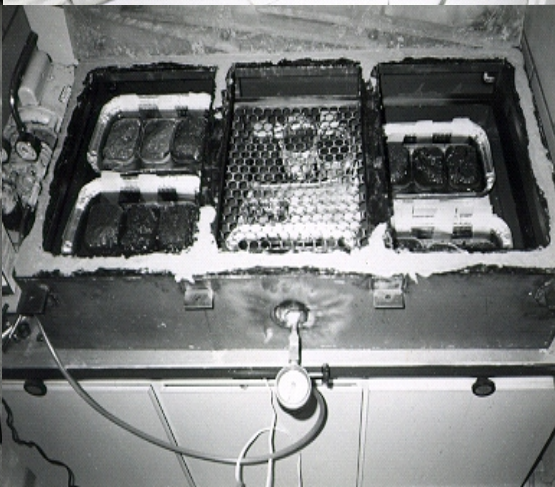
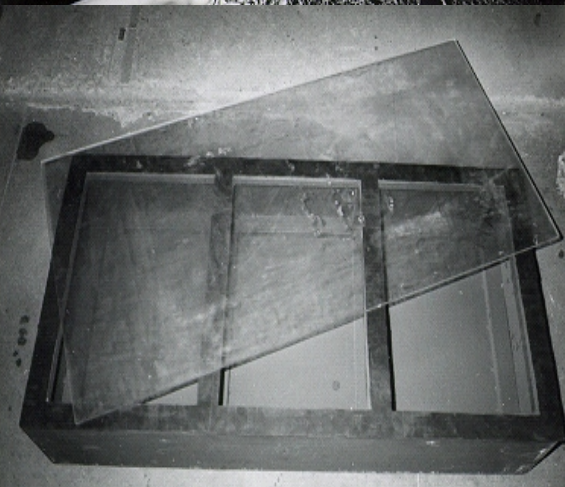
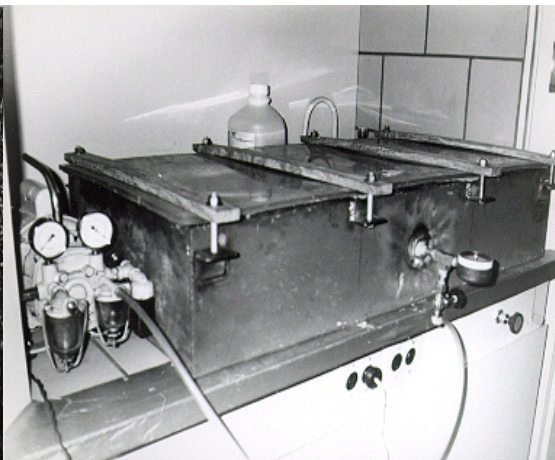


Técnicas de Coleta e Preparação de Amostras para Micromorfologia com Otimização do Processo de Impregnação





*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Embrapa Cerrados
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento*

ISSN 1517-5111

Dezembro, 2002

Documentos 69

Técnicas de Coleta e Preparação de Amostras para Micromorfologia com Otimização do Processo de Impregnação

Éder de Souza Martins
Ana Paula Martins Ferreira
Osmar Abílio de Carvalho Júnior
Fabrício Bueno da Fonseca Cardoso
Adriana Reatto

Planaltina, DF
2002

Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

Embrapa Cerrados

BR 020, Km 18, Rod. Brasília/Fortaleza

Caixa Postal 08223

CEP 73310-970 Planaltina - DF

Fone: (61) 388-9898

Fax: (61) 388-9879

http://www.cpac.embrapa.br

sac@cpac.embrapa.br

Supervisão editorial: *Nilda Maria da Cunha Sette*

Revisão de texto: *Maria Helena Gonçalves Teixeira*

Jaime Arbués Carneiro

Normalização bibliográfica: *Rosângela Lacerda de Castro*

Capa: *Chaile Cherne Soares Evangelista*

Editoração eletrônica: *Leila Sandra Gomes Alencar*

Impressão e acabamento: *Divino Batista de Souza*

Impresso no Serviço Gráfico da Embrapa Cerrados

1ª edição

1ª impressão (2002): tiragem 100 exemplares

Todos os direitos reservados.

A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei no 9.610).

