



Protocolo de impregnação e confecção de blocos e lâminas delgadas de solos e sedimentos

Sônia Aparecida Lemos da Silveira Moraes⁽¹⁾; Miguel Cooper⁽²⁾; Selma Simões de Castro⁽³⁾; Laura Fernanda Simões da Silva⁽⁴⁾

⁽¹⁾ Técnica do Departamento de Solos e Nutrição de Plantas; Universidade de São Paulo, Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz" - USP/ESALQ; Piracicaba, SP - Brasil; E-mail: smoraes@usp.br; ⁽²⁾ Professor Associado da USP/ESALQ; E-mail: mcooper@usp.br; ⁽³⁾ Professora Titular do Instituto de Estudos Socioambientais, Universidade Federal de Goiás -UFG; E-mail: selma.castro@uol.com.br; ⁽⁴⁾ Pós- doutoranda da USP/ESALQ; E-mail: laurafsimoes@yahoo.com

RESUMO: Em consequência da elevada demanda de confecção de blocos e lâminas delgadas de solos e sedimentos para estudos micromorfológicos qualitativos, voltados a diferentes aplicações no âmbito das Ciências Agrárias, Arqueologia, Engenharia Civil, Geologia, Pedologia, Geomorfologia, Biologia do Solo, Geografia Física e outros, o aperfeiçoamento de um protocolo com produtos disponíveis no País e equipamentos importados tem se revelado satisfatórios.

O objetivo do trabalho é de apresentar um protocolo de impregnação e confecção de blocos e lâminas delgadas de solos e sedimentos. O laboratório de micromorfologia do solo (LabMicro) da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"-ESALQ/USP, vem aperfeiçoando tanto a impregnação como a confecção de blocos e lâminas delgadas de solos. As etapas referem-se a secagem da amostra, substituição de água por acetona, impregnação com resina, corte e preparo dos blocos impregnados, colagem das lâminas e acabamento das mesmas.

Os procedimentos adotados para confecção de blocos e lâminas delgadas de solos no LabMicro da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"-ESALQ/USP, junto ao Departamento de Ciência do Solo vem se mostrando cada vez mais eficientes e produzindo lâminas e blocos para diversos pesquisadores e grupos de pesquisa no país.

Termos de indexação: micromorfologia do solo, análise de imagens, estrutura do solo.

INTRODUÇÃO

No Brasil, a micromorfologia teve início na década de 60 do século passado e ampliou-se na década seguinte. Nessa fase os trabalhos tinham como objetivo introduzir o uso dessa ferramenta nos estudos de solos, principalmente com o fim de descrever características micromorfológicas, aplicadas à pedogênese (Campos, 1968), de dirimir dúvidas sobre a origem de revestimentos argilosos (Falci & Mendes 1973), elaborar técnicas de impregnação de amostras de solo (Mendes et al. 1973); gênese de pequenos agregados (Moura Filho

& Buol 1976); e como técnica auxiliar para interpretações pedogenéticas (Dematté et al. 1977). As principais técnicas e os diferentes materiais usados para a impregnação em solo desenvolvidos até esta década, foram relatados por Brewer (1964), Mendes et al., 1973).

Nas décadas seguintes (80 e 90), surgem novos protocolos de impregnação e confecção de lâminas, como o apresentado por Castro (1985) e Murphy (1986) baseados em Jongerius e Heintzberger, 1962. Longo tempo se passou até que recentemente a Embrapa retoma a proposta em seus boletins técnicos (Martins et al., 2002; Filizola e Gomes, 2004).

Constata-se ainda que nenhum dos protocolos publicados apresenta detalhadamente o passo-a-passo da confecção de blocos e lâminas delgadas de solos e sedimentos. Por outro lado, o Brasil ainda não conta com grande número de laboratórios especializados nesses protocolos, e um dos grandes entraves está associado a falta de informações detalhadas com o passo-a-passo.

