, mas menores que da peneira superposta.

Este processo pode ser feito manualmente, ou utilizando equipamento de peneiramento automático, como o mostrado na Figura 4.

Após o término do peneiramento as frações obtidas são pesadas e obtém-se a análise granulométrica.



Figura 4 - Exemplo de equipamento para análise granulométrica de solos por peneiramento.

O fator mais importante para o peneiramento é que o material esteja bem seco, pois com um umidade superficial de cerca de 1% a 2% já estão presentes forças adesivas, que em grãos com menos de 1mm de diâmetro atingem valores correspondentes ao peso do grão (SUGUIO, 1973).

Outros fatores à serem levados em conta são o grau de eficiência do peneiramento, tempo de peneiramento e imprecisões nas malhas das peneiras.

2.2.2 Métodos por sedimentação e Lei de Stokes

Já nos métodos de sedimentação o tamanho das partículas é determinado com base na medida do seu tempo de queda num líquido. Dois destes métodos mais comumente usados são o da pipeta e o do densímetro (GEE; BAUDER, 1986).

Um dos princípios fundamentais em que esses métodos se baseiam é de que pequenas partículas decantam com velocidades constantes em água ou outros fluidos. Estas partículas atingem velocidade constante, em meio fluido, tão logo a resistência do fluido se iguale à força de gravidade que age sobre a partícula. Em geral, a velocidade de decantação das partículas depende do seu raio, da sua forma, da sua densidade, da sua textura de superfície e da densidade e viscosidade do fluido (SUGUIO, 1973).

Stokes(1851) estudou a velocidade de queda de esferas em cilindros com líquidos de diferentes viscosidades, e chegou a fórmula empírica que dá o valor da resistência que um fluido oferece à movimentação em seu meio.

$$R = 6\pi \cdot r \cdot \eta \cdot v$$

Onde,

R [g.cm/s²] é resistência à queda; r [cm] é o raio da esfera; η [poise] é a viscosidade do fluido; e v [cm/s] é a velocidade de queda.

A Lei de Stokes somente é perfeita em certas condições ideais. De acordo com o resumo de Müller (1967), as condições para a perfeita validade da lei de Stokes para sedimentação em fluido são:

- 1) As “partículas” do fluido devem ser muito pequenas em relação às partículas sólidas em queda. Esta condição é satisfatória quando os corpos em queda são 10^4 a 10^7 vezes maiores que as moléculas do fluido.
- 2) O fluido deve ser de extensão “infinita” em relação às partículas em queda. Esta condição é aproximadamente satisfeita, quando o diâmetro do cilindro de sedimentação é de no mínimo 5 cm.
- 3) As partículas sólidas devem ser lisas e rígidas.
- 4) Não deve haver atrito entre o fluido e a partícula.
- 5) A velocidade de queda deve ser bem baixa.

6) As partículas devem ser esferas perfeitas.

É desejável que se obtenha uma fórmula que obtenha diretamente a velocidade de queda das partículas. Esse desenvolvimento pode ser obtido através da análise das forças atuando na partícula, que são a força de resistência do fluido, força gravitacional e força de empuxo. Como é mostrado em (SUGUIO, 1973), tem-se :

$$v = \frac{2 \cdot g \cdot r^2 (d_p - d_w)}{9\eta}$$

onde v [cm s^{-1}] é a velocidade de queda da partícula, g [cm s^{-2}] é a aceleração gravitacional, r [cm] é o raio da partícula, d_p [g cm^{-3}] é a densidade da partícula, d_w [g cm^{-3}] é a densidade do fluido e η [poise] é a viscosidade do fluido.

Esses métodos consideram, via de regra, a sedimentação de partículas teoricamente esféricas e em regime de fluxo laminar (não turbulento), conforme sugere a Lei de Stokes. A partir da velocidade de queda é calculado o tempo necessário para que uma partícula do solo de determinado diâmetro seja sedimentada.

O material que permanece nessa suspensão aquosa pode ser quantificado de duas maneiras: por coleta de alíquotas (método da pipeta, micro-pipeta) ou a partir de sua densidade (método do hidrômetro) e, expresso em massa.

2.2.3 Método da Pipeta

É um método por sedimentação, baseado nas mudanças de concentração de partículas em uma suspensão originalmente uniforme, pela tomada de várias amostras com uma pipeta, em intervalos de tempo definidos, em profundidade que corresponde à do material que acabara de sedimentar naquele momento. A análise granulométrica é feita a partir das mudanças na concentração do material em suspensão, que são obtidas pela pesagem do resíduo seco de cada pipetagem.

Entre todos os métodos de análise granulométrica de solos, o método da pipeta foi o que recebeu maior aceitação em virtude da simplicidade de operação e do equipamento requerido.

Em 1926, este método tornou-se padrão para análises de rotina devido à recomendação do subcomitê da “Agricultural Education Association” da Grã-Bretanha, após comparar diversos métodos para análise granulométrica de solos (COMBER *et al.*, 1926). Atualmente, apesar da evolução tecnológica, que tem proporcionado o surgimento de novos equipamentos e métodos, o da pipeta ainda é mantido como referência na avaliação da precisão e exatidão de outros métodos (RYŻAK; BIEGANOWSKI; WALCZAK, 2007).

O procedimento seguido neste método após o pré-tratamento e dispersão das amostras, consiste em pipetar uma subamostra de um solo em suspensão aquosa mantida numa proveta de 1 L, após o tempo t [s] de sedimentação, a uma profundidade h [cm] da suspensão abaixo da qual todas as partículas com diâmetro maior que d [μm] encontram-se sedimentadas. Segundo a Lei de Stokes, o tempo t [s], que determina o momento da coleta da fração argila, a uma determinada temperatura, é dado por:

$$t = \frac{18 \cdot h \cdot \eta}{d^2 \cdot g \cdot (D_p - D_w)}$$

onde η [poise] é a viscosidade da solução, g [m/s^2] é a aceleração da gravidade, D_w [g/cm^3] é a densidade da solução, e D_p [g/cm^3] é a densidade das partículas de solo.

A viscosidade da solução (η) e densidade da solução (D_w) em função da temperatura são calculadas pelas equações abaixo, respectivamente:

$$\eta = \eta_{\text{agua}}(1 + 4,25C_s)$$

$$D_w = D_{\text{agua}}(1 + 0,63C_s)$$

onde, η_{agua} é a viscosidade da água; D_{agua} é a densidade da água, ambas em função da temperatura, obtidas a partir de tabelas; e C_s , a concentração do dispersante químico.

A fração argila, sifonada pela pipeta, é seca em estufa e pesada. A fração areia, separada por peneiramento ($< 53 \mu\text{m}$), logo após a dispersão, é obtida gravimetricamente. O percentual de silte é calculado pela diferença: $100 - (\text{Areia} + \text{Argila}) \%$. Maiores detalhes podem ser encontrados em Day (1965), Gee e Bauder (1986), e, mais recentemente, em Gee e Or (2002).

Uma desvantagem do método pipeta é requerer uma quantidade substancial de tempo e mão-de-obra para execução da análise. O momento da coleta da subamostra pela pipeta, a uma determinada profundidade (10 cm), para determinar fração argila ($< 2 \mu\text{m}$) depende da temperatura da suspensão, que para 20°C exige pelo menos 8 h de sedimentação. Conseqüentemente, pesquisadores preferem utilizar o método do hidrômetro, mais rápido, principalmente quando se têm grande quantidade de amostras (INDORANTE *et al.*, 1990).

2.2.4 Método do hidrômetro (densímetro)

O método do hidrômetro, também chamado de método de Bouyoucos, baseia-se no princípio da taxa de sedimentação ser proporcional ao tamanho da partícula de solo. Assim, as partículas de areia se sedimentam mais rapidamente que as de silte, que por sua vez se sedimentam mais rápido que as de argila. Um dos pioneiros a usar o hidrômetro para estimar a quantidade de sólidos em uma suspensão de solução de solo foi Bouyoucos (1927, 1951, 1962). Nestes métodos, as percentagens de areia, silte e argila são obtidas a partir de leituras no hidrômetro em 40 s, 4 min e 2h, respectivamente. Desses métodos, o sugerido por Bouyoucos (1962) ainda é muito utilizado atualmente em análises de rotina por várias universidades e institutos de pesquisas. Este se baseia em apenas duas leituras no hidrômetro (40 s e 2 h). Segundo Walter, Hallberg, e Fenton (1978), tanto o método do densímetro como o da pipeta, se forem seguidos os procedimentos de pré-tratamento das amostras, fornecem resultados comparáveis.

O hidrômetro recomendado pela “American Society for Testing and Materials” (ASTM), tido como padrão, é o modelo nº 152H, com escala de Bouyoucos em g L^{-1} (Figura 5). Este instrumento fornece, em determinado tempo, uma leitura que tem relação direta com uma dada profundidade linear efetiva de leitura, a qual varia em função da densidade das partículas sólidas em suspensão. Portanto, a partir da Lei

de Stokes, é possível calcular o diâmetro médio das partículas em uma suspensão de solução de solo.



Figura 5 - Hidrômetro da ASTM, modelo 152 H.

Apesar de muito utilizado, esse método não é recomendado por alguns autores devido aos erros nas estimativas dos conteúdos de areia e argila (GEE; BAUDER, 1979; ASHWORTH et al.,2001). Bohn e Gebhardt (1989) ratificam esta desvantagem ao afirmarem que os problemas deste método se relacionam aos diferentes tempos de leituras na determinação das frações do solo. A validade do método de Bouyoucos (1962) foi também questionada por Gee e Bauder (1986), os quais argumentaram que os tempos de sedimentação adotados empiricamente eram incompatíveis com as exigências da teoria de sedimentação. Estes autores observaram que leituras efetuadas aos 40 s, subestimam em 5 % a fração areia quando se compara com o percentual obtido gravimetricamente, após lavagem e pesagem da areia retida em peneira com abertura de 53 μm . Com relação à fração argila, determinada pela leitura de 2 h, seu valor pode exceder em 10 % ou mais que o real (MILLER; RADCLIFFE; MILLER, 1988; GEE; BAUDER, 1979).

Gee e Or (2002) propuseram um método mais completo utilizando hidrômetro e baseado em adaptações da metodologia sugerida por Day (1965), a qual foi modificada por Gee e Bauder (1986) e American Society for Testing and Materials - ASTM (2000). Segundo os autores, este método permite medições não destrutivas da suspensão da solução do solo que contém as frações granulométricas em processo de sedimentação. São realizadas medidas nessa suspensão em nove intervalos de tempo pré-determinados (0,5; 1; 3; 10; 30; 60; 90; 120 e 1440 min), permitindo-se quantificar detalhadamente a distribuição dos tamanhos das partículas. Os autores ainda sugeriram algumas adaptações nesse método, que incluem a redução das leituras, originando o “método do hidrômetro com quatro leituras” (0,5; 1; 90 e 1440 min), mais simples e rápido. Apesar do método do hidrômetro reduzir o tempo de análise quando comparado com o da pipeta, ainda não é suficientemente rápido para análises de rotina (SUR; SINGH; MAHLI, 1977).

Indorante *et al.* (1990), estudando o método da pipeta, propuseram uma adaptação no método descrito em Day (1965), similar ao Gee e Bauder (1986). No novo procedimento, a dispersão e a coleta da fração argila (pipeta volumétrica) são realizadas no mesmo recipiente, denominado pelos autores de Fleaker, que é um frasco de vidro com capacidade para 500 mL, com tampa de borracha, originado da combinação do béquer e erlenmeyer. Os autores concluíram que a nova metodologia reduziu o tempo de análise em 2 h, aumentando em até 48 % a quantidade de amostras analisadas.

2.2.5 Métodos que utilizam instrumentação eletrônica

O progresso tecnológico em eletrônica nos últimos anos permitiu o uso de novos métodos para análise granulométrica, tais como o método de difração a laser (COOPER; HAVERLAND; HENDRICKS, 1984; BUURMAN; PAPE; MUGGLER, 1997; KONERT; VANDENBERGHE, 1997; BEUSELINCK *et al.*, 1998), atenuação de raios X (BUCHAN *et al.*, 1993; BORKOVEC *et al.*, 1993), atenuação de raios gama (KARSTEN; KOTZE, 1984; OLIVEIRA *et al.*, 1997; ELIAS; BACCHI; REICHARDT, 1999), e espalhamento estático e dinâmico da luz (WU; BORKOVEC; STICHER, 1993). Dentre esses está o método desenvolvido por Vaz *et al.* (1992) utilizando atenuação de raios gama, que é alvo de estudo nesse trabalho.

Apesar destes métodos possuírem elevada importância acadêmica, não se tornaram populares nos laboratórios de análises de solos, principalmente devido aos custos envolvidos (RYŻAK; BIEGANOWSKI; WALCZAK, 2007; CHAUDHARI; SINGH; KUNDU, 2008).

A despeito desta evolução tecnológica, o método da pipeta ainda é considerado padrão para análises de rotina. Conseqüentemente, a seleção dos métodos é realizada em função da equivalência de seus resultados com aqueles obtidos pelo método da pipeta. Pode-se afirmar que não há um método que seja considerado como padrão universal para análise granulométrica de solos, uma vez que todos, sejam clássicos ou novos, estão sujeitos a alguma fonte de erro. Dessa forma, conclui-se que a escolha do método dependerá da avaliação das vantagens e desvantagens de cada um deles (ESHEL et al., 2004).

2.3 Radiação Gama

A técnica de atenuação de radiação gama monoenergética para a determinação de parâmetros do solo não é recente. Pelo contrário, é uma técnica já bastante explorada e devido ao caráter não destrutivo da análise, apresenta vantagens em relação aos métodos tradicionalmente utilizados. A técnica de atenuação de radiação gama para a determinação da densidade do solo foi pioneiramente usada por Vomocil, em 1954. Em 1957, com a evolução técnica, Van Bavel, Underwood e Ragar utilizaram uma fonte de ^{137}Cs e detector de cintilação de Iodeto de Sódio (NaI). Em 1959, Van Bavel, utilizando uma fonte de ^{137}Cs , analisou aspectos relacionados à técnica, tais como: a relação da taxa de contagem com a distância entre a fonte e o detector e o efeito da densidade do material nas taxas de contagem.

Feixes colimados de radiação gama foram primeiramente utilizados em investigações de laboratório por Gurr e Ferguson e Gardner entre 1960 a 1962. A fonte escolhida para estas investigações foi o ^{137}Cs devido à relativamente alta energia primária dos fótons (661,6 keV) e à longa meia-vida do isótopo. Para a colimação do feixe foram usados colimadores de chumbo. Uma alternativa ao uso

das fontes radioativas de ^{137}Cs foi à proposta do emprego de uma fonte de ^{241}Am . A escolha deste radioisótopo ocorreu em virtude da energia dos fótons emitidos por ela serem aproximadamente dez vezes menos energéticos do que àqueles emitidos pelo ^{137}Cs , apresentando a possibilidade de uma maior sensibilidade para detectar variações na umidade do solo. Outras vantagens adicionais seriam a longa meia vida e a necessidade de uma menor blindagem de chumbo oferecendo maior segurança ao pesquisador.