CIP-Brasil. Catalogação-na-publicação.
Embrapa Cerrados.

T255 Técnicas de coleta e preparação de amostras para micromorfologia com
otimização do processo de impregnação / Éder de Souza Martins ...
[et al.] – Planaltina, DF : Embrapa Cerrados, 2002.
22 p. – (Documentos / Embrapa Cerrados, ISSN 1517-5111 ; 69)

1. Solo - análise. 2. Solo - impregnação. I. Martins, Éder de Souza.
II. Série.

631.41 - CDD 21

© Embrapa 2002

Autores

Éder de Souza Martins

Geól. Ph.D., Embrapa Cerrados, eder@cpac.embrapa.br

Ana Paula Martins Ferreira

Curso de Pós-graduação em Ecologia, Universidade de Brasília, Departamento de Ecologia.

Osmar Abílio de Carvalho Júnior

Pesquisador em geoprocessamento do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, INPE, osmar@ltd.inpe.br

Fabício Bueno da Fonseca Cardoso

Analista, Conselho Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento Tecnológico, CNPq
fbueno@cnpq.br

Adriana Reatto

Pesquisadora em pedologia da Embrapa Cerrados, reatto@cpac.embrapa.br

Agradecimentos

Os autores agradecem aos técnicos José Luiz Carneiro Nascimento, Francisco Jurandir de Souza e Luís Carlos de Souza do Laboratório de Geotecnia da UnB pelo auxílio na idealização da caixa, ao Departamento de Engenharia Civil da UnB pela concessão da tampa de acrílico, ao Departamento de Engenharia Mecânica da UnB pela confecção da caixa projetada pelos autores e ao Prof. Márcio Martins Pimentel do Instituto de Geociências da UnB pela permissão de uso das capelas do Laboratório de Geocronologia.

Sumário

Introdução	9
Técnicas de Coleta e de Preparação de Amostras	10
Coleta do Micromonólito	10
Impregnação	14
Preparação da Amostra	14
Substituição com Acetona	15
Impregnação com Resina	15
Secagem	16
Laminação e Polimento	16
Confecção da Caixa de Impregnação	17
Caixa de Aço	18
Placa de Acrílico	18
Borracha	18
Sistema de Presilhas	19
Pressiômetro e Sistema de Válvula	19
Considerações Finais	20
Referências Bibliográficas	20
Abstract	22

Técnicas de Coleta e Preparação de Amostras para Micromorfologia com Otimização do Processo de Impregnação

Éder de Souza Martins

Ana Paula Martins Ferreira

Osmar Abílio de Carvalho Júnior

Fabício Bueno da Fonseca Cardoso

Adriana Reatto

Introdução

A pedografia, definida como o conjunto de técnicas microscópicas para a análise de solos e rochas alteradas, é uma das ferramentas de laboratório mais adequadas para a compreensão de muitos problemas identificados no campo em diversas áreas da ciência dos solos ([Brewer, 1976](#); [Leprun, 1979](#); [Bullock et al., 1985](#)).

A pedografia é dividida em micromorfologia e micromorfometria. A micromorfologia consiste no estudo de amostras não perturbadas de solos e de rochas alteradas com a ajuda de técnicas microscópicas e ultramicroscópicas para identificar estruturas e os constituintes elementares e precisar suas relações mútuas no espaço e, se possível, no tempo relativo de geração ([Delvigne, 1988](#)). Essa abordagem é qualitativa, sendo o estudo quantitativo, por meio de medidas das dimensões, dos volumes e das distâncias, relativo à micromorfometria ([Bullock et al., 1985](#)). A essas técnicas, podem ser associadas a análise química pontual ou em áreas de observação através da microssonda eletrônica ([Delvigne, 1988](#)).

¹ Geól. Ph.D., Embrapa Cerrados, eder@cpac.embrapa.br

² Curso de Pós-graduação em Ecologia, Universidade de Brasília, Departamento de Ecologia

³ Pesquisador em geoprocessamento do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, INPE, osmar@ltd.inpe.br

⁴ Analista, Conselho Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento Tecnológico, CNPq, fbueno@cnpq.br

⁵ Pesquisadora em pedologia da Embrapa Cerrados, reatto@cpac.embrapa.br

Apesar de a pedografia ter-se originado no início do século 20 ([Kubiena, 1938](#)), existem poucos grupos de pesquisadores no Brasil que desenvolvem estudos sobre esse tema ([Cardoso, 1995](#); [Cardoso et al., 1995, 1996](#); [Camapum de Carvalho et al., 1996](#)).