O LabMicro vem aperfeiçoando tanto a impregnação como a confecção de blocos e lâminas delgadas. O LabMicro tem como atividade principal a confecção de blocos e lâminas delgadas para estudos de solos. E atualmente conta com uma infraestrutura composta por 2 espaços com materiais e equipamentos específicos para essa tarefa. Ressalte-se que no preparo das amostras quando necessário adota-se sistema de substituição de água por acetona para eliminação da água, com auxílio de peneira molecular; capelas de exaustão e dessecadores a vácuo e estufas; na laminação conta com, equipamentos de corte e de polimento de lâminas e blocos.

O presente trabalho tem como objetivo apresentar o protocolo de impregnação e confecção de blocos e lâminas delgadas de solos e sedimentos adotado no LabMicro da ESALQ/USP, Departamento de Ciência do Solo.

MATERIAL E MÉTODOS



Técnicas de coleta: A micromorfologia requer a coleta e a preparação de amostras indeformadas e orientadas, tal como encontradas no campo ou no experimento. Em campo são feitas diretamente nas paredes dos perfis de solos expostos em barrancos ou trincheiras, preservando-se a estrutura *in natura* do material. Murphy (1986) e FitzPatrick (1993), entre outros, enumeram uma série de critérios que devem ser levados em consideração na coleta de amostras.

Tanto a coleta como o manuseio das amostras devem ser efetuados com utensílios e cuidados adequados, capazes de preservar as condições originais. Para tanto, as embalagens utilizadas devem impedir que as amostras sofram deformações, desagregação ou fraturamento durante o manuseio e transporte até o laboratório onde serão preparadas. No Labmicro, recomenda-se a utilização de caixas confeccionadas em papel cartão ou papelão nas dimensões de 12 X 7 X 5cm, pois, não precisam ser removidas no momento da impregnação, como nas demais caixas utilizadas de plástico ou metal.

Procedimentos e cuidados de coleta para solos que apresentam alta friabilidade, presença de cascalho e pedregosidade, materiais cimentados e coesos, e materiais soltos são descritos com bastante detalhe em Murphy (1986) e Castro et al. (2003).

Confecção de blocos e lâminas delgadas

➤ **Secagem da Amostra:** As amostras de solo são secas a temperatura ambiente em local ventilado, aproximadamente por 15 dias e em seguida, colocadas em estufa a 40 °C por 48 horas para eliminação da água higroscópica. Em amostras de solos que possuem argila de atividade alta, ou com muita matéria orgânica, podem ocorrer contrações drásticas com aparecimento de rachaduras, ou mesmo pode ocorrer quebra da amostra, por isso nestes casos, recomenda-se o processo da substituição de água por acetona evitando-se o problema de contração provocada pela secagem do material preservando-se sua estrutura e porosidade originais.

Substituição de água por acetona: A água é substituída por acetona por troca líquida. As amostras úmidas trazidas do campo são colocadas dentro de dessecadores, cujo fundo é recoberto com um pano embebido em acetona e por ascensão capilar os poros que não estão preenchidos com água se saturam com acetona. Este processo demora em torno de 5 dias e uma vez saturadas, as amostras são submergidas num banho de acetona que permite a difusão da água nos poros para a solução de acetona circundante. Este processo

ocorre lentamente aproximadamente por 8 semanas, dependendo do tamanho e composição da amostra, para a completa eliminação da água da amostra de solo. A água que se mistura à acetona precisa ser eliminada e, para isto, se utiliza peneira molecular/tamis molecular 0,3 nm que filtra a mistura através da retenção das moléculas de água. Essa filtragem é realizada através da circulação da solução de acetona com água utilizando-se bomba peristáltica que promove uma circulação constante a uma velocidade de 30 mL.h⁻¹ da mistura que sai dos recipientes onde estão as amostras, passando-a através de colunas de vidro onde está a peneira molecular. Três colunas de vidro de 0,93 m de altura e 0,07 m de diâmetro interconectadas por mangueiras de silicone. A mistura entra na parte superior da coluna, a acetona filtrada sai na parte inferior da coluna. Periodicamente a peneira molecular tem que ser retirada das colunas para secagem e eliminação da água por aquecimento numa estufa a 110 °C por 12 horas. O processo se completa quando não há mais água na solução de acetona, o que se verifica pela realização de um teste prático, adicionando-se 10 mL de solvente (por exemplo, querosene) a 20 mL da solução. Se ainda existir água na acetona, a mistura ficará turva, uma vez que as duas substâncias são imiscíveis e se perceberá a presença de duas fases na mistura.