A escolha do tipo de fonte advém de vários fatores a serem considerados. Primeiro, o espectro de radiação deve mostrar uma boa distinção do pico de energia primária na região livre de interferência. Isto é exigido porque o detector de NaI(Tl), comumente usado neste tipo de medição, tem alta eficiência porém limitada resolução. Deve-se levar em conta que a meia-vida do radioisótopo deve ser grande o suficiente para realizar o experimento programado, minimizando-se ou eliminando-se as correções de intensidade devido ao decaimento do radioisótopo utilizado. Outro fator a ser considerado é a otimização da geometria, colimação e discriminação eletrônica, para que desta forma um grande número de fótons atinja o detector, minimizando-se assim o desvio associado à característica randômica de emissão da fonte.

2.3.1 Interação da radiação gama com a matéria

Um núcleo atômico de um elemento radioativo pode basicamente emitir três tipos de radiação, as partículas alfa e beta e os raios gama. Existem algumas diferenças básicas entre a natureza desses elementos: as partículas alfa e beta possuem massa de repouso enquanto a radiação gama não possui, podendo viajar no vácuo a 300.000km/s. As partículas alfa representam núcleos de Hélio duplamente ionizados e portanto são carregadas positivamente; as partículas beta possuem carga negativa enquanto os raios gama não possuem carga, por isso interagem com a matéria de modos diferentes.

Os processos envolvidos na interação da radiação gama com a matéria são bastante diferentes daqueles envolvendo partículas alfa e beta. Tratam-se de fótons

que possuem um alcance e poder de penetração muito maior do que as partículas alfa e beta. No caso dessas duas últimas, quando interagem com a matéria - devido as suas massas e cargas - perdem rapidamente a sua energia para o meio com o qual estão interagindo, produzindo excitações e ionizações. No caso da radiação gama o processo de absorção pode ser completo, envolvendo o desaparecimento do fóton, ou pode ser parcial, neste caso o fóton é espalhado para fora do feixe original. Esse processo ocorre com cada fóton gama sendo removido individualmente do feixe num único evento. Essa característica do processo de remoção dos fótons é responsável pela absorção sempre ocorrer seguindo uma exponencial.

O número de fótons que pode ser removido ao passar por uma dada espessura (Δx) do absorvedor é proporcional a Δx e ao número de fótons que alcança Δx , este tipo de dependência conduz à lei de absorção exponencial (KAPLAN, 1983). Os processos mais importantes de absorção da radiação gama e X pela matéria são absorção fotoelétrica, espalhamento Compton e produção de pares elétron-pósitron como um resultado da interação entre raios gama e os campos elétricos dos núcleos atômicos.

A capacidade que o material absorvedor apresenta de espalhar ou absorver o fóton, possibilita caracterizá-lo com uma grandeza chamada coeficiente de atenuação. O coeficiente de atenuação linear (μ) representa a probabilidade, por unidade de comprimento, de que um fóton gama seja absorvido por um determinado material. Microscopicamente, o coeficiente de atenuação linear é simplesmente a probabilidade de que um fóton seja removido do feixe pelos efeitos fotoelétrico, Compton, produção de pares e Rayleigh.

2.3.2 Atenuação da radiação pela matéria

A relação entre os fótons transmitidos pelo absorvedor (I) e os fótons transmitidos sem a presença do mesmo (I_0) é dada pela lei de Beer-Lambert:

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu x}$$

onde x (m) representa a espessura do absorvedor.

No entanto, o uso do coeficiente de atenuação linear é limitado pelo fato de variar com a densidade do absorvedor, mesmo que este seja sempre o mesmo material. Por esse motivo, define-se um novo coeficiente chamado de coeficiente de atenuação de massa (μ_m) que é amplamente utilizado, dado por:

$$\mu_m = \frac{\mu}{\rho}$$

onde, ρ (kg.m^{-3}) representa a densidade física do material absorvedor. Para uma determinada energia, o coeficiente de atenuação de massa não muda com o estado físico do absorvedor, por exemplo, ele permanece o mesmo para a água tanto no estado líquido como gasoso.

Para sistemas em que existem dois ou mais tipos de materiais absorvedores, como é o caso deste trabalho, é possível escrever a seguinte relação para o feixe transmitido:

$$\mu = \mu_{mag}\rho_{ag} + \mu_{ms}\rho_s$$

onde μ é o coeficiente de atenuação linear do sistema, μ_{mag} é o coeficiente de atenuação em massa da água, ρ_{ag} é a densidade da água, μ_{ms} é o coeficiente de atenuação em massa do solo e ρ_s é a densidade do solo.

2.4 O Analisador Qualisolo

O analisador granulométrico de solos em estudo utiliza o princípio da atenuação de raios gama, durante o processo de sedimentação das partículas dispersas na água, para determinar a distribuição do tamanho de partículas. Esse método, desenvolvido por Vaz et al. (1992), permitiu reduzir o tempo de análise para aproximadamente 20 minutos, uma vez que não demanda secamento em estufa (24 horas) e dispensa pesagens, diferentemente dos métodos da pipeta e do densímetro de Bouyoucos. Outros equipamentos de análise de tamanhos de partículas, como o sedígrafo e o baseado em laser, foram pouco eficientes para solos nos raros trabalhos encontrados na literatura.

O método de atenuação da radiação ionizante possibilitou a automação do processo através do desenvolvimento de um equipamento (NAIME et al., 2001) capaz de analisar até 10 amostras continuamente, livre de interferências do operador.

A curva de distribuição de tamanho de partículas obtida pelo analisador inicia em 2 μ m e vai até 2mm. Em outra opção do programa do analisador, a análise textural, mais rápida e simples, as três frações principais (areia, silte e argila) de dez amostras são obtidas em uma hora de análise.

Naime *et al.* (2001) destacaram as principais vantagens deste equipamento sobre os métodos convencionais de granulometria de solos:

- Resultado completo obtido em 20 minutos, contra 24 horas dos métodos da pipeta e densímetro;
- Não há perturbação da solução durante análise;
- A qualidade do resultado não depende da habilidade do operador e
- O sistema permite a determinação detalhada da curva de distribuição de tamanho de partículas.

Dentre as desvantagens tem-se o alto custo do equipamento, e o uso de radiação ionizante, que exige do usuário certos cuidados e treinamento no assunto, além de credenciamento junto à Comissão Nacional de Energia Nuclear (CNEN).

2.4.1 Método de análise

A operação do analisador se baseia na atenuação de um feixe colimado de raios gama, que é usada para calcular a concentração relativa C/C_0 em diferentes alturas ao longo da amostra, através de uma modificação na Lei de Lambert-Beer:

$$\frac{C}{C_0} = \frac{\ln\left(\frac{I_0}{I}\right)}{x\left(\mu_p - \frac{\mu_w D_w}{D_p}\right)}$$

onde C_0 [g/l] é a concentração total, x [cm] é a espessura interna do recipiente, I_0 [cps] é o número de fótons que atravessam o recipiente preenchido apenas com água e I [cps] quando o recipiente está preenchido com a solução (água e partículas), μ_p e μ_w [cm²/g] são os coeficientes de atenuação em massa do solo e da água, respectivamente, D_p [g/cm³] é a densidade das partículas de solo; e D_w [g/cm³] é a densidade da água.

A Lei de Stokes é utilizada para calcular a velocidade de queda das partículas em um meio líquido.

$$t = \frac{18h\eta}{d^2 g (D_p - D_w)}$$

onde η [poise] é a viscosidade da água e g [cm/s²] é a aceleração da gravidade.

O tempo t [s] e a altura h [cm] determinam quando e onde as medidas de atenuação devem ser feitas para calcular o menor diâmetro d [μm], tal que todas as partículas maiores já sedimentaram abaixo da altura h . Portanto, a concentração obtida nesse nível está correlacionada com os tamanhos de partículas maiores ou iguais a d .

Antes de iniciar a medida de granulometria, é necessário determinar o coeficiente de atenuação em massa para cada tipo de solo que vai ser analisado. Para essa medida é feita uma análise com uma amostra de solo seco. Adicionalmente, essa rotina determina a densidade das partículas de solo:

$$D_p = 2,026 + 2,325\mu_p$$

Os coeficientes 2,026 e 2,325 foram obtidos empiricamente para diversos solos representativos.

Na análise completa, as medidas são feitas em 18 alturas diferentes ao longo da amostra, iniciando a 14 abaixo da superfície da solução e segue subindo. A última medida é feita à 0,5 cm abaixo da superfície, nível acima do qual, após aproximadamente 18 minutos, encontra-se apenas argila.

Para qualquer tipo de solo, a relação entre C/C_0 e d tem formato sigmoidal. O melhor ajuste é obtido com a equação logística:

$$\frac{C_1^* - C_2^*}{1 + \left(\frac{d}{d_0}\right)^p} + C_2^*$$

onde d_0 é o ponto central da escala de diâmetros, C_1^* (C_1/C_0) é o valor inicial, C_2^* (C_2/C_0) é o valor final e p é um parâmetro de regressão.

2.4.2 Descrição do analisador

O equipamento é composto basicamente de uma base metálica onde são fixados os componentes. Para proteção do equipamento e segurança do usuário, há uma carenagem, também metálica.



Figura 6 - Analisador granulométrico de solos desenvolvido por Naime et al. (2001).

Sobre a base metálica, há um mecanismo portador das amostras, que pode se mover no eixo horizontal. Esse mecanismo tem capacidade de portar até 10 amostras. Há também uma plataforma móvel no eixo vertical, onde estão a fonte radioativa e o detector, graças a essa plataforma móvel, é possível fazer medições em diferentes alturas ao longo de cada amostra.

Os recipientes das amostras são feitos de policarbonato, tem seção interna quadrada de 5 cm e altura de 20 cm. A Figura 6 mostra o equipamento com uma parte da carenagem aberta, à direita na figura, onde se vêem o mecanismo que movimenta verticalmente a fonte e o detector de radiação, paralelos e alinhados, e o mecanismo de movimenta o carro de transporte dos recipientes no sentido horizontal.

A fonte radioativa é ^{241}Am (11,1 GBq), protegida dentro de uma peça de chumbo. O detector de radiação é um cristal de NaI(Tl) com fotomultiplicadora, pré-amplificador e fonte de alta-tensão (0-3 kV) produzidos pela EG&G Ortec®. O restante da cadeia nuclear (amplificador, discriminador mono canal e contador) foi desenvolvido para este equipamento.

Ao mecanismo de elevação também estão fixados o agitador de amostras e o sensor de temperatura LM35 (National Instruments®). A agitação é feita para

homogeneizar a amostra, e a medida de temperatura é usada para calcular a viscosidade da água, que influencia diretamente na velocidade de queda das partículas.

Um colimador de chumbo do tipo fenda é colocado em frente a fonte radioativa, e outro idêntico em frente ao detector. O sistema de posicionamento é feito usando-se dois motores de passo, um deles controla o eixo vertical, posicionando a fonte e o detector nas diferentes alturas de medida, o outro, controla o eixo horizontal, posicionando as diferentes amostras no local de análise.

Na Figura 7, tem-se um desenho esquemático do sistema de medida.

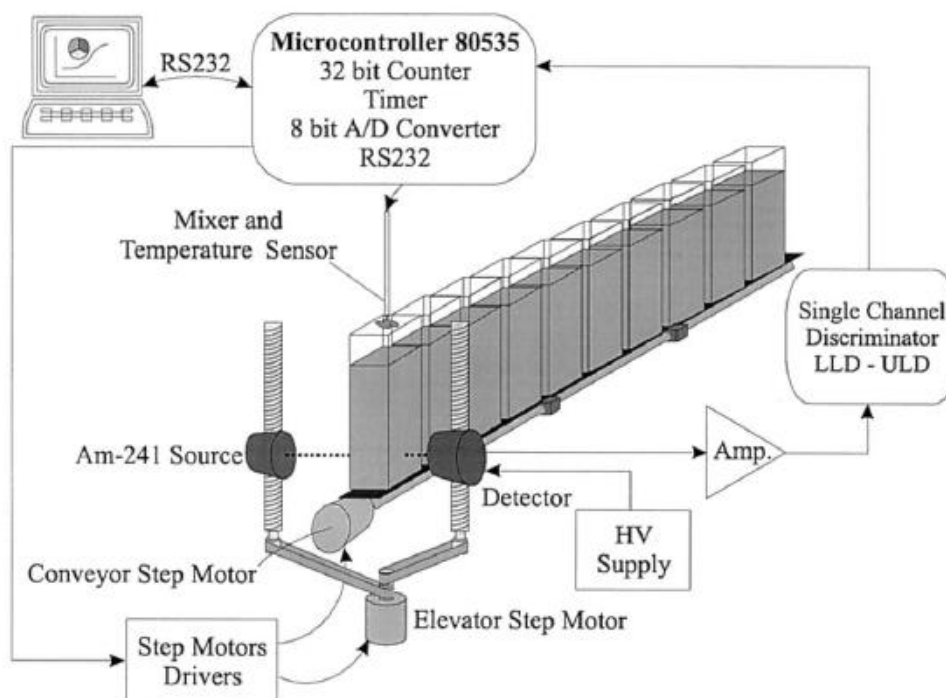


Figura 7 - Desenho esquemático do sistema de medida do analisador granulométrico. Fonte: Naime et al. (2001)

O sistema eletrônico instalado no equipamento é controlado por microprocessador do tipo 80535 que comanda o sistema mecânico, computa as medidas de atenuação e comunica-se com o computador via interface serial. No computador o usuário tem uma interface gráfica para inserir os parâmetros das análises, monitorar as medidas e obter os resultados no formato texto ou em gráficos apresentados na tela.

O microcontrolador executa os comandos vindos do PC através da comunicação serial RS-232, os comandos possíveis são: mover o elevador, mover o transportador das amostras, contar os fótons durante um intervalo de tempo e enviar a contagem, ler temperatura da amostra e enviar a leitura, ligar o agitador durante um intervalo de tempo, ler tensão de alto nível do discriminador e envia-la e ler tensão de baixo nível do discriminador e envia-la.

O software no PC foi desenvolvido usando Microsoft Visual Basic® 4.0 32 bits, e utiliza sistema operacional Windows® 95. Na Figura 8 é possível ver uma das telas do software.

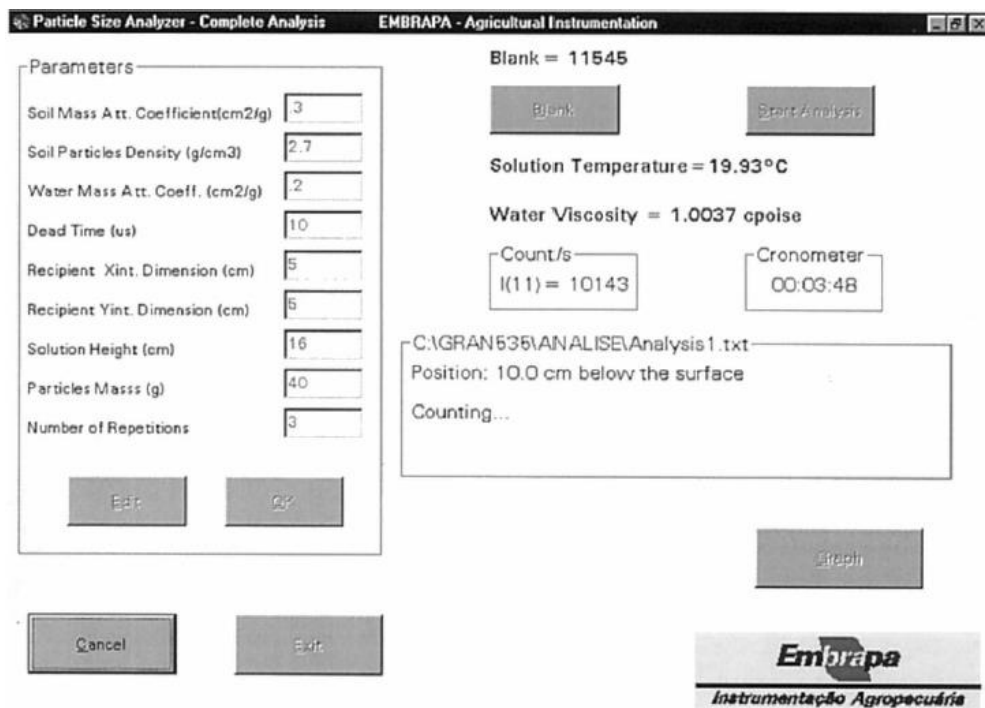


Figura 8 - Software durante uma análise granulométrica completa. Fonte: Naime et al.(2001).