Essa técnica tem aplicações em diversos seguimentos da Ciência do Solo de modo a complementar os outros tipos de análises realizadas convencionalmente, em questões associadas à gênese, ao manejo, à biologia do solo, à geotecnia e à geologia de engenharia. Podem ser citados vários exemplos: auxiliar nos estudos mineralógicos e químicos dos solos; análise de alterações estruturais; estudo da atividade biológica de raízes e organismos do solo; qualificação e quantificação do índice de vazios; caracterização dos agregados e indicação do seu comportamento mecânico; semiquantificação granulométrica; caracterização dos tipos de ligações estruturais, determinação do grau de isotropia e homogeneidade, etc. (vide revisão em [Delvigne, 1988](#)).

Nesse sentido, pode ser necessário o estudo pedográfico de dezenas de amostras para a compreensão de algumas propriedades dos solos de uma região, sendo imprescindível a otimização das técnicas de amostragem e a preparação para os estudos microscópicos.

Este trabalho teve como objetivo otimizar o uso de procedimentos de coleta e de preparação de amostras para estudos pedográficos.

Técnicas de Coleta e de Preparação de Amostras

O procedimento básico pode ser subdividido em três etapas: coleta do micromonólito; impregnação; laminação e polimento.

Coleta do Micromonólito

A coleta da amostra com estrutura indeformada é o requisito inicial nesse tipo de estudo que recebe a denominação de monólito. No caso de estudos em perfis, podem ser utilizados micromonólitos em diferentes profundidades, assim chamados devido à pequena dimensão das amostras. Dependendo do objetivo da pesquisa, essas amostras podem ser retiradas desde a superfície até o mais próximo possível da rocha, efetuando-se para tal fim, trincheiras, cortes de estrada, poços, blocos de amostra indeformada etc.

Os micromonólitos são obtidos verticalmente (ou horizontalmente, no caso de análises superficiais) pela moldagem da amostra em caixas plásticas flexíveis ou de alumínio, de duas partes com encaixe, geralmente com dimensões de 10^{-2} por 7×10^{-2} m de base e 4×10^{-2} m de altura. Na prática, saboneteiras plásticas com pequenos orifícios na base são empregadas como recipientes de coleta por apresentarem características ideais de dimensões, fácil manuseio e baixo custo. Dessa forma, a amostra deve ser modelada ao tamanho da parte inferior da caixa plástica, utilizando com bastante cautela espátula e canivete. Os procedimentos básicos para a retirada do micromonólito são:

- 1 Cava-se uma canaleta, em torno da superfície da amostra pretendida, com uma distância de 3×10^{-2} m do corpo a ser amostrado. A canaleta deve possuir uma dimensão de 3×10^{-2} a 4×10^{-2} m de largura e 3×10^{-2} m de profundidade ([Figura 1](#)):
- 2 Em seguida, com o auxílio da espátula, ajusta-se a forma do corpo de solo às dimensões da caixa plástica. A tampa inferior da caixa é fixada no corpo de solo ([Figura 2](#)):
- 3 O próximo passo é retirar o monólito da superfície do solo. Para tal, com auxílio de espátula, canivete ou arame fino, corta-se o monólito, tomando-se o cuidado de retirar uma amostra mais alta do que a requerida, procedendo-se ao desbaste do excesso de material de acordo com a altura da caixa ([Figura 3](#)):
- 4 Por fim, depois da retirada do monólito fecha-se cuidadosamente a caixa plástica que servirá como proteção durante o transporte até o laboratório. Para reduzir os possíveis impactos durante o transporte deve-se colocar uma folha de papel toalha entre a amostra e a caixa ([Figura 4](#)).

É importante que no momento da coleta sejam anotadas, além da profundidade do micromonólito em relação à superfície, a orientação quanto ao topo e a base da amostra. Os micromonólitos coletados devem ser mantidos fechados até chegarem ao laboratório onde se deve proceder a uma secagem ao ar para eliminação do excesso de umidade.