➤ **Impregnação com resina:** Para a impregnação das amostras adota-se resina com as seguintes características: ser transparente, ter um índice de refração de 1,54, ser isotrópico, ter baixa viscosidade para penetrar nos poros menores, apresentar estabilidade dimensional e endurecer sem quebrar. No LabMicro a resina utilizada é a resina de poliéster Arazyn 1.0#00 e a solução impregnante é preparada na proporção 1:1 conforme descrito a seguir: em um béquer de 2000 mL mede-se 1 L de monômero de estireno e dissolve-se 5g de pigmento colorante Tinopal OB. Em seguida, completa-se o volume (2000 mL) com a resina; mistura-se bem com auxílio de um bastão e por último, acrescenta-se o catalisador Butanox M-50. Misturam-se todos os reagentes até completa homogeneização da solução. Devido à toxicidade dos reagentes, o preparo desta solução ocorre em capela de exaustão com filtro de carvão ativado e o técnico deve utilizar todos os EPIs de segurança (jaleco, óculos, luvas e máscara respiratória). Após a secagem, as amostras de solo são colocadas em potes de plástico, devidamente identificadas, no interior de um dessecador, onde a solução impregnante é despejada aos poucos, ao lado das amostras e nunca sobre elas, com o auxílio de um bastão. Em seguida, fecha-se a tampa do dessecador e liga-se o sistema de vácuo de baixa



pressão que promoverá a ascensão capilar da resina na amostra, visível como frente de molhamento. O procedimento deve ser repetido até que a frente de molhamento envolva uniformemente toda a amostra; a seguir continuar adicionando resina aos poucos até que as amostras estejam completamente cobertas pela solução. Aplicar o vácuo até que todo o ar tenha saído, observando-se a saída de bolhas sobre as amostras na superfície da resina e se necessário, continuar o processo no dia seguinte. É importante ressaltar que as amostras que foram submetidas à secagem por acetona, após a total eliminação da água, devem ser retiradas da acetona e de imediato, mergulhadas completamente na solução de resina 1:1 contida em um pote de plástico, ficando em repouso por aproximadamente 4 horas. Este procedimento é necessário, pois ocorre grande desprendimento de bolhas de ar ao se colocar a amostra com acetona no recipiente com solução de resina para serem impregnadas. Após esse repouso, proceder conforme descrito até completa eliminação das bolhas de ar. Para concluir a impregnação, retiram-se os potes plásticos dos dessecadores, deixando-os em repouso em capela de exaustão apropriada, mantendo sempre as amostras cobertas pela solução de resina até sua completa polimerização, em geral por aproximadamente 20 dias em clima tropical. Após este período, transferem-se os potes plásticos para uma estufa, mantidos a temperatura de 40 °C, até completa secagem, quando não se possa mais marcá-las com unha ou instrumento com ponta, podendo os potes ser cortados e descartados. A estimativa é que o processo de secagem esteja completo em trinta dias, dependendo da composição da amostra.

➤ **Corte e preparo dos blocos impregnados:**

Após endurecimento, os blocos impregnados são cortados em fatias de aproximadamente 1,5 cm de espessura, com auxílio de uma serra com disco diamantado. A direção do corte deve respeitar a orientação na qual a amostra foi coletada em campo. É importante realizar um pequeno corte na parte superior da amostra para indicar sua orientação. Neste momento, escolhem-se as fatias que serão utilizadas, seja para a confecção de blocos e de lâminas delgadas. Neste caso, a fatia deverá ser cortada no tamanho da lâmina de vidro. Faz-se o desbaste na face escolhida do bloco para retirar as imperfeições ocorridas durante o corte, usando para isso, pó de carborundum (carbeto de silício), primeiramente com granulometria de 220 mesh para um desbaste grosseiro e em seguida, com granulometria de 500 mesh, rebolo e água. Se após o corte observar-se a existência de poros na superfície das fatias não preenchidos pela resina faz-se a reimpregnação de superfície, aplicando-se uma