2.4.3 Procedimento para análise

Caso seja a primeira vez de utilização do equipamento, é necessário executar uma calibração de branco. A calibração de branco é feita para obter o parametro I_0 do modelo, é feita automaticamente pelo equipamento através de uma média dos dados obtidos durante 24 horas de análise de um recipiente contendo somente água destilada e hidróxido de sódio. O equipamento solicita automaticamente ao usuário

a calibração uma vez por semana. Isso se faz necessário devido ao comportamento estatístico da fonte emissora.

Antes de iniciar a análise granulométrica de fato, é necessário determinar o coeficiente de atenuação em massa para cada tipo de solo analisado. O programa tem uma rotina para este caso, e esta medida dura cerca de 5 minutos por amostra. Para essa determinação são usados outros recipientes, também de policarbonato, mas de formato cúbico de 4cm de aresta interna, que são preenchidos com as amostras de solo seco, desestruturado e peneirado. Por se tratar de amostras de solo seco, é necessário que o usuário retire a haste do agitador, caso contrário, a haste se chocará com o solo durante o movimento vertical da fonte/detector.

Para iniciar a análise granulométrica, a amostra deve ser pré-tratada, para isso, a amostra de solo é seca em estufa, destorroada e peneirada com malha de 2mm. A dispersão do solo é feita de forma similar àquela do método da pipeta, isto é, as partículas são dispersas em água com hidróxido de sódio e depois agitadas. No recipiente, a amostra de 40 g é diluída até a concentração de 100 g.L^{-1} , totalizando um volume de 400 cm^3 , em 16 cm de altura no recipiente.

A partir deste ponto, o procedimento é todo automático, bastando o usuário iniciá-lo através do software. O software do PC também é responsável por todos cálculos necessários e, após a análise completa, o software ajusta os dados obtidos à uma curva sigmóide e mostra o gráfico ao operador. Também é possível gerar um gráfico em forma de pizza com as 3 principais frações do solo e salvar os dados em formato de texto nomeados sequencialmente para cada amostra.

Uma outra opção possível no software é a análise textural. É uma opção simples e rápida, que fornece ao usuário as três frações principais do solo (areia, silte e argila), e leva uma hora para uma análise de 10 amostras. Nesta opção são consideradas apenas as alturas de 13 e 0,5 cm abaixo da superfície, usadas para determinar os diâmetros limites entre areia/silte ($50 \mu\text{m}$) e silte/argila ($2 \mu\text{m}$) respectivamente.

2.4.4 Validação do equipamento

O analisador granulométrico de solos foi validado comparando-se com os resultados obtidos pelo método da pipeta em diversos trabalhos como em Vaz et al. (1992), Oliveira et al. (1997), Vaz et al. (1999) e Naime et al. (2001). Em Macedo et al. (2003), foi realizada uma validação com medidas realizadas em 3 laboratórios de análise de solos, onde compararam os resultados obtidos em cada um dos laboratórios pelos métodos convencionais com os resultados obtidos com o analisador granulométrico.

Os resultados das medidas do analisador granulométrico foram comparados com os do método do densímetro para cada um dos laboratórios. Os laboratórios foram denominados de laboratórios 1, 2 e 3, sem a identificação das respectivas instituições. O maior coeficiente de relação linear entre os dois métodos considerando-se as três frações em conjunto, foi obtido pelo laboratório 3 ($r^2 = 0,95$), e o menor pelo laboratório 2 ($r^2 = 0,81$). Essa diferença pode ser associada aos procedimentos analíticos dos laboratórios e, portanto, à precisão da medida, uma vez que o equipamento automático apresenta um padrão mais constante. Os resultados obtidos mostraram que, de um modo geral, o analisador granulométrico apresentou boa correlação com o método do densímetro. As diferenças encontradas evidenciam a possibilidade da utilização do equipamento como um padrão de verificação em um controle de qualidade de análise granulométrica dos laboratórios de solos (MACEDO et al., 2003).

3 Materiais e Métodos

A fim de aperfeiçoar o analisador granulométrico já existente, foram estudados os possíveis pontos para modificação. Os requisitos impostos foram que houvesse uma modernização do software e hardware, que já utilizavam sistema operacional e microcontrolador obsoletos. Além disso, foram feitos uma série de esforços para aumentar a produtividade do equipamento, o que leva à uma redução do custo da análise por amostra.

Para efeito de simplificação, neste trabalho o analisador já existente, desenvolvido por Naime et al. (2001), será referido como Analisador 1, e o analisador fruto deste trabalho como Analisador 2.

O método de análise granulométrica não foi modificado, e continua sendo o método desenvolvido por Vaz et al. (1992).

3.1 Novo projeto mecânico e evolução do carrossel de amostras

Um dos pontos mais relevantes para que o analisador granulométrico de solos se torne popular e acessível aos laboratórios de análise é o seu alto custo, devido em grande parte aos componentes da cadeia radioativa. Visto que a utilização da atenuação de raios gama é a principal responsável por este método de análise, e seus componentes como fonte radioativa e detector são de custo elevado, pouco pode ser feito para redução de custos neste aspecto.

Uma opção encontrada para a redução de custos, foi o aumento da produtividade do equipamento, assim, mantendo-se o mesmo custo tem-se um aumento na relação custo vs. benefício do analisador. Embora, do ponto de vista científico, esta seja um fator de menor importância comparado com a obtenção dos resultados das análises, este é de extrema importância quando se considera uma grande quantidade de análises, como por exemplo em análises laboratoriais de rotina.

Com o Analisador 1, para 10 amostras, cada uma das análises leva cerca de 30 minutos para conclusão, ou seja, o equipamento pode funcionar

ininterruptamente por 300 minutos, ou 5 horas. Foi proposto o aumento de capacidade, elevando o número de amostras para 40, assim, supondo o mesmo tempo de análise, o Analisador 2 pode funcionar por 20 horas ininterruptas. A intenção com esta alteração é que o usuário prepare as amostras, e coloque-as para análise contínua, aproveitando inclusive os períodos em que o usuário não se encontra no laboratório.

Para um analisador de 40 amostras, seria inviável utilizar um portador de amostras linear como no analisador de 10 amostras. Foi proposto a utilização de um portador de amostras circular, ou carrossel de amostras. Na Figura 9 pode-se ver o novo carrossel de amostras.

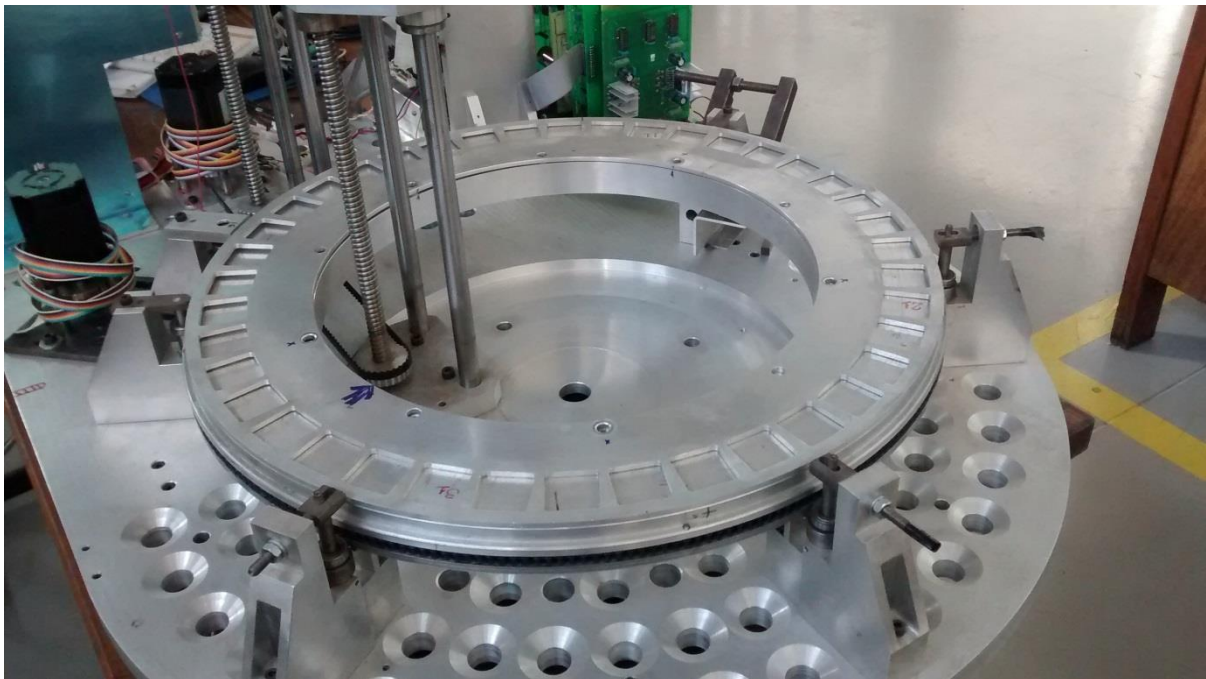


Figura 9 - Novo analisador granulométrico - Detalhe para o carrossel de amostras circular.

Outro ponto em que foi encontrada possibilidade de melhoria no projeto mecânico foi na plataforma da fonte radioativa e do detector, que estava acoplada mecanicamente ao sistema agitador. Ou seja, para mover o agitador mecânico verticalmente, é necessário mover todo o conjunto fonte/detector, e após a agitação posicioná-lo na altura de medida novamente.

Visto que esta movimentação acontece de forma lenta, alguns minutos são desperdiçados neste processo. A solução utilizada foi a adição de uma segunda

plataforma dedicada ao motor agitador e de um novo motor de controle desta. Na Figura 10 é possível observar o novo equipamento sem carenagem em uma vista geral, e na Figura 11 este é visto com carenagem. Na Figura 12, é posto em evidência o sistema de movimentação do carrossel de amostras.

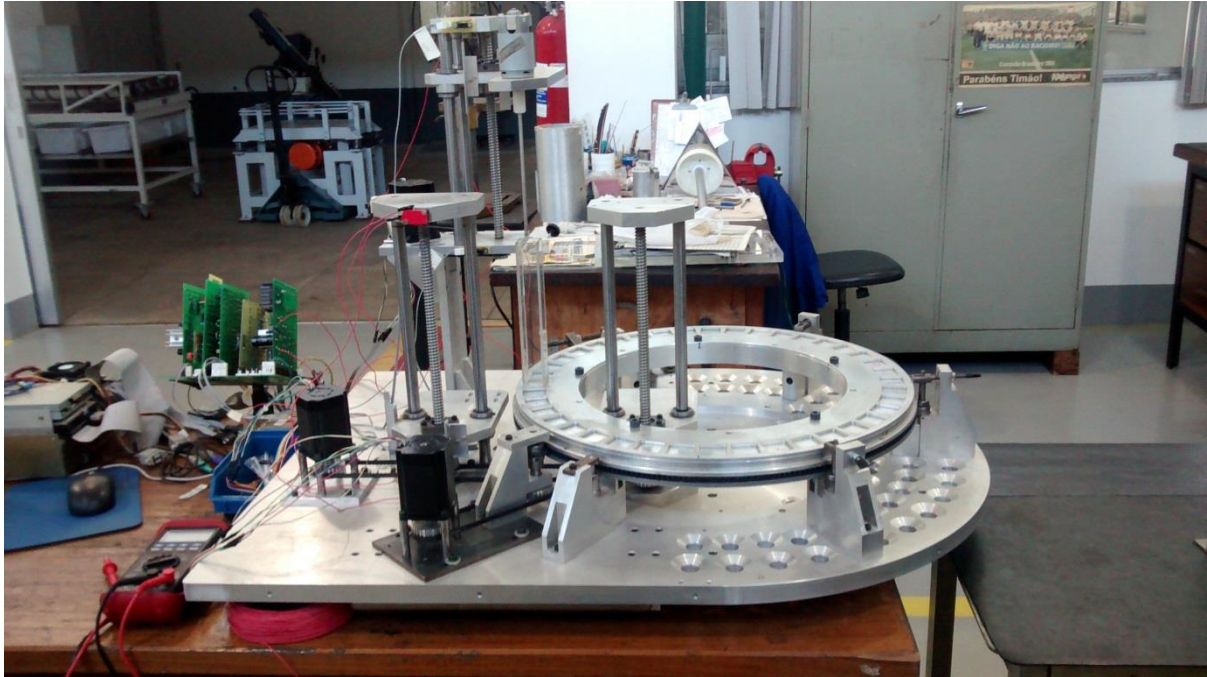


Figura 10 - Novo analisador granulométrico - Visão geral sem carenagem.

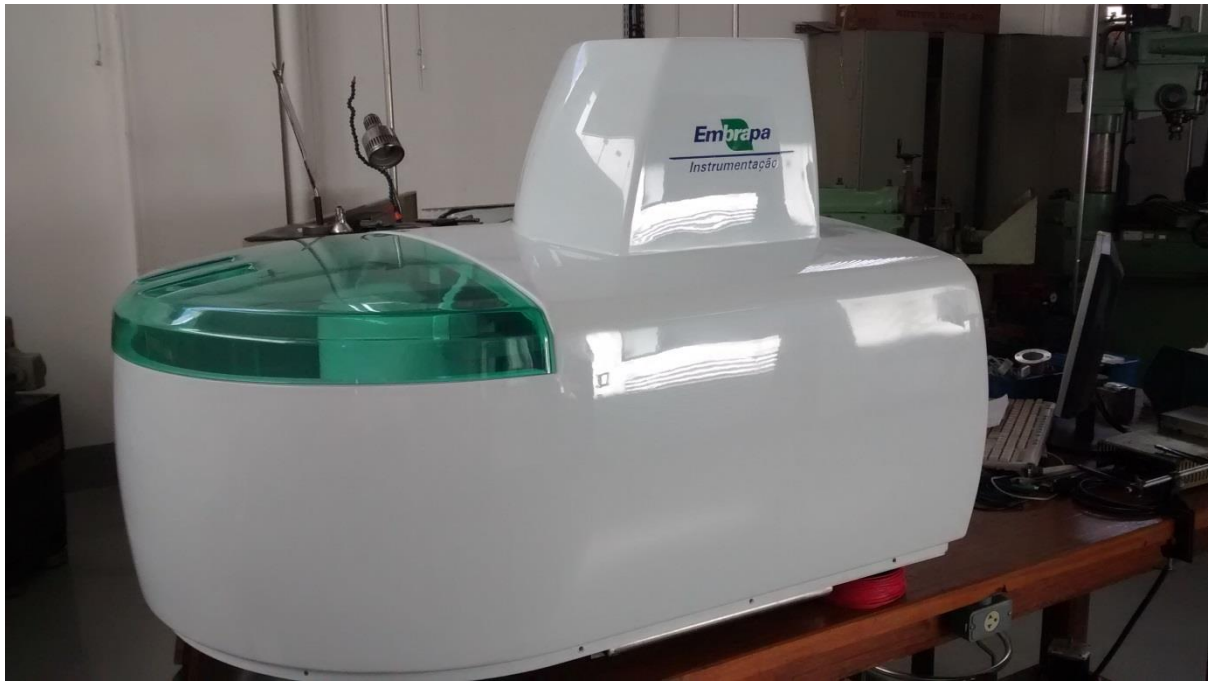


Figura 11 - Novo analisador granulométrico - Visão geral com carenagem.