Foto de: Ana Paula Martins Ferreira

Figura 1. Primeira etapa de coleta de micromonólito.

Foto de: Ana Paula Martins Ferreira

Figura 2. Segunda etapa de coleta de micromonólito.



Foto de: Ana Paula Martins Ferreira

Figura 3. Terceira etapa de coleta do micromonólito.



Foto de: Ana Paula Martins Ferreira

Figura 4. Quarta etapa de coleta do micromonólito.

Impregnação

Para realizar a impregnação, é necessário o preenchimento dos poros do corpo de solo por uma resina plástica que, depois da polimerização, torna a amostra rija, resistente e sem perder a estrutura original, permitindo, assim, o seu posterior corte na fase de laminação. Para tal, são necessárias condições de vácuo para a melhor penetração da resina na amostra. O procedimento habitual é a utilização de um dessecador conectado a uma bomba de vácuo (compressor) (Figura 5).



Foto de: Ana Paula Martins Ferreira

Figura 5. Procedimento de impregnação utilizando dessecador.

Além disso, a manipulação deve ser feita com luvas, máscara (tipo *combitorx*) e em capelas apropriadas para evitar a inalação dos gases tóxicos desprendidos pela resina.

A impregnação das amostras é feita seguindo o procedimento descrito a seguir:

Preparação da Amostra

A amostra coletada na caixa plástica pode ser subdividida ou colocada diretamente para impregnação. Nesse caso, os recipientes plásticos devem apresentar orifícios na sua base para permitir a entrada da resina. A amostra é

transferida para a caixa de impregnação dentro de recipiente de alumínio, sendo identificada por uma etiqueta de papel, tendo o cuidado de escrever, usando grafite, pois tinta pode ser dissolvida durante a impregnação. As caixas de alumínio (tipo *marmitex*) são mais apropriadas para essa finalidade por serem resistentes aos produtos usados na impregnação e podem ser facilmente destacadas depois do endurecimento da resina.

Substituição com Acetona

Antes de iniciar o processo de impregnação com a resina, deve-se realizar a prévia substituição da água pela acetona, uma vez que a água reage com a resina danificando a amostra o que não acontece com a acetona. Para tanto, utilizam-se estopas embebidas de acetona ao redor das caixas de alumínio, em condições de vácuo (100 milibares) para que se processe a substituição. É importante que essa substituição com acetona seja feita com duração mínima de 48 horas.

Impregnação com Resina

Nesta etapa, que também se processa sob vácuo, a resina é adicionada dentro das caixas de alumínio. Essa adição é feita progressivamente em várias etapas (Tabela 1), sendo absorvida pela amostra via orifícios existentes na base da caixa plástica em condições de vácuo (100 milibares). Para solos pobres em matéria orgânica, a resina é composta por monômero de estireno, resina de poliéster e um catalisador (peroxol) numa proporção que varia com o avanço da impregnação (Tabela 1).

Tabela 1. Proporção dos constituintes da resina no decorrer da impregnação.

Material de Impregnação → ↓ Seqüência de tempo	Resina de Poliéster	Monômero de Estireno	Catalisador
Primeiro dia (turno matutino)	40% a 60%	60% a 40%	3 a 5 gotas/litro
Primeiro dia (turno vespertino)	40% a 60%	60% a 40%	3 a 5 gotas/litro
Segundo dia (turno matutino)	40% a 60%	60% a 40%	3 a 5 gotas/litro
Segundo dia (turno vespertino)	40% a 60%	60% a 40%	3 a 5 gotas/litro
Terceiro dia (turno matutino)	50% a 70%	50% a 30%	6 a 10 gotas/litro
Terceiro dia (turno vespertino)	50% a 70%	50% a 30%	6 a 10 gotas/litro

No caso de solos ricos em matéria orgânica, usa-se a impregnação com resina plástica Araldite (50%), endurecedor (5%) e álcool anidro (45%) ([Paula et al., 1991](#)), pois essa resina não é solvente da matéria orgânica. Em ambos os casos, devem-se ter o cuidado de não despejar a resina diretamente sobre as amostras para evitar a destruição de estrutura. Para tal, ela é adicionada através de um funil de vidro na base da caixa de alumínio. Nos dois primeiros dias, a quantidade de resina adicionada em cada turno deve ser suficiente para cobrir o fundo da caixa de alumínio, enquanto, no último dia, deve preencher todo o recipiente, suspendendo o vácuo.