fina camada de solução de resina 1:1, obedecendo as mesmas proporções de reagentes da solução impregnante inicial, podendo-se aumentar a quantidade de catalisador, para que a secagem da amostra seja mais rápida. Realiza-se a reimpregnação com o auxílio de um bastão, pelo gotejamento de solução de resina sobre toda a face da fatia, retirando o excesso com o auxílio do bastão, formando um filme uniforme de solução sobre a superfície da amostra, até que todos os poros sejam preenchidos. Deixa-se descansar por 1 hora e em seguida coloca-se em estufa a 40 °C para secagem completa. Repete-se o processo de desgaste no rebolo, cuidadosamente, para não reabrir os poros e retira-se delicadamente toda a resina aplicada na superfície da amostra e se necessário, repete-se o procedimento de reimpregnação até que a superfície fique completamente lisa e sem poros abertos. Concluída a reimpregnação, para a finalização dos blocos para análises de imagem 2D, estes devem ser polidos com o auxílio de lixa d'água 1200 mesh ou utilizando-se polimento com pó de silício, de granulometria 1200 mesh e água em placa de vidro, até que a superfície fique espelhada. Lava-se os blocos com o auxílio de uma esponja ou escova de cerdas macias para retirar todos os resíduos decorrentes do tratamento e seca-se em estufa a 40 °C antes da utilização.

Colagem das lâminas e Acabamento: Para a colagem e acabamento de lâminas delgadas, também se observa a face escolhida e verifica-se a uniformidade da superfície para se comprovar sua boa qualidade; posteriormente realiza-se um polimento a seco em placa de vidro com pó de silício de granulometria 500 mesh até que não apresente marcas visíveis de polimento na face da amostra. Lava-se a amostra, seca-se em estufa a 40 °C e procede-se a colagem da lâmina de vidro, utilizando para isso, uma resina Araldite GY 251 e endurecedor Aradur 956 (5:1), incorporando-os delicadamente para se evitar a formação de bolhas, de modo a não dificultar sua colagem. Cola-se a face da amostra previamente polida na lâmina de vidro. As lâminas utilizadas no LabMicro são adquiridas no tamanho 50 X 76 X 1,6 a 1,8 mm, fosca e lapidada com pasta. As amostras coladas devem ser colocadas na prensa de colagem por cerca de 8 horas para secagem e eliminação de bolhas de ar. Quando seca, a amostra colada é cortada finamente, na espessura de 2 mm com auxílio de serra diamantada e desbastada em seguida através de máquina com disco de desbaste diamantado até uma espessura aproximada de 40 a 50 µm da amostra colada. A seguir a lâmina é desbastada em politriz com uma solução abrasiva de pó de silício com granulometria de 500 mesh até a



espessura aproximada de 30 μm , mas o polimento final é realizado manualmente utilizando lixa d'água # 500 ou # 1200 e água. Todo este processo de polimento deve ser monitorado com medidas frequentes em um microscópio ótico acoplado de um micrômetro. A espessura final é atingida quando a cor de interferência do quartzo, observado em microscópio sob luz polarizada (nicóis cruzados - XPL), torna-se branca ou cinza clara. Quando o procedimento de desbaste da lâmina for manual, controla-se a espessura da lâmina através da observação em microscópio durante o seu desbaste, tornando-as mais frequentes à medida que se aproxima de sua espessura final. Sob a luz polarizada, os grãos de quartzo passam de multicoloridos (amarelos, vermelhos, etc.) quando a lâmina está grossa, para cinza claro ou brancos quando atinge a espessura aproximada de 30 μm . Atualmente, existem politrizes sofisticadas que finalizam as lâminas delgadas, sem necessidade das operações de desbaste manual. Por fim lava-se a lâmina em água corrente de boa qualidade (sem partículas dispersas) ou, no caso de amostras que contém minerais de argila de atividade alta, utiliza-se um solvente orgânico (acetona, xilenol ou querosene) e deixar secar ao ar. Para obter-se uma limpeza efetiva as amostras devem ser imersas em equipamentos de ultrassom. Depois de concluídas e devidamente identificadas, as lâminas devem ser acondicionadas em caixas plásticas ou de madeira especiais para esta finalidade, organizadas a fim de poderem ser facilmente localizadas e seguramente guardadas e manuseadas.