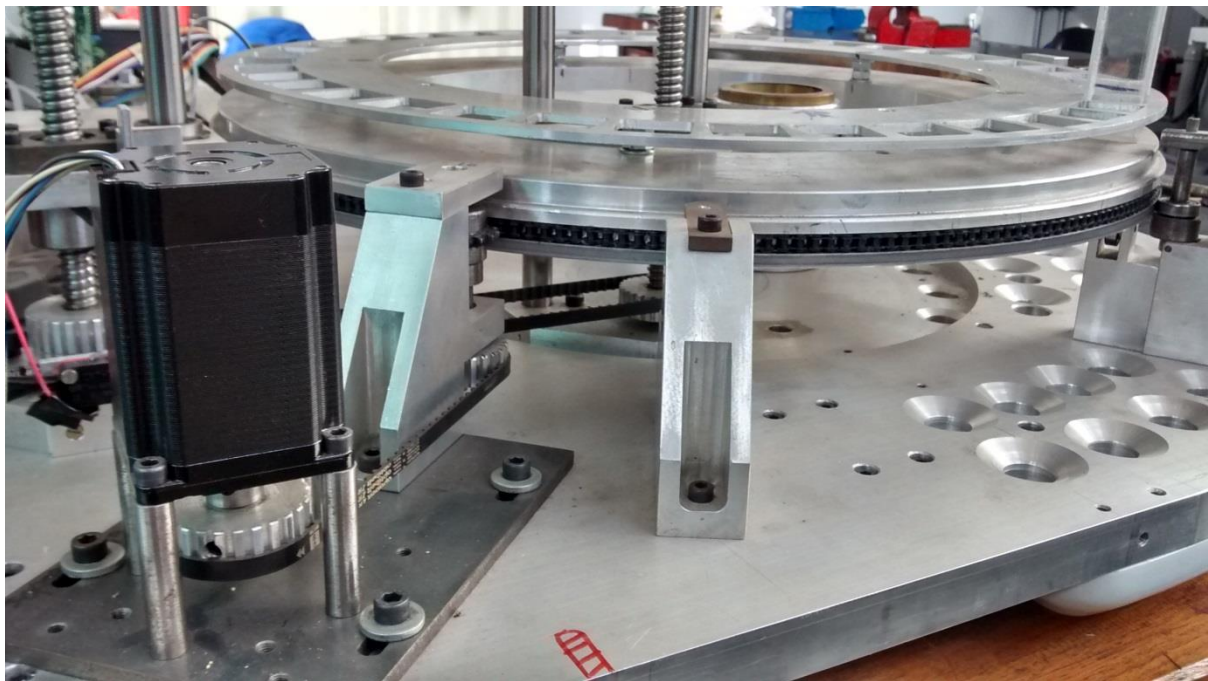


Figura 12 - Novo analisador granulométrico - Detalhe para o sistema de motor e polia que movimenta o carrossel de amostras.

3.2 Alteração no tamanho das cubetas

No Analisador 1 são usadas 10 cubetas de policarbonato, de base quadrada de 5cm por 20cm de altura. Devido ao aumento no número de amostras foi diminuído o tamanho das cubetas, como forma de diminuir o tamanho final do equipamento.

As cubetas testadas para o Analisador 2 têm base quadrada de 2,5cm e 20cm de altura.

Na Figura 13, pode-se ver, da esquerda para direita, 1 - cubeta utilizada para cálculo do coeficiente de atenuação em massa do solo seco; 2 - cubeta de base 5cm com amostra de solo pré-tratada; 3 - cubeta de base 3cm; 4 - cubeta de base 2,5cm e 5- cubeta final de base 2,5cm.



Figura 13 - Diferentes tipos de cubetas.

3.3 Eletrônica e cadeia nuclear

O sistema eletrônico do Analisador 1, funciona baseado em um microcontrolador 80535 e em um microcomputador com sistema operacional Windows® 95, que se comunicam via interface serial RS232. Sendo o 80535

responsável pelos comandos de movimentação e aquisição de dados, e o microcomputador responsável por efetuar os cálculos necessários, e funcionar como interface para o usuário.

Como alternativa à este método, foi implementado no Analisador 2, o uso apenas do microcomputador. Neste caso, foi usado um microcomputador padrão PC104, embarcado à carenagem do analisador, o que torna o analisador independente de equipamentos externos para seu funcionamento, e possibilita ao usuário obter os dados diretamente do Analisador, transferi-los via memória flash, ou envia-los via internet, bastando apenas conectar ao analisador um teclado, mouse e monitor.

Além disso, o uso desse microcomputador representa uma modernização do Analisador 1, que utiliza microcontrolador, computador e software obsoletos.

A Figura 14 apresenta um fluxograma simplificado do sistema eletrônico e nuclear deste equipamento.

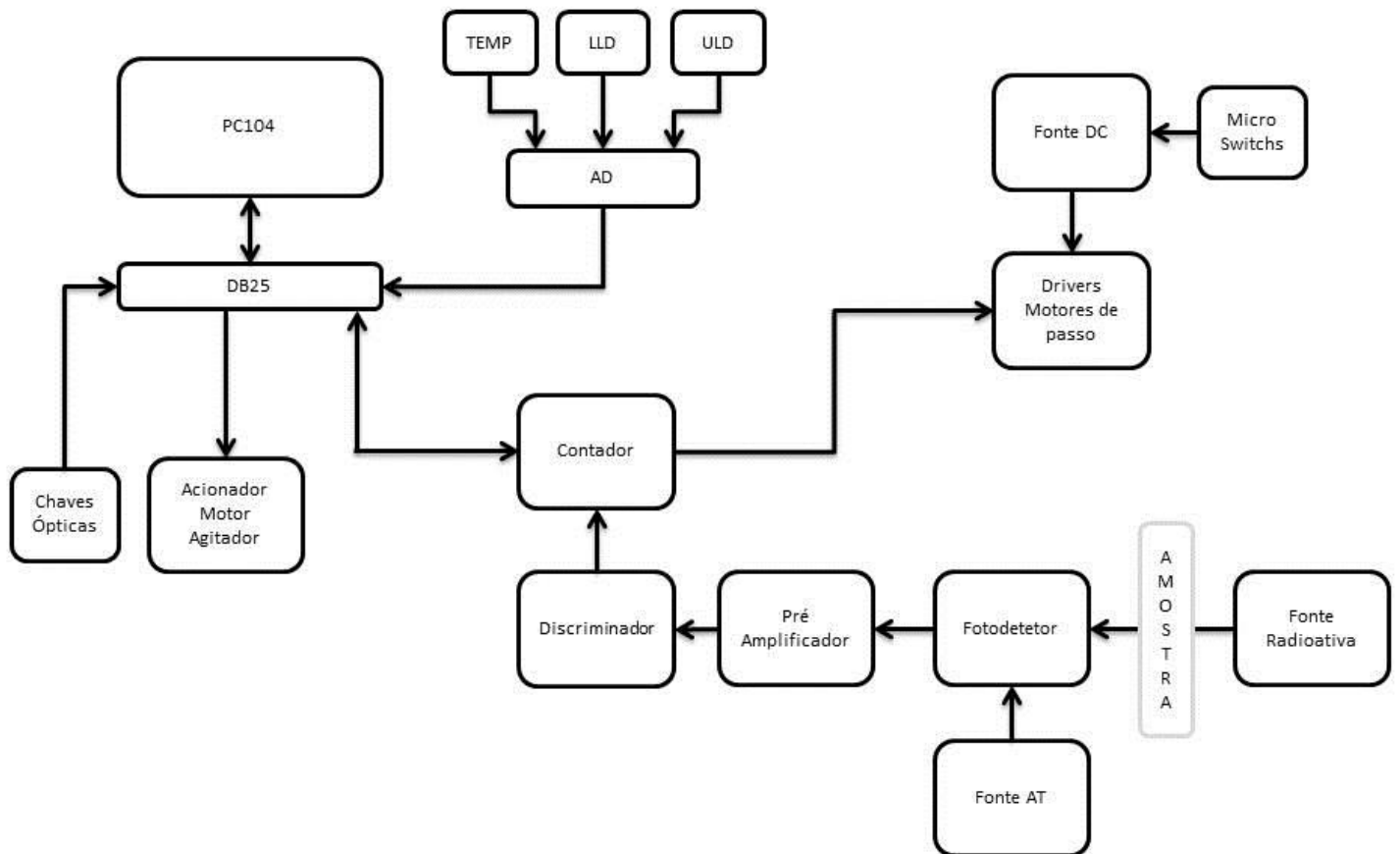


Figura 14 - Esquemático simplificado do sistema eletrônico e cadeia nuclear do novo analisador.

Visto que no Analisador 2 há somente o microprocessador, não há sentido em um protocolo de comunicação. Neste caso, o controle dos motores é feito através da porta paralela(DB25) do PC104, porta de 25 pinos. São utilizados os bits de controle desta porta para acionar o sistema eletrônico desenvolvido, sendo possível movimentar os motores, ler temperatura, realizar contagem de fótons, leitura de níveis alto e baixo do discriminador e agitar amostra.

O conjunto de placas de circuito desenvolvidas pode ser visto na Figura 15.

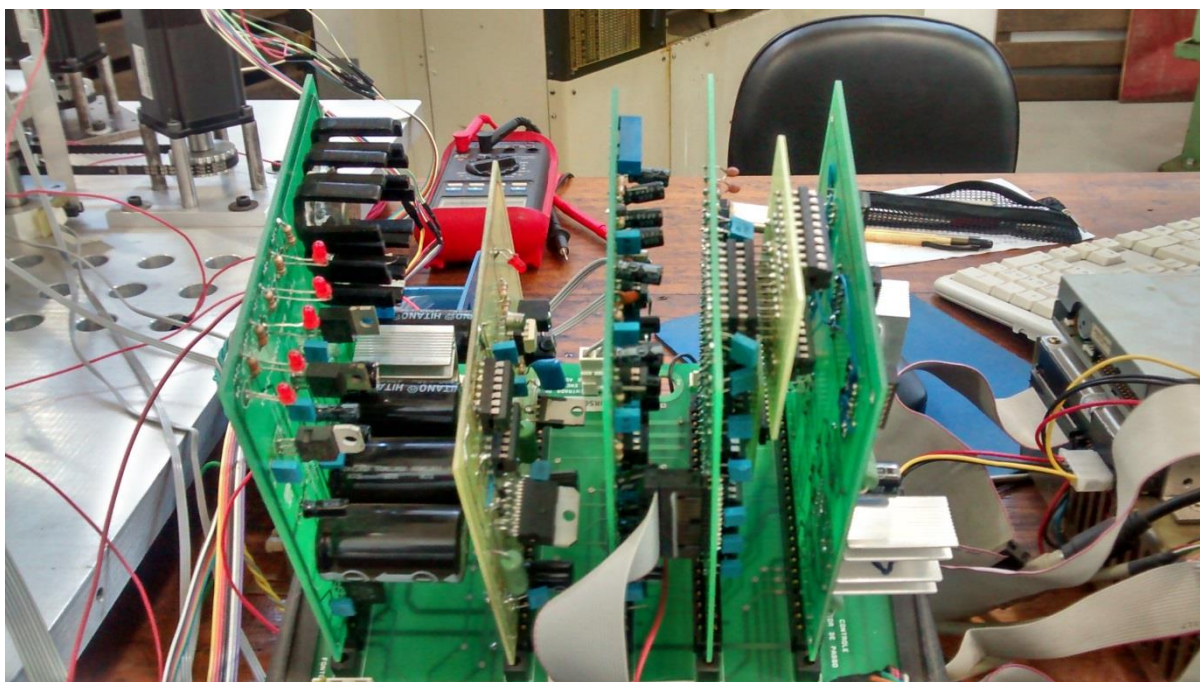


Figura 15 - Sistema eletrônico do novo analisador granulométrico.

Para que o sistema de posicionamento funcione de maneira adequada, foram instalados 6 chaves ópticas, 2 delas na plataforma vertical da fonte/detector (base e topo), 2 delas na plataforma vertical do agitador (base e topo) e 2 delas no carrossel de amostras (Amostra 1 e Amostra referência).

As chaves ópticas nas base e topo das plataformas, tem por objetivo estabelecer os limites inferior e superior de cada plataforma e as chaves ópticas do carrossel tem por objetivo manter a indexação das amostras pelo software. A Figura 16 mostra uma das chaves ópticas instaladas, neste caso, no topo da plataforma do agitador.

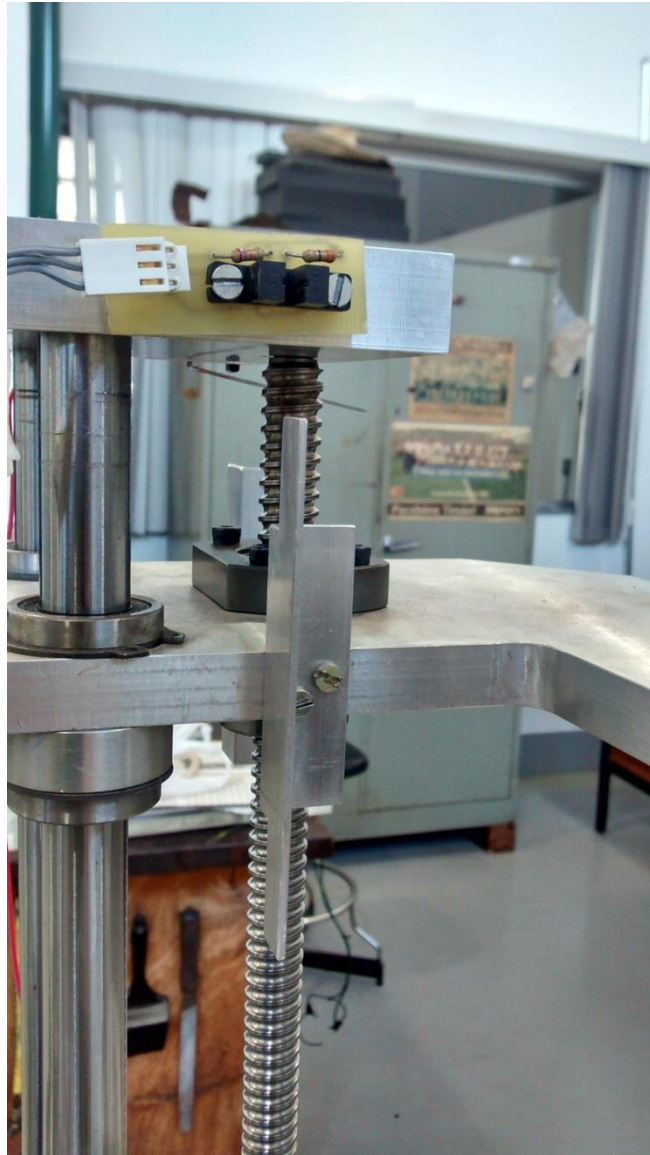


Figura 16 - Chave óptica instalada no limite superior da plataforma do agitador.