A velocidade de impregnação deve ser monitorada pelo grau de saturação observado na superfície da amostra, podendo ser mais lento que o apresentado aqui, dependendo das características da amostra. As amostras argilosas com estrutura maciça e muito ricas em matéria orgânica geralmente apresentam velocidade de impregnação muito lenta, sendo necessário até o dobro do tempo previsto na [Tabela 1](#).

Secagem

A partir da suspensão do vácuo, o processo de polimerização é acelerado. Quando a resina tornar-se mais gelatinosa, a amostra é transferida para uma estufa sob temperatura de 55 °C, durante 24 a 48 horas, até que se torne completamente endurecida.

Laminação e Polimento

Depois do endurecimento da amostra, procede-se a sua laminação da mesma forma que é feita na confecção de lâminas delgadas e seções polidas.

Utilizando-se uma serra, as amostras resinadas são fatiadas, se possível em óleo, nas direções e tamanhos adequados. Posteriormente, cada fatia é polida num disco em rotação com abrasivo (alumina) e água, até alcançar uma superfície lisa e plana o suficiente para ser colada em lâmina de vidro, no caso da confecção de lâmina delgada ou no interior de tubo de PVC (6×10^{-3} a 10^{-2} m de altura no caso de seção polida).

As amostras coladas são desbastadas em serras especiais até alcançar alguns milímetros no caso de lâminas. As seções de PVC sofrem apenas um desbaste suficiente para a fase posterior de polimento.

A seguir, as amostras são novamente polidas em disco com abrasivo de alumina bem fino. O polimento final é feito em politriz, usando-se pó de diamante como abrasivo.

Finalmente, o material a ser estudado nas lâminas delgadas apresenta espessura em torno de 30 μm , adequada para estudos microscópicos em luz transmitida. As seções polidas são observadas em microscópio de luz refletida.

Confecção da Caixa de Impregnação

Os dessecadores, apesar de serem bastante eficientes no processo de impregnação dos micromonólitos, apresentam como inconveniente um espaço interno pequeno, reduzindo assim o número de amostras que podem ser processadas de uma só vez. Com o objetivo de otimizar o processo é apresentado neste trabalho o projeto de uma caixa de impregnação com maior espaço interno que o dos dessecadores, mas que pode ser manipulada dentro de capelas.

A caixa de impregnação é confeccionada, utilizando-se de cinco elementos (Figuras 6 e 7): caixa de aço; placa de acrílico; borracha; sistema de presilhas; pressiômetro e sistema de válvulas.

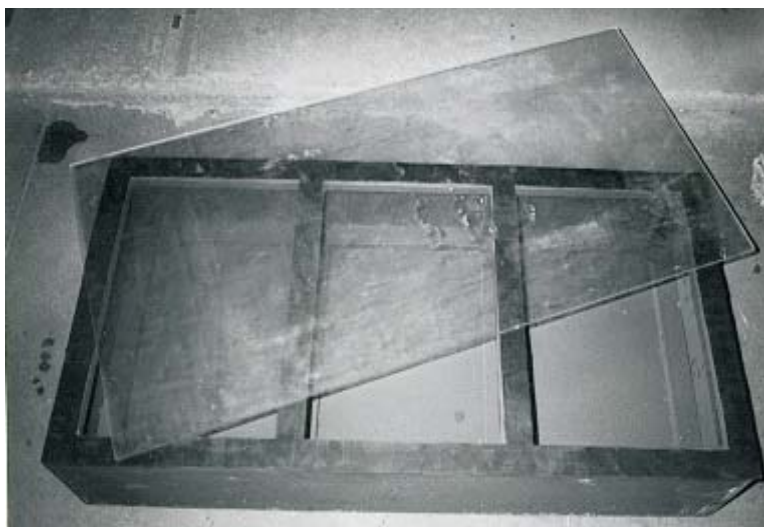


Foto de: Ana Paula Martins Ferreira

Figura 6. Caixa de impregnação desenvolvida.