CONCLUSÕES

Os procedimentos descritos para confecção de blocos e lâminas delgadas no LabMicro têm se mostrado bastante eficientes e tem auxiliado estudantes e pesquisadores em seus trabalhos, bem como servido de modelo para aqueles que desejam montar seu próprio.

REFERÊNCIAS

BREWER, R. Fabric and mineral analysis of soils. Robert E. Krieger Pub. Co., Huntington, New York. 1964.

BULLOCK, P., FEDOROFF, N., JONGERIUS, A., STOOPS, G., TURSINA, T. & BABEL, U. Handbook for Soil Thin Section Description. Waine Research Publications, Wolverhampton, UK, 1985.152 p.

CAMPOS, D. A.F. Micropedologia – contribuição ao estudo de solos de Piracicaba. ESALQ-USP Tese de doutorado. 1968. 77 p

CAMPOS, D. A.F., PERECIN, D., BORDUCHT, H. Impregnação e preparação de seções delgadas de solos. Revista Agrícola, 48: 155-166, 1973.

CASTRO, S.S. Impregnação de amostras de solo para confecção de lâmina delgada. B. Inf. Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 1985. 10:44 p.

CASTRO, S.S.; COOPER, M, SANTOS, M.C. VIDAL-TORRADO, P. Micromorfologia de Solos: bases e aplicações In: Tópicos em Ciência do Solo, 2, 2003 .p.107-164.

DEMATTÉ, J.L.I.; WILDING, L.P.; HOLOWAYCHUCK, N. Solos da região de São Pedro, Estado de São Paulo. III. Micromorfologia. Revista Brasileira de Ciência do Solo, 1:104-107, 1977.

FALCI, S.C.; MENDES, A.C.T. Identificação de cutans em perfis de Latossol Roxo e Terra Roxa Estruturada. Na. ESALQ, 1973. 30:49-70 p.

FILIZOLA, H. F.; GOMES, M. A. F. Coleta e impregnação de amostras de solo para análise micromorfológica. Jaguariúna: EMBRAPA Meio Ambiente, 2004. p.4.

FITZPATRICK, E.A. Soil microscopy and micromorphology. New York, John Wiley & Sons, 1993. 304p.

JONGERIUS, A. & HEINTZBERGER, G., The Preparation of Mammoth Sized Thin Sections. Soil Survey Papers, Nr. 1. Netherlands Soil Survey Institute, Wageningen, 1962. 37p.

MARTINS, E. S.; FERREIRA, A. P. M.; CARVALHO JUNIOR, O. A.; CARDOSO, F. B. F.; REATTO, A. Técnicas de coleta e preparação de amostras para micromorfologia com otimização do processo de impregnação. Planaltina, DF: Embrapa Cerrados, 2002. p. 22.

MENDES, A.C.T.; FALCI, S.C.; DEMATTÉ, J.L.I. Seções delgadas de solos: método de impregnação. 1973. Anais da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", p. 30:35-48.

MOURA FILHO, W.; BUOL, S.W. Studies of a Latosol Roxo (Eutrustox) in Brazil: Micromorphology effect on ion release. Experientiae, 1976. 21:161-177 p.

MURPHY, C.P. (1986). Thin section preparation of soils and sediments. AB Academic Publishers. Berkhamsted, Herts, U.K. 149p.

**XXXV Congresso
Brasileiro de
Ciência do Solo**

CENTRO DE CONVENÇÕES - NATAL / RN



**O SOLO E SUAS
MÚLTIPLAS FUNÇÕES**
02 a 07 DE AGOSTO DE 2015