Para segurança contra uma possível falha eletrônica, foram utilizados chaves mecânicas (*microswitchs*) nos limites de curso de cada plataforma. Os *microswitchs* são ligados diretamente a fonte de alimentação do circuito, assim caso algum dos motores esteja em iminência de extrapolar seus limites, o *microswitch* é acionado e interrompe a alimentação, e conseqüentemente o funcionamento dos motores. Um deles pode ser visto na Figura 17.

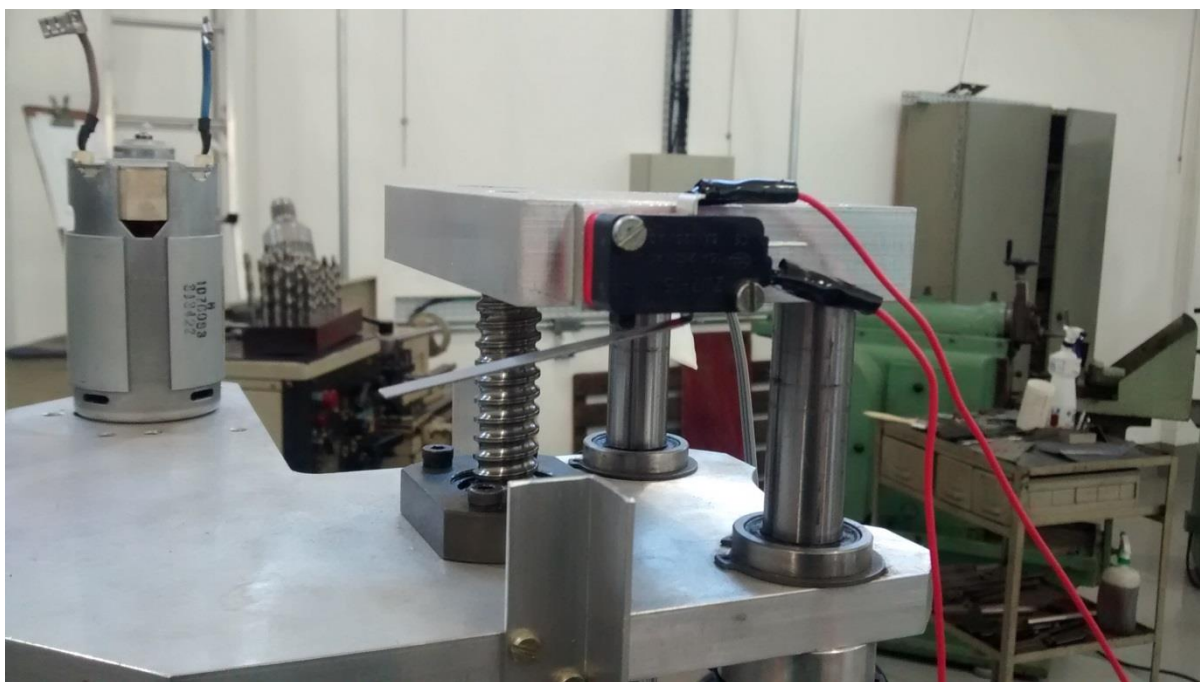


Figura 17 - MicroSwitch no limite de curso da plataforma do motor agitador.

O projeto da cadeia nuclear foi a mesma usada no Analisador 1, incluindo mesma fonte radioativa, detector, colimadores e fonte de alta tensão, os projetos do amplificador e discriminador de sinal foram mantidos.

A Figura 18 mostra o recipiente de chumbo para a fonte radioativa, e os colimadores de chumbo utilizados. A Figura 19 mostra a plataforma da fonte e detector com as proteções de chumbo, durante o alinhamento a laser dos colimadores.

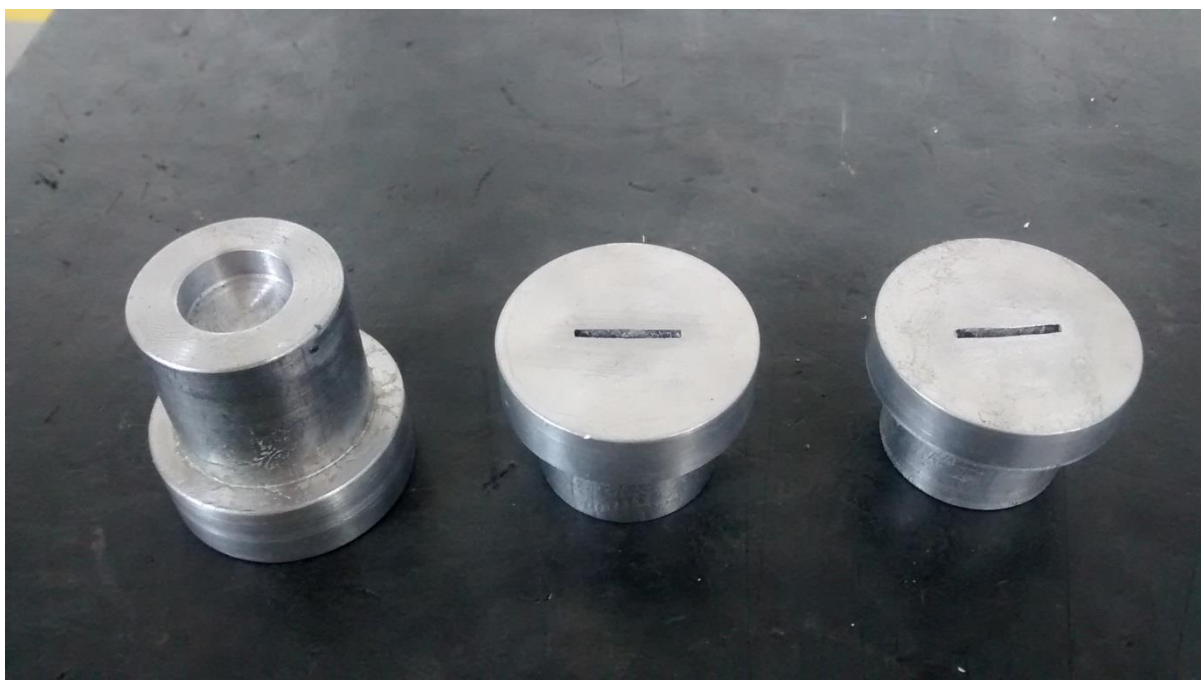


Figura 18 - Recipiente de chumbo para fonte e colimadores.

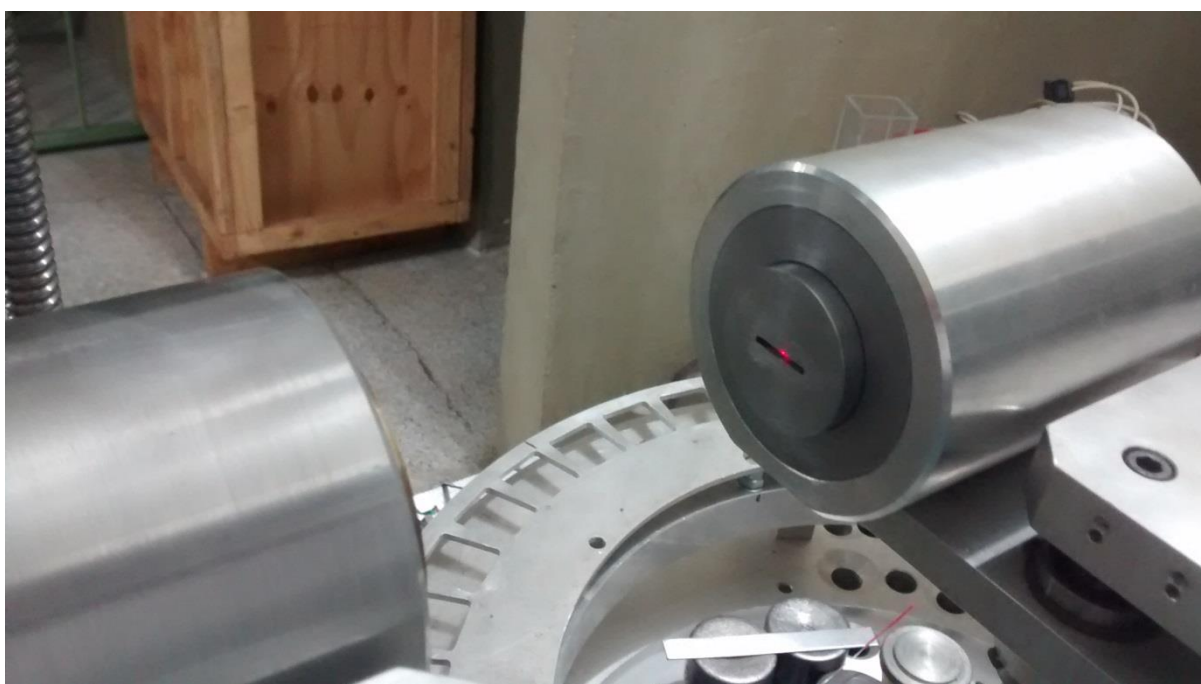


Figura 19 - Plataforma da fonte e detector já alinhados à laser.

3.4 Software

Com as mudanças do projeto eletrônico e mecânico, se fez necessário o desenvolvimento de um novo software. Neste caso, o software não é responsável somente pelos cálculos e interface com o usuário, mas devido a ausência do

microcontrolador 80535, o PC104 também fica responsável pelo controle dos motores e aquisição dos dados.

O software utiliza o pacote Borland C++ Builder como ferramenta de desenvolvimento Graphical User Interface (GUI), e o microcomputador embarcado utiliza sistema operacional Microsoft Windows® XP.

Procurou-se manter a interface com o usuário semelhante à interface do Analisador 1, exceto por mudanças necessárias tal como o número de amostras e a adição de comandos para o novo motor que movimenta o agitador.

As opções para o usuário são :

- Manutenção (Figura 20): Opção onde é possível movimentar os motores, agitar amostra, ler temperatura, contar fótons, ler níveis do discriminador. É destinada a testes e verificações feitas pelo programador.
- Atenuação: Opção onde é feita a medição dos coeficientes de atenuação em massa dos solos.
- Granulométrica (Figura 21): Opção em que é feita a análise granulométrica completa.
- Gráficos (Figura 22): Opção onde é possível mostrar ao usuário os gráficos completos referentes a uma análise. A Figura 23 mostra um gráfico da distribuição granulométrica acumulada de uma amostra de solo obtido com este software.
- Textural (Figura 24): Opção de análise rápida que informa somente as porcentagens das três frações principais do solo.

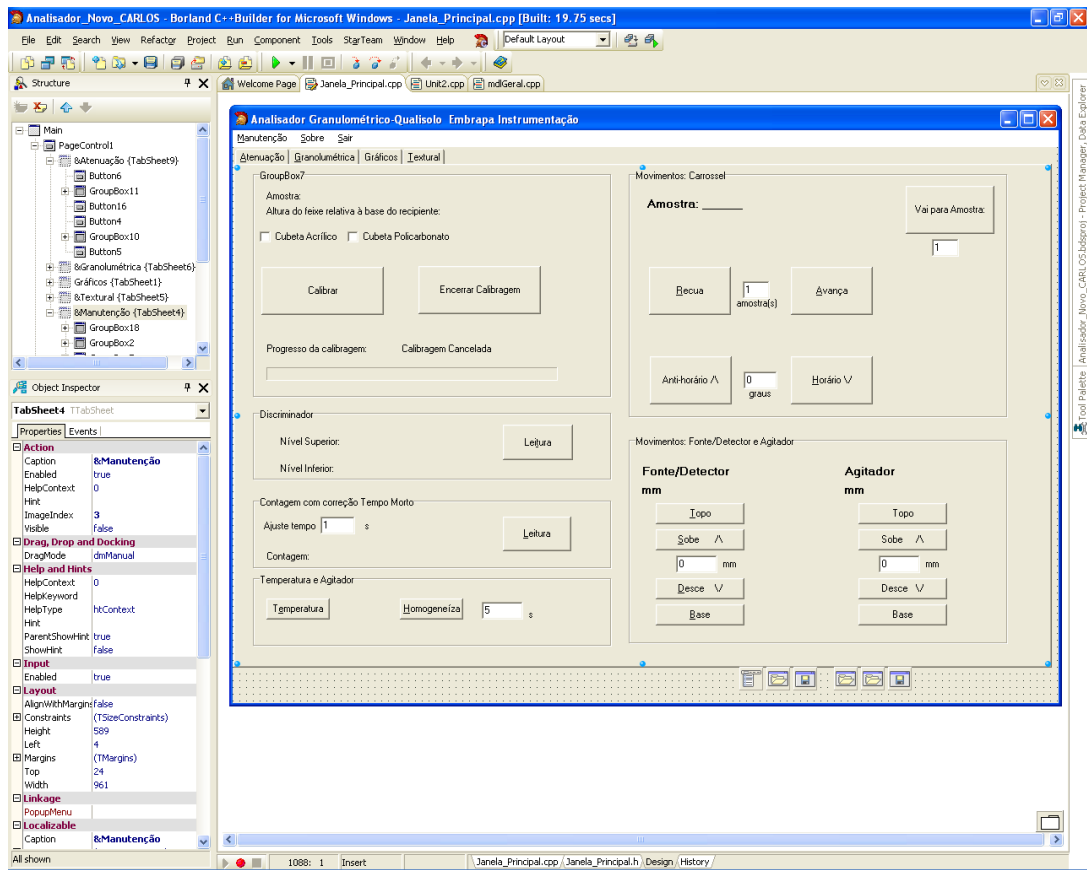


Figura 20 - Software desenvolvido - Manutenção.