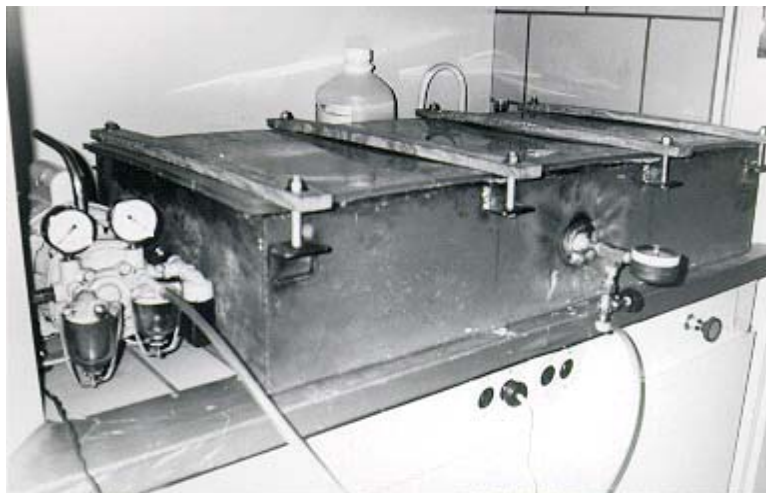


Foto de: Ana Paula Martins Ferreira

Figura 7. Caixa de impregnação com sistema de válvula, pressiômetro e compressor.

Caixa de Aço

Composta por cinco chapas de aço 1010 com as seguintes dimensões: duas laterais de 1,0 por 0,2 m, duas laterais de 0,5 por 0,2 m e o fundo de 1,0 por 0,5 m. A parte superior da caixa é projetada com duas travessas metálicas de 4×10^{-2} m de largura e circundada por uma borda de mesma largura para evitar o abatimento da tampa em condições de vácuo. Todas as emendas da caixa são soldadas para obter uma completa vedação. Com o objetivo de aumentar o espaço para a colocação de amostras, é fixada uma canaleta a meia altura da caixa para inserir uma prateleira feita de tela de aço vazada.

Placa de Acrílico

Para permitir o monitoramento do processo de impregnação das amostras a tampa que recobre a caixa é feita com uma placa de acrílico de 9×10^{-3} m de espessura, com as mesmas dimensões da caixa. Essa espessura mínima é necessária para suportar a pressão negativa.

Borracha

Entre a tampa e a caixa é colocada uma borracha inteiriça de 5×10^{-3} m de espessura, recortada de acordo com as dimensões da caixa para evitar zonas vulneráveis à passagem de ar.

Sistema de Presilhas

Para completar a vedação, monta-se, sobre a tampa de acrílico, um sistema de presilhas composto por juntas metálicas, parafusos ($8 \frac{1}{2}$ ') e tábuas de madeira ($0,55$ m de comprimento, 4×10^{-2} m de largura e 4×10^{-2} m de altura). Nas laterais da caixa, são soldadas seis juntas em "L" com um orifício central a uma distância da borda de 2×10^{-2} m, por onde passam parafusos. Assim, depois de passarem pelas juntas, os parafusos alcançam as tábuas de madeira através de um orifício de encaixe, fixados por roscas que pressionam a tampa de acrílico sobre a caixa.

Para assegurar o vácuo interno da caixa, emprega-se massa de calafetar sobre a borracha propiciando completa vedação, assegurando a retirada da tampa no final de cada etapa da impregnação com resina (Figura 8).



Foto de: Ana Paula Martins Ferreira

Figura 8. Impregnação com resina.

Pressiômetro e Sistema de Válvula

Na lateral da caixa, posiciona-se um furo por onde se faz uma conexão com um sistema formado por um pressiômetro e em seguida uma válvula em que é possível controlar a passagem de ar. Para evitar qualquer eventual vazamento, esse sistema também é soldado à caixa. Desta forma, o compressor é ligado a este sistema. Quando é atingido um vácuo de 150 a 200 milibares, demarcado

pelo pressômetro, fecha-se a válvula e desliga-se a bomba. A colocação do pressômetro depois da válvula permite controlar o vácuo interno da caixa e assim monitorar uma eventual perda de pressão.