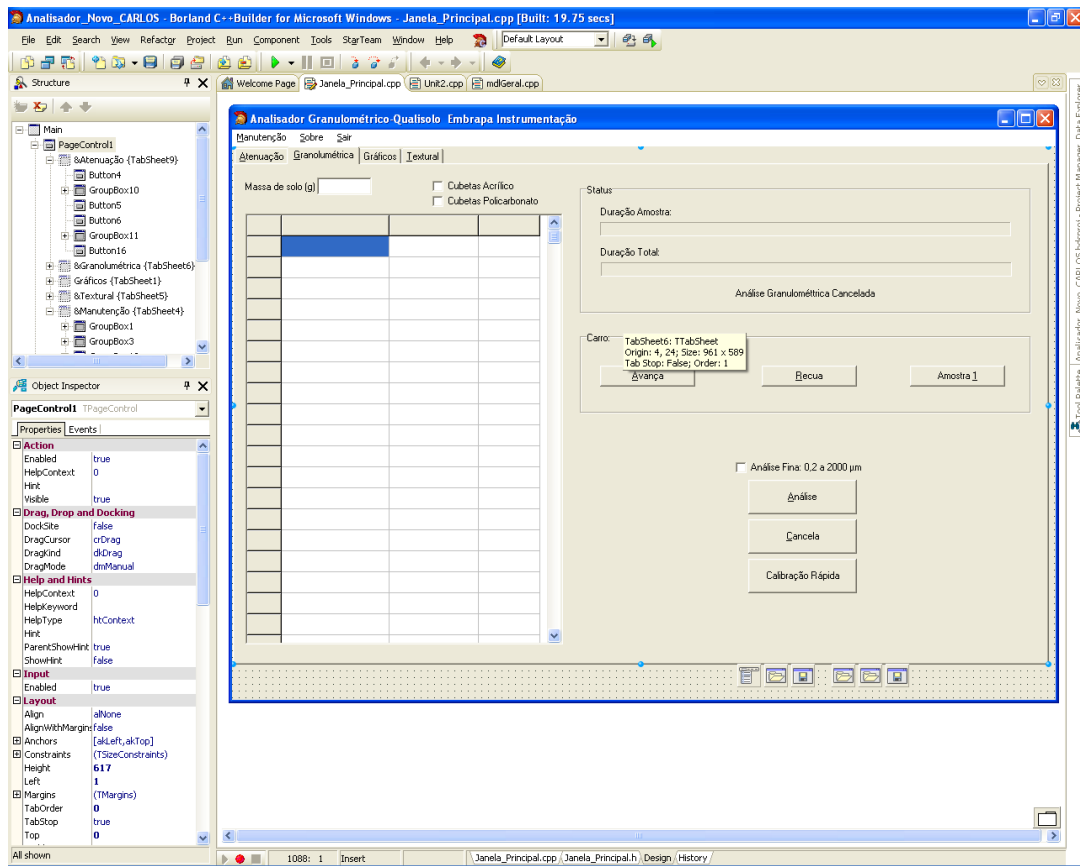


Figura 21 - Software desenvolvido - Análise granulométrica completa.

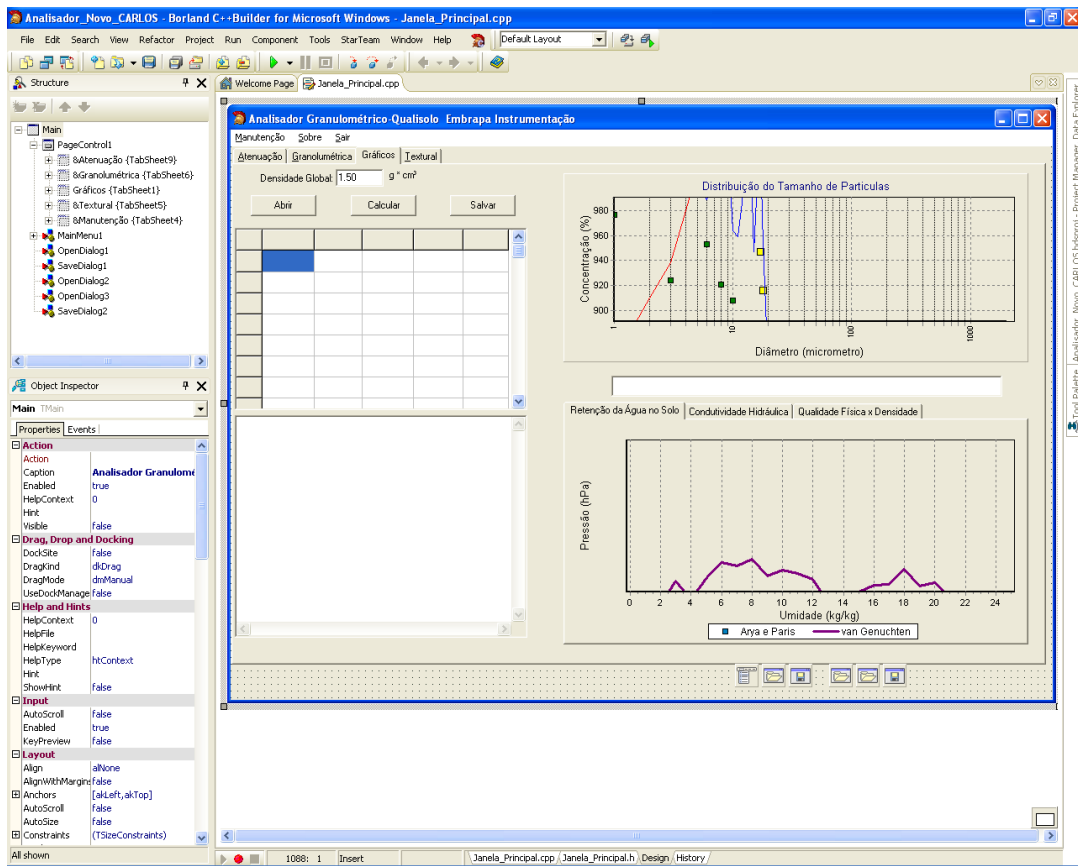


Figura 22 - Software desenvolvido - Gráficos.

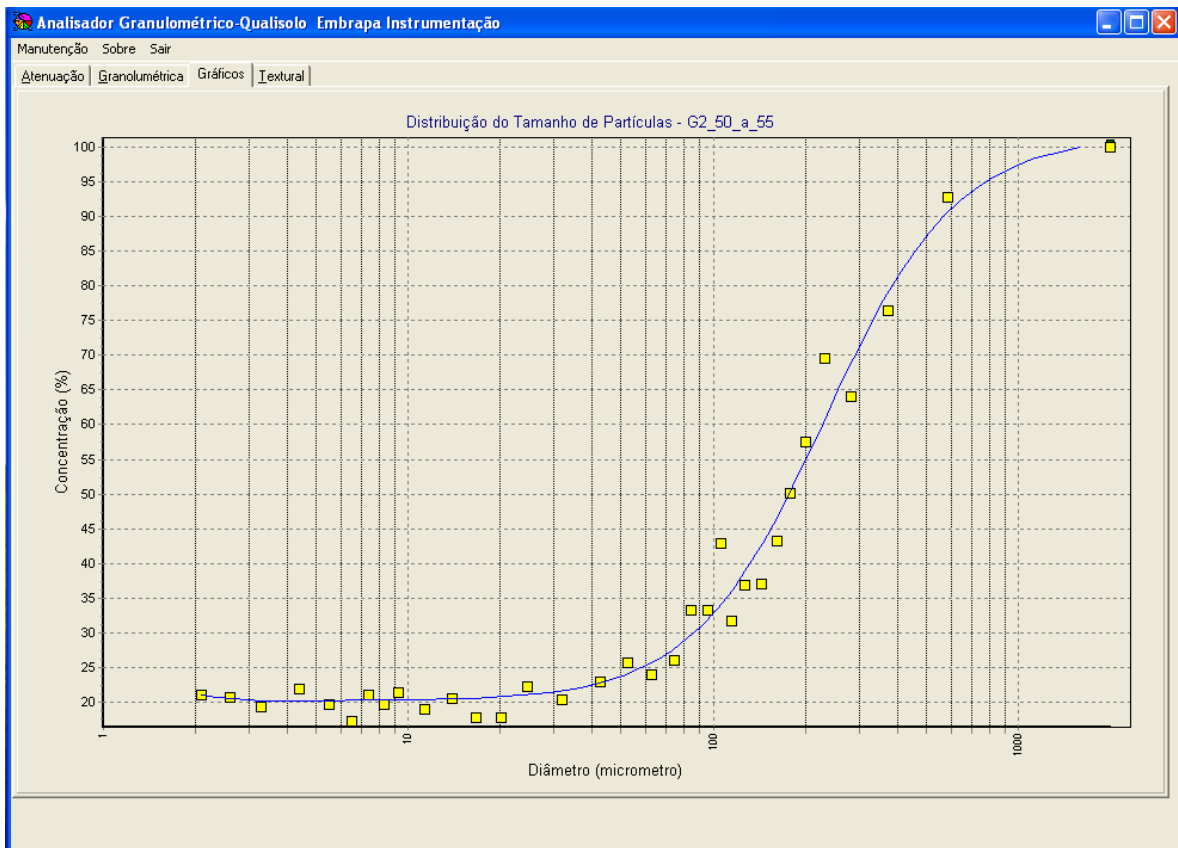


Figura 23 - Software desenvolvido - Gráfico de distribuição acumulada de tamanho de partículas de uma amostra.

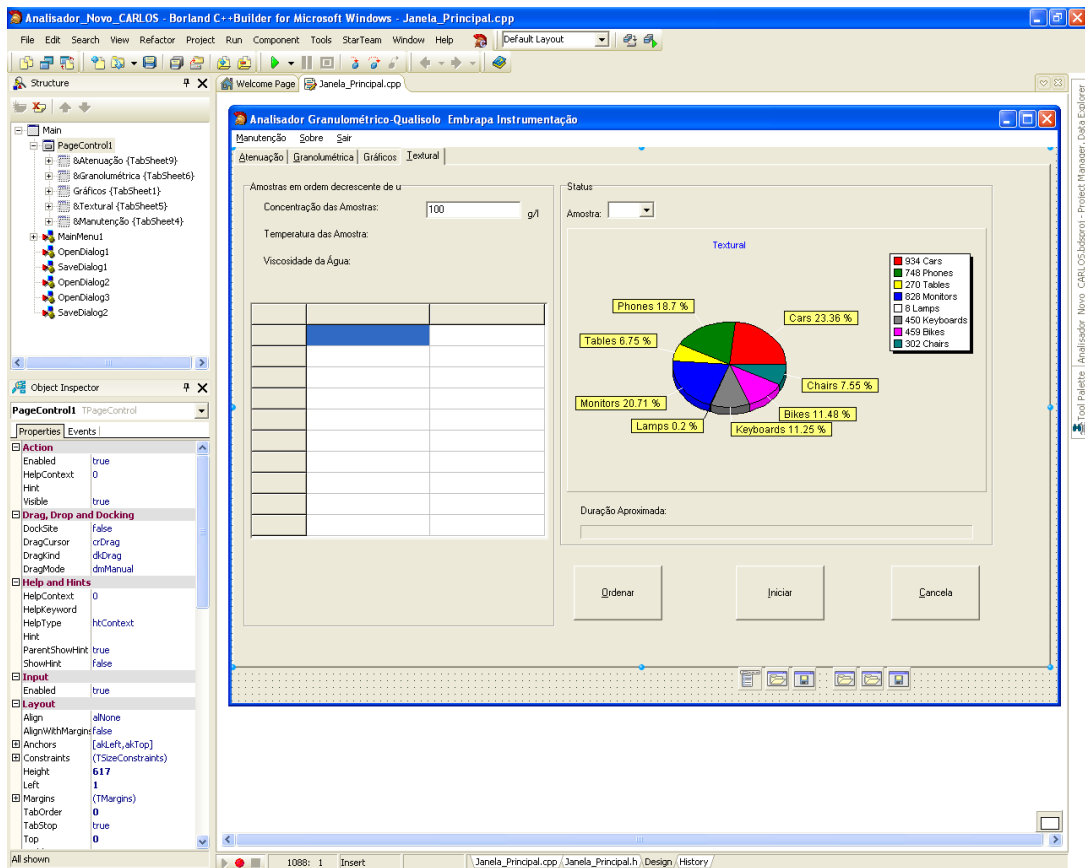


Figura 24 - Software desenvolvido - Análise Textural.

3.5 Calibração da fonte

Um modo de conseguir maior precisão nas análises, é realizar uma boa calibração da fonte radioativa. A calibração é uma análise feita em cubetas contendo somente água, é uma forma de determinar o parâmetro I_0 dos modelos utilizados. Assim, um valor preciso para I_0 é essencial para uma medida precisa.

Devido ao comportamento aleatório da fonte radioativa, no Analisador 1 esta calibração é solicitada ao usuário semanalmente e tem duração de 24 horas. Porém, por se tratar de um processo de longa duração, muitas vezes é negligenciado pelo usuário, que na prática faz a calibração poucas vezes. Como alternativa à este método, foi implementado um método de calibração rápida. Este método permite ao usuário realizar uma calibração com duração de 5 minutos. Desta maneira a calibração pode ser feita diariamente.

A calibração rápida, consiste em analisar somente 1 cubeta contendo apenas água durante 5 minutos. Os dados obtidos nessa calibração são comparados com os dados provenientes da última calibração completa, e os valores médios de emissão são comparados.

A diferença encontrada entre os valores médios encontrados é somada aos valores da calibração completa e esses novos valores são utilizados para os cálculos na análise granulométrica.

4 Resultados e Discussão

4.1 Alteração cubetas

Uma das condições para validade da Lei de Stokes é que o fluido tenha extensão “infinita” em relação às partículas em queda. Esta condição é aproximadamente satisfeita, quando o diâmetro do cilindro de sedimentação é de no mínimo 5 cm. Portanto, uma diminuição no tamanho das cubetas pode levar à um erro de medida.

Para verificar a validade do método para as novas cubetas, menores de base quadradas de 2,5cm, foram feitas dois tipos de análises, em ambas as análises foi usado o Analisador 1. Na primeira Análise foi usada cubeta com base 5cm e na segunda foi usado a mesma amostra de solo, e cubeta de base 2,5 cm.

Foram feitas análises para 3 amostras de solo. Para efeito de comparação, são mostrados os gráficos relacionando a relação (I/I_0) obtida para cada uma das 32 contagens em diferentes alturas da amostra. As contagens são feitas entre as alturas de 2cm (contagem 1) e 16cm (contagem 32) acima da base das cubetas.

Os resultados obtidos são mostrados nas Figuras 25, 26 e 27.

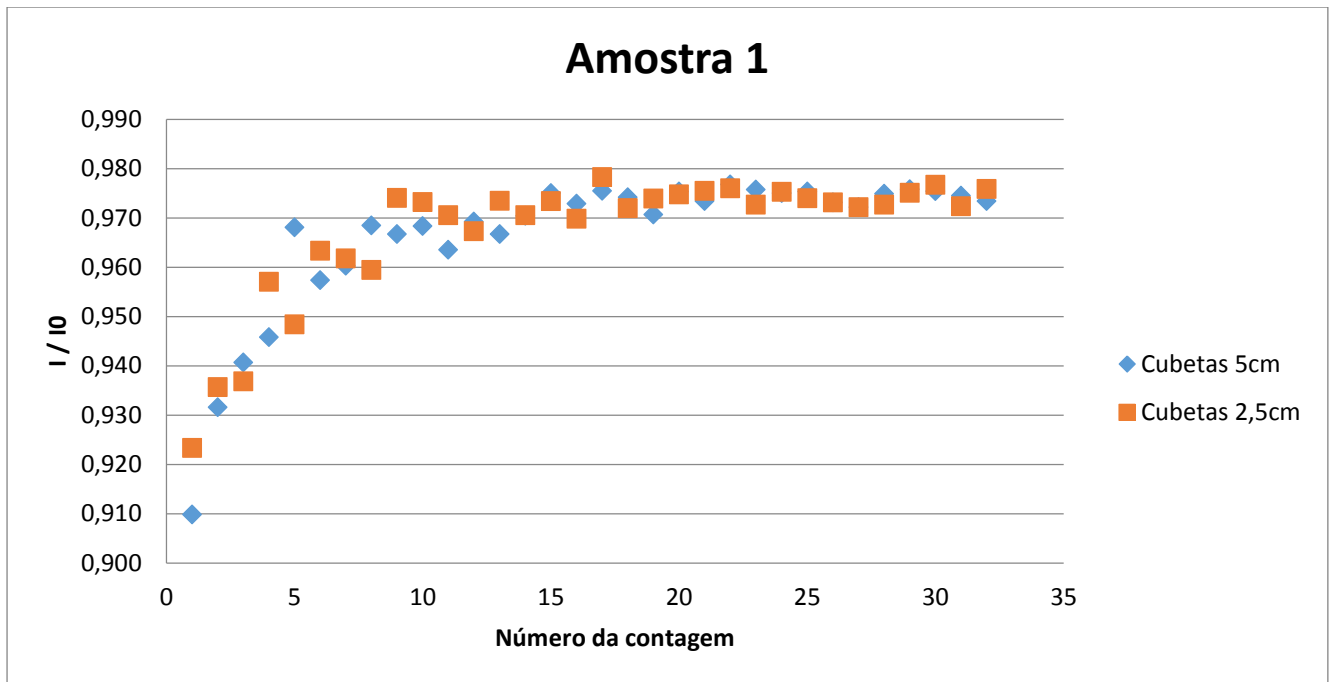


Figura 25 - Cubeta 5cm vs Cubeta 2,5cm - Amostra 1.

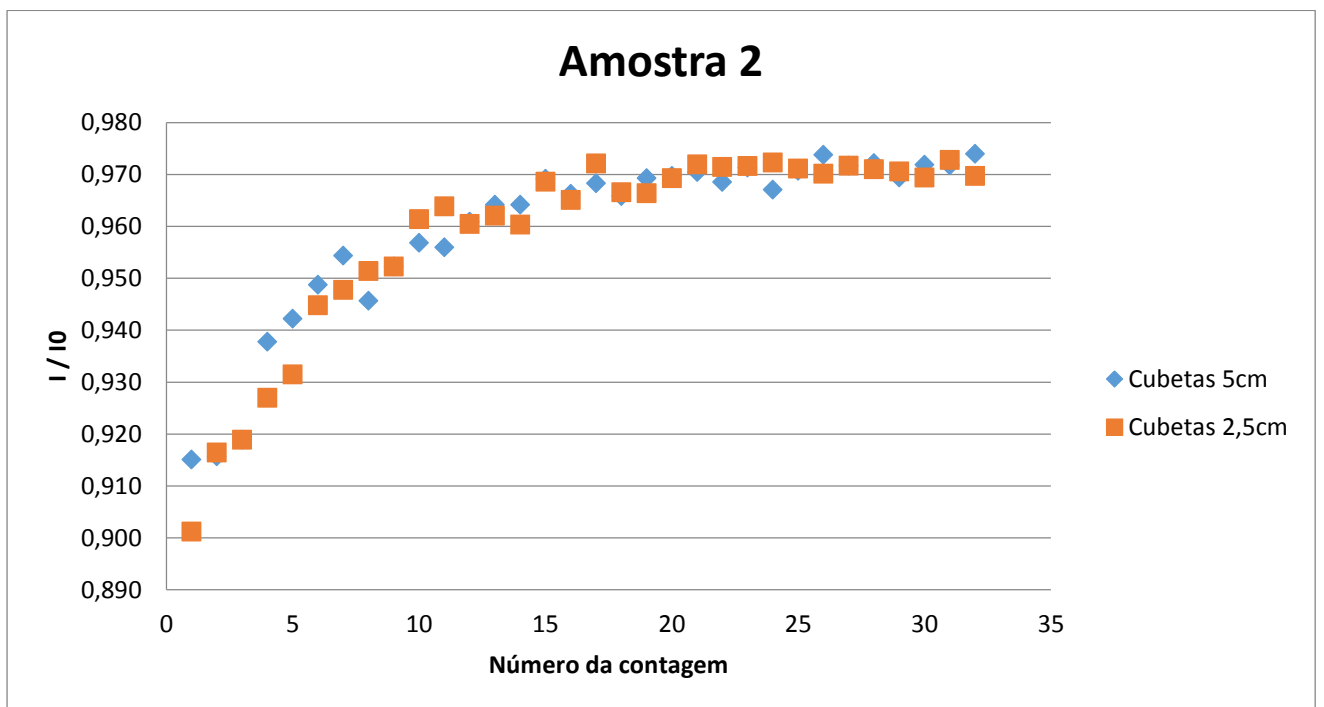


Figura 26 - Cubeta 5cm vs Cubeta 2,5cm - Amostra 2.

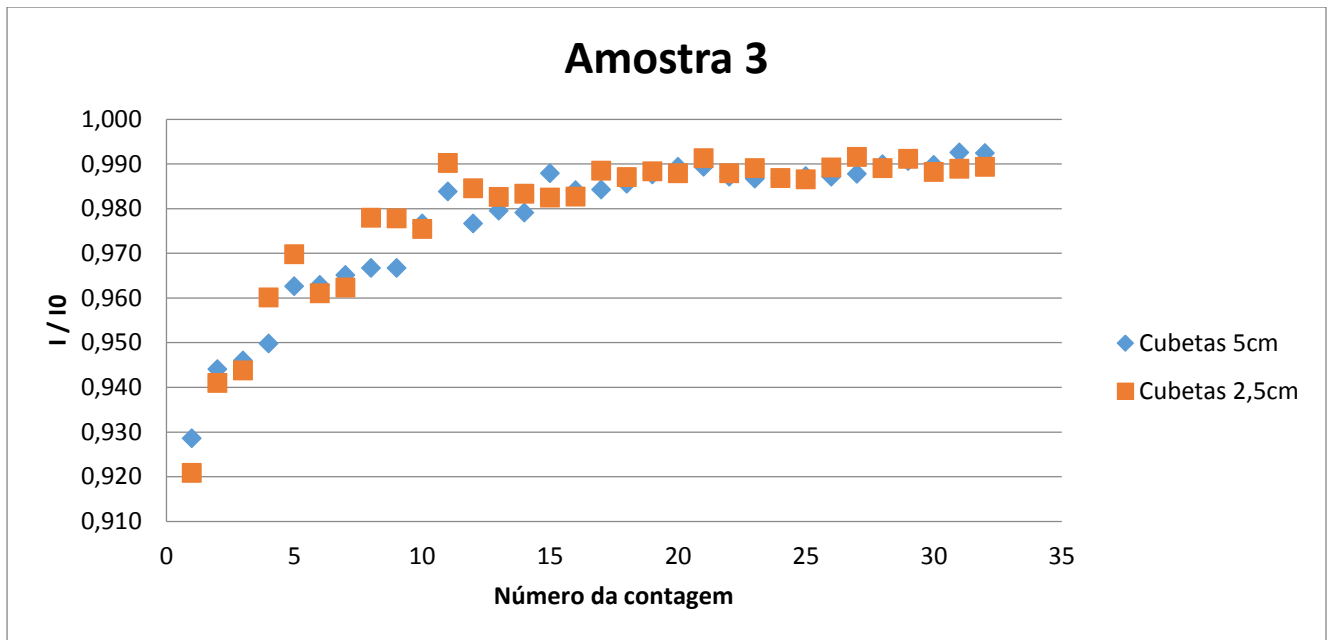


Figura 27 - Cubeta 5cm vs Cubeta 2,5cm - Amostra 3.

Os resultados mostraram uma boa correlação entre os dois tipos de cubetas. A maior diferença entre os valores de (I/I_0) encontrada foi de -2,03% na Amostra 1, na 5ª altura analisada. Desta forma pode-se concluir que a alteração no tamanho das cubetas não introduziu alterações significativas na sedimentação das partículas.

4.2 Analisador 1 vs. Analisador 2

Para verificar e validar o Analisador 2, foram feitos os mesmos tipos de análises utilizando o Analisador 1 e Analisador 2. Foram analisadas 3 amostras de solo diferentes.

Foram feitas análises para 3 amostras de solo. Para efeito de comparação, são mostrados os gráficos relacionando a relação (I/I_0) obtida para cada uma das 32 medidas em diferentes alturas da amostra.

Os resultados obtidos são mostrados nas Figuras 28, 29 e 30.

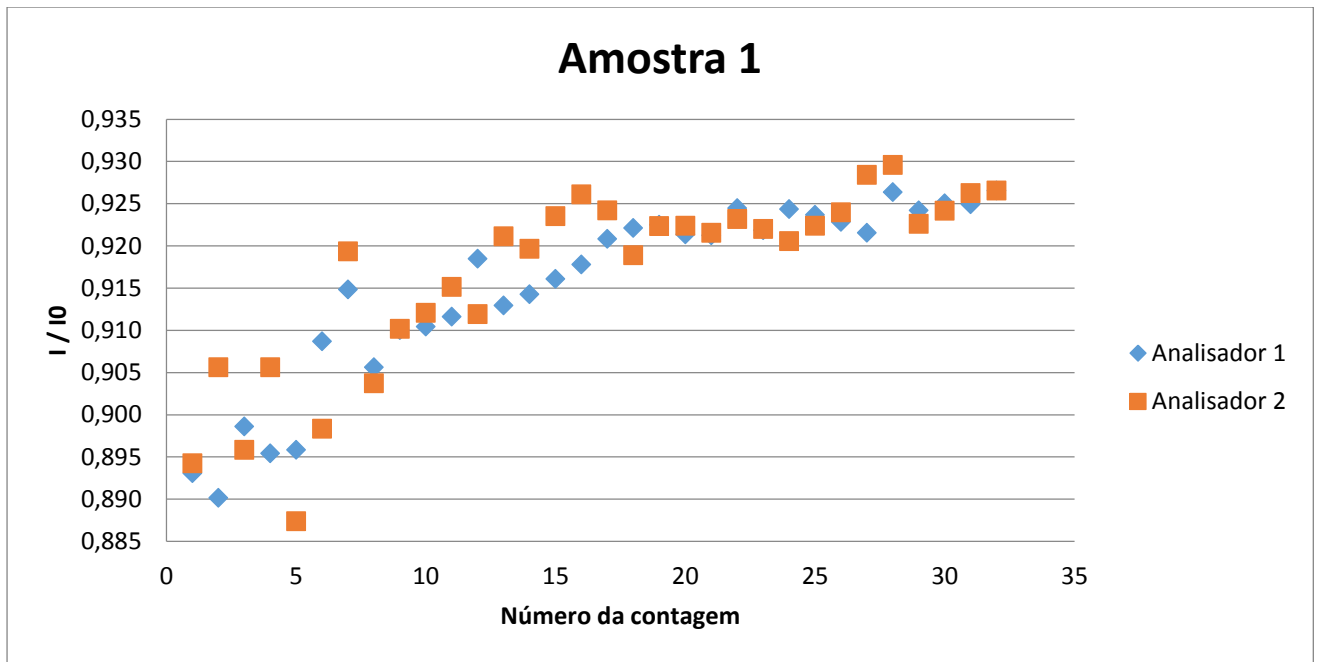


Figura 28 - Analisador 1 vs. Analisador 2 - Amostra 1.

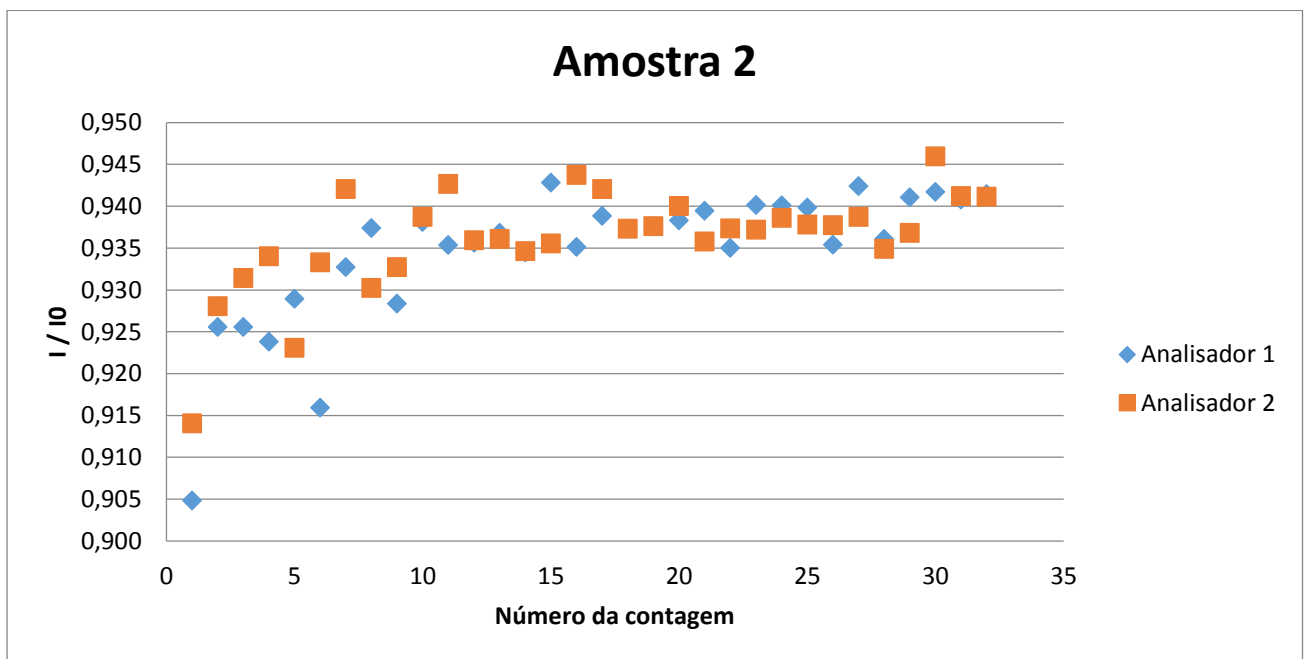


Figura 29 - Analisador 1 vs. Analisador 2 - Amostra 2.