Considerações Finais

Utilizando-se um conjunto de técnicas são obtidas amostras mesoscópicas, lâminas delgadas e seções polidas, nas quais podem ser observadas as estruturas e determinadas propriedades físicas, químicas e mineralógicas dos solos e rochas alteradas.

O procedimento de coleta dos micromonólitos proposto é bastante eficiente, e, esses apresentam tamanho ideal para impregnação e vantagens para coleta e transporte.

A caixa de impregnação proposta é bastante eficiente, suportando e mantendo uma pressão de até 200 milibares. Além disso, usando-se essa caixa é possível processar em torno de 30 micromonólitos simultaneamente, muito superior ao de um dessecador de tamanho médio onde cabem de 3 a 4 micromonólitos. As dimensões da caixa de impregnação podem ser adequadas conforme a necessidade do usuário. Para otimizar ainda mais o processo de impregnação, é possível instalar na caixa um sistema para a técnica de gotejamento ([Paula et al., 1991](#)).

Dessa forma, o procedimento apresentado aumenta a velocidade do processo de impregnação em torno de dez vezes e otimiza a metodologia de confecção de lâminas delgadas e seções polidas.

Referências Bibliográficas

BREWER, R., **Fabric and mineral analysis of soils**. 2. ed. New York: J. Wiley, 1976.

BULLOCK, T.; FEDOROFF, N.; JONGERIUS, A.; STOOPS, G.; TURSINA, T.; BABEL, U. **Handbook for Soil thin Section Description**. Wolverhampton: Wayne Research Publications, 1985. 152 p.

CAMAPUM DE CARVALHO, J.; GUIMARÃES, R. C.; CARDOSO, F. B. F.; PEREIRA, J. H. F. Proposta de uma nova terminologia para ensaios de sedimentação. In: REUNIÃO ANUAL DE PAVIMENTAÇÃO, 30., 1996, Salvador. **Anais...** Salvador: ABPv, 1996. v. 2, p.521-531.

CARDOSO, F. B. F. **Análise química, mineralógica e micromorfológica de solos tropicais colapsáveis e o estudo da dinâmica do colapso.** 1995. Dissertação (Mestrado em Geologia) – Universidade de Brasília, Brasília, 1995.

CARDOSO, F. B. F.; MARTINS, E. S.; CAMAPUM DE CARVALHO, J. Micromorphological evolution of collapse in deeply weathered tropical soils. In: CONGRESSO PANAMERICANO DE MECÂNICA DOS SOLOS E ENGENHARIA DE FUNDAÇÕES, 10., 1995, Guadalajara. **Anais...** Guadalajara: [s. n.], 1995. v. 1, p. 57-65.

CARDOSO, F. B. F.; MARTINS, E. S.; CAMAPUM DE CARVALHO, J. Proposta de terminologia micromorfológica aplicada à mecânica dos solos tropicais. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE GEOLOGIA DE ENGENHARIA, 8., 1996, Rio de Janeiro. **Anais...**Rio de Janeiro: ABGE, 1996. v. 1, p. 311-322.

DELVIGNE, J. Apostila do Curso de Micromorfologia. USP: São Paulo, 1988. 149 p. Apostila.

KUBIENA, W. L. **Micropedology.** Ames: Collegiate Press, 1938. 243 p.

LEPRUN, J. C. Les cuirasses ferrugineuses des pays cristallins de l'Afrique Occidentale sèche - Genèse, transformation, dégradation, **Sci. Géol. Mém.**, Strasbourg, 1979.

PAULA, N.; YAMAMOTO, J. K.; TOGNON, A. A. Seções delgadas de solos: método de impregnação com resina plástica Araldite. **Boletim do IG-USP**, São Paulo, n. 9, p. 193-195, 1991.

Collection techniques and preparation of samples for micromorphology with impregnation process improvement

Abstract - *The article presents the improvement for the collection procedures and preparation of soil samples and other weathering materials with the objective of accomplishing micromorphologic studies. The methodology for collecting core samples, in the micromonoliths form, is improved through the employment of tools and simple recipients of easy handling. The methodology of preparation of samples is improved through the employment of vacuum chamber of easy construction and handling, facilitating the simultaneous impregnation of dozens micromonoliths. The presented proposal reduces the time and the necessary resources for making thin and polished soil sections.*

Index terms: soil impregnation, micromorphology, structure.