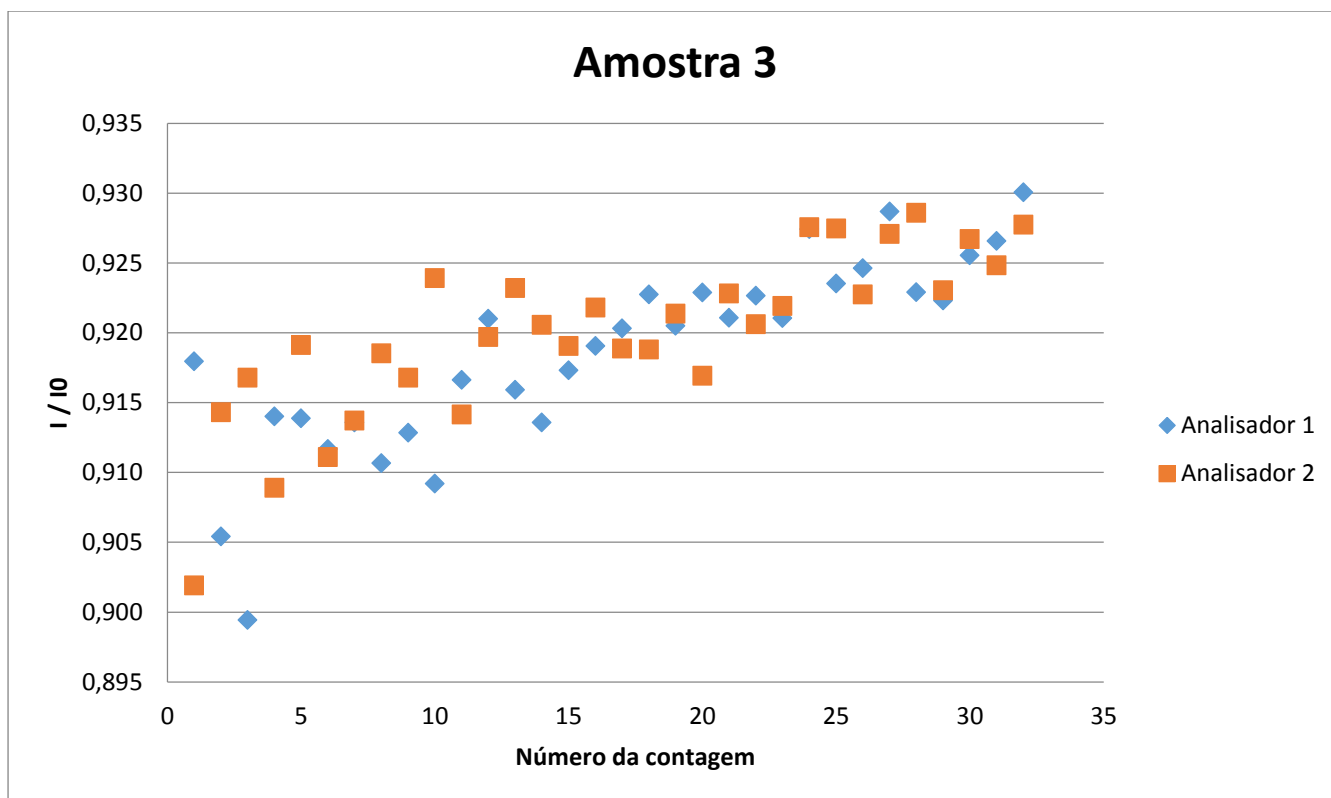


Figura 30 - Analisador 1 vs. Analisador 2 - Amostra 3.

Os resultados mostraram uma boa correlação entre os dois analisadores. A maior diferença entre os valores de (I/I_0) encontrada foi de 1,93% na Amostra 3, na 3ª altura analisada.

Uma vez que o Analisador 1 já passou por validação como visto em Macedo *et al.* (2003), e ambos analisadores apresentaram resultados semelhantes pode-se validar o funcionamento do Analisador 2.

A boa correlação encontrada mostra que as mudanças inseridas no Analisador 2 que poderiam levar a um erro de análise (alteração do tamanho das cubetas e mudança na calibração da fonte) foram realizadas com sucesso, sendo possível manter o bom padrão de análises do Analisador 1.

4.3 Tempo de Análise

Um dos esforços deste trabalho foi aumentar a capacidade de amostras do analisador, e diminuir o tempo de análise.

Os tempos de análise de uma amostra para os dois analisadores foram medidos. O tempo medido para análise de uma amostra no Analisador 1 foi de 23m50s, já o tempo medido para análise de uma amostra no Analisador 2 foi de 23m30s.

A diferença de 20s encontrada pode ser considerada insignificante comparada ao tempo total de análise. Acredita-se que essa diferença ocorra principalmente devido a independência das plataformas da Fonte/Detector e do Agitador no Analisador 2.

Embora a diferença encontrada para análise de somente uma amostra não seja significativa para o processo, é preciso levar em conta o tempo de autonomia de cada Analisador, ou seja, o tempo que o Analisador pode funcionar sem a intervenção do operador. Para o Analisador 1, com capacidade de 10 amostras, o tempo de autonomia é de 3h58m20s. Já para o Analisador 2, com capacidade de 40 amostras, esse tempo é de 15h40m, levando a uma diminuição do tempo ocioso do equipamento.

5 Conclusão

Com o analisador desenvolvido foi possível atingir os objetivos deste trabalho. Ou seja, o método de análise baseada em raios gama foi mantida, mas o analisador foi totalmente repensado, o que levou a um equipamento com maior capacidade de amostras e mais moderno.

Mudanças significativas foram implementadas, o projeto mecânico foi totalmente modificado o que propiciou ao equipamento um design mais moderno, e aumentou a capacidade do analisador de 10 para 40 amostras. O sistema eletrônico foi reprojetoado e modernizado, abandonando a necessidade de um computador externo para o funcionamento do analisador.

Ainda que não tenham sido feitas mudanças no método de análise, as mudanças de tamanho das cubetas e de método de calibração poderiam ter afetado as medidas. Embora tenha-se um espaço amostral pequeno, os resultados mostram que estas mudanças trouxeram benefícios ao equipamento sem levar à desvios de medida.

5.1 Sugestões para trabalhos futuros

Uma opção para continuidade no processo de modernização deste equipamento, vem com a utilização dos dispositivos portáteis com alta capacidade de processamento popularizados recentemente (tablets e smartphones). O que abre um novo leque de possibilidades, tais como o monitoramento e controle do equipamento a distância e uso de uma tela touchscreen embarcada ao equipamento, eliminando a necessidade de teclado, mouse e monitor.

Sugere-se ainda que sejam investigadas novas possibilidades para a análise, por exemplo, a viabilidade técnica da análise utilizando luz visível. Caso viável, é possível utilizar como fonte luminosa LEDs, o que levaria a um barateamento do equipamento, e conseqüentemente uma maior popularização nos laboratórios de análise.

6 Referências Bibliográficas

ALBRECHT, W. A.; MCCALLA, T. M. The colloidal clay fraction of soil as a cultural medium. **American Journal of Botany**, New York, v. 25, n. 6, p. 403-407, June 1938.

ARYA, L. M.; PARIS, F. A physicoempirical model to predict the soil moisture characteristic from particle-size distribution and bulk density data. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 45, n. 6, p. 1023-1030, Nov./Dec. 1981.

ASHWORTH, J. et al. Standard procedure in the hydrometer method for particle size analysis. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, Amsterdam, v. 32, n. 5/6, p. 633-642, Apr. 2001.

BEUSELINCK, L. et al. Grain-size analysis by laser diffractometry: comparison with the sieve-pipette method. **CATENA**, Amsterdam, v. 32, n. 3/4, p. 193-208, Apr. 1998.

BOHN, C. C.; GEBHARDT, K. Comparison of hydrometer settling times in soil particle size analysis. **Journal of Range Management**, Baltimore, v. 42, n. 1, p. 81-83, Jan. 1989.

BOUYOUCOS, G. J. The hydrometer as a new method for mechanical analysis of soils. **Soil Science**, New Brunswick, v. 23, n. 5, p. 343-352, Jan./June 1927.

BOUYOUCOS, G. J. A recalibration of the hydrometer method for mechanical analysis of soils. **Agronomy Journal**, Madison, v. 43, n. 9, p. 434-438, Sept 1951.

BOUYOUCOS, G. J. Hydrometer method improved for making particle size analysis of soils. **Agronomy Journal**, Madison, v. 54, n. 5, p. 464-465, Sept./Oct. 1962.

BUCHAN, G. D. et al. A comparison of sedigraph and pipette methods for soil particle-size analysis. **Australian Journal of Soil Research**, Collingwood, v. 31, n. 2, p. 407-417, 1993.

BUURMAN, P.; PAPE, T. H.; C.C., M. Laser grain size determination in soil genetic studies. 1. Practical problems. **Soil Science**, New Brunswick, v. 162, n. 3, p. 211-218, Mar. 1997.

CHAUDHARI, S. K.; SINGH, R.; KUNDU, D. K. Rapid textural analysis for saline and alkaline soils with different physical and chemical properties. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 72, n. 2, p. 431-441, Mar./Apr. 2008.

COMBER, N. M. et al. The mechanical analysis of soils: a report on the present position, and recommendations for a new official method. **Journal of Agricultural Science**, Cambridge, v. 16, n. 1, p. 126-144, Jan 1926.

COOPER, L. R.; HAVERLAND, R. L.; HENDRICKS, D. M. Microtrac particle-size analyser: an alternative particle-size determination method for sediment and soils. **Soil Science**, New Brunswick, v. 138, n. 2, p. 138-146, Aug. 1984.

DAY, P. R. Particle fractionation and particle-size analysis. In: BLACK, C. A. **Methods of soil analysis**. Madison: Soil Science Society of America, 1965. Cap. 1, p. 545-567.

ELIAS, E. A.; BACCHI, O. O. S.; REICHARDT, K. Alternative soil particle-size analysis by gamma-ray attenuation. **Soil Tillage & Research**, Amsterdam, v. 52, n. 1/2, p. 121-123, Sept. 1999.

ESHEL, G. et al. Critical evaluation of the use of laser diffraction for particle-size distribution analysis. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 68, n. 3, p. 736-743, May./Jun. 2004.

FERGUSON, H.; GARDNER, W. H. Water content measurement in soil columns by gamma ray absorption. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 26, p. 11-14, 1962.

GEE, G. W.; BAUDER, J. W. Particle size analysis by hydrometer: a simplified method for routine textural analysis and a sensitivity test of measured parameters. **Soil Science Society American Journal**, Madison, v. 43, n. 5, p. 1004-1007, Sep./Oct. 1979.

GEE, G. W.; BAUDER, J. W. Particle-size analysis. In: KLUTE, A. **Methods of soil analysis**. Madison: Soil Science Society of America, 1986. Cap. 1 : Physical and mineralogical methods, p. 383-412.

GEE, G. W.; OR, D. Particle-size analysis. In: DANE, J. H. **Methods of soil analysis**. 3. ed. Madison: Soil Science Society of America, 2002. Cap. 4: Physical methods, p. 255-293.

GURR, C. G. Use of gamma rays in measurement of water content and permeability in unsaturated columns of soil. **Soil Science**, Baltimore, v. 94, p. 224-229, 1962.

HWANG, S. I.; POWERS, S. E. Using particle-size distribution models to estimate soil hydraulic. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 67, n. 4, p. 1103-1112, July./Aug. 2003.

INDORANTE, S. J. et al. Particle-size analysis by a modified pipette procedure. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 54, n. 2, p. 560-563, 1990.

KAPLAN, I. **Física nuclear**. 2ª. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1983. 633 p.

KARSTEN, J. H. M.; KOTZE., W. A. G. Soil particle-size analysis with gamma attenuation technique. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, Amsterdam, v. 15, n. 6, p. 731-739, 1984.

KONERT, M.; VANDENBERGHE, J. Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: a solution for the underestimation of the clay fraction. **Sedimentology**, Oxford, v. 44, n. 3, p. 523-535, Jun. 1997.

KRUMBEIN, W. C. A history of the principles and methods of mechanical analysis. **Journal of Sedimentary Petrology**, Tulsa, v. 2, n. 2, p. 89-124, Aug. 1932.

MACEDO, A. et al. Validação de um analisador granulométrico automático em 3 laboratórios de análise de solos do Brasil. In: _____ **CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 29**. Ribeirão Preto: [s.n.], 2003.

MARTIN NETO, L.; VAZ, C. M. P.; CRESTANA, S. **Instrumentação avançada em ciência do solo**. São Carlos: Embrapa Instrumentação Agropecuária, 2007.

MCCAIVE, N.; SYVITSKI, J. P. M. Principles and methods of geological particle size analysis. In: SYVITSKI, J. P. M. **Principles, methods, and application of particle size analysis**. Cambridge: Cambridge University Press, 1991. Cap. 1, p. 3-21.

MCTAINSH, G. H.; LYNCH, A. W.; HALES, R. Particle-size analysis of aeolian dusts, soils and sediments in very small quantities using a coulter multisizer. **Earth Surface Processes and Landforms**, Chichester, v. 22, n. 13, p. 1207-1216, 1997.

MILLER, W. P.; RADCLIFFE, D. E.; MILLER, D. M. An historical perspective on the theory and practice of soil mechanical analysis. **Journal of Agronomic Education**, Madison, v. 17, n. 1, p. 24-28, 1988.

MÜLLER, G. **Methods in Sedimentary Petrography**. New York: Hafner Publishing Co, 1967. 283 p.

NAIME, J. M.; VAZ, C. M. P.; MACEDO, A. Automated soil particle size analyzer based on gamma-ray attenuation. **Computer and Electronics in Agriculture**, New York, v. 31, n. 3, p. 295-304, 2001.

OLIVEIRA, J. C. M. et al. Improved soil particle-size analysis by gamma-ray attenuation. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 61, n. 1, p. 23-26, 1997. ISSN 23-26.

R., D. P. Particle fractionation and particle-size analysis. In: BLACK, C. A. **Methods of soil analysis**. Madison: Soil Science Society of America, 1965. Cap. 1, p. 545-567.

RYŻAK, M.; BIEGANOWSKI, A.; WALCZAK, R. T. Application of laser diffraction method for determination of particle size distribution of grey-brown podzolic soil. **Research Agricultural Engineering**, v. 53, n. 1, p. 34-38, 2007.

RYŻAK, M.; BIEGANOWSKI, A.; WALCZAK, R. T. Application of laser diffraction method for determination of particle size distribution of grey-brown podzolic soil. **Research Agricultural Engineering**, v. 53, n. 1, p. 34-38, 2007.

SALTER, P. J.; BERRY, G.; WILLIAMS, J. B. Influence of texture on the moisture characteristics of soils. III. Quantitative relationships between particle size, composition, and available-water capacity. **Journal of Soil Science**, Oxford, v. 17, n. 1, p. 93-98, 1966.

STOKES, G. G. On the effect of the internal friction of fluids on the motion of pendulums. **Transaction of the Cambridge Philosophical Society**, Cambridge, v. 9, n. 2, p. 8-106, 1851.

SUGUIO, K. **Introdução à sedimentologia**. São Paulo, SP: Ed. Edgard Blucher - EDUSP, 1973.

SUR, H. S.; SINGH, N. T.; MAHLI, S. S. An examination of hydrometer and other methods for particle size determination in different soils. **Journal of the Indian Society of Soil Science**, New Delhi, v. 25, n. 2, p. 107-111, 1977.

VAN BAVEL, C. H. M. Soil densitometry by gamma transmission. **Soil Science**, Baltimore, v. 87, p. 50-58, 1959.

VAN BAVEL, C. H. M.; UNDERWOOD, N.; RAGAR, S. R. Transmission of gamma radiation by soils and soil densitometry. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 21, p. 588-591, 1957.

VAZ, C. M. P. et al. Soil mechanical analysis through gamma ray attenuation. **Soil Technol.**, v. 5, p. 319-325, 1992.

VAZ, C. M. P.; NAIME, J. M.; MACEDO, A. Soil particle size fractions determined by gamma-ray attenuation. **Soil Science**, Baltimore, v. 164, n. 6, p. 403-410, 1999.

VOMOCIL, J. A. In situ measurement of bulk density of soil by gamma absorption technique. **Soil Science**, Baltimore, v. 77, p. 341-342, 1954.

WALTER, N. F.; HALLBERG, G. R.; FENTON, T. S. Particle size analysis by the Iowa State University: soil survey laboratory. In: HALLBERG, G. R. **Standard**

procedures for evaluation of quaternary materials in Iowa. Ames: Iowa Geological Survey, 1978. p. 61-74.

WU, Q.; BORKOVEC, M.; STICHER, H. On particle-size distributions in soils. **Soil Science Society of America Journal**, Madison, v. 57, n. 4, p. 883-890, Jul./Aug. 1993.