

IMPREGNAÇÃO E PREPARAÇÃO DE SEÇÕES DELGADAS DE SOLOS (*)

DOUGLAS ALBERTO FERRAZ DE CAMPOS

DILERMANDO PERECIN e HENRIQUE BORDUCHI (**)

Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"

Universidade de S. Paulo — Piracicaba

INTRODUÇÃO

Métodos micromorfológicos de estudo do solo vêm despertando o interesse dos pedologistas principalmente após os dois primeiros congressos de micromorfologia de solos realizados em 1958 na Alemanha e em 1964 na Holanda. Características que não podem ser estudadas por outros métodos, químicos ou físicos, tais como, iluviação de argilas e de outras substâncias de interesse à gênese, morfologia e classificação de solos; forma, tamanho e distribuição de vazios; interação entre raízes e componentes do solo; forma, tamanho e distribuição dos agregados; são facilmente determinadas ao microscópio através de seções delgadas de solos inalterados. Salienta-se que a partir da publicação do novo sistema de classificação de solos, U.S. SOIL SURVEY STAFF (1960), que inclui identificação de argilas iluviais através de seções delgadas, muitos estudos de gênese, morfologia e classificação de solos foram despertados para tal tipo de pesquisa.

(*) Trabalho apresentado na XXIV Reunião Anual da SBPC, em julho de 1972.

(**) Bolsistas da FAPESP.

Para se obter as seções delgadas é necessário encher os poros do solo com um material impregnante que não perturbe a sua estrutura natural e possua propriedades óticas favoráveis. A escolha do material impregnante está condicionada à grande variedade de resinas utilizadas em outros países e à dificuldade de se obter produtos correspondentes em nosso país.

Neste trabalho são apresentados alguns métodos de impregnação com diferentes resinas e de preparação de seções delgadas de solo.

REVISÃO DA LITERATURA

Maior ênfase a estudos micromorfológicos foi dada a partir do trabalho de KUBIENA (1938). Nesse seu trabalho Kubiena explora amplamente o assunto e fornece várias técnicas de preparação de solos para estudos microscópicos. Para impregnação utiliza "koilolith", salientando suas vantagens em relação ao bálsamo do Canadá e à baquelite.

BOURDEAU & BERGER (1947) descrevem a preparação de seções delgadas de solos e materiais friáveis, utilizando a resina "castolite", com auxílio de vácuo. Apresentam ainda um pequeno histórico de materiais impregnantes, incluindo várias críticas sobre sua utilização.

DALRYMPLE (1957) apresenta um histórico de materiais impregnantes usados até a época, resultado da observação sobre o emprego de onze resinas. Apresenta ainda uma técnica para preparação de seções delgadas utilizando "dammara" ou "lakeside 70" na impregnação e "permonte" na montagem.

BUOL & FADNESS (1961) apresentam esquema de aparelhos para impregnação de solos com auxílio de vácuo (7mm de Hg). Recomendam o emprego do "castolite" ou "laminac resin" e "estireno" na proporção de 1:1 em presença de um catalizador. Salientam que o emprego de vácuo antes de fluir o líquido sobre a amostra diminui o efeito danoso da tensão superficial ocasionada quando se coloca a amostra em contato com o líquido e depois se realiza o vácuo.

POL'SKIY (1962) faz estudo crítico de alguns impregnantes usados até a época. Descreve pormenorizadamente a técnica de preparação de seções delgadas usando resinas naturais. Salienta os cuidados a serem tomados e as limitações que estas resinas apresentam. Apresenta esquema de aparelhos para emprêgo de vácuo e discute a possibilidade do emprêgo de alguns produtos sintéticos derivados do "carbinol".

BREWER (1964) publica livro quase que inteiramente dedicado a observações de solos em seções delgadas sob o microscópio polarizante. Apresenta uma sistemática pormenorizada das observações que devem ser realizadas e o seu significado, principalmente, no que diz respeito à gênese, morfologia e classificação de solos. Apresenta, ainda, técnicas de coleta de material e de preparação de seções delgadas, tanto para o estudo da microestrutura como para análise mineralógica. Para impregnação com plásticos destaca a resina poliéster "plastene 47", plástico semelhante à "castolite" e em virtude de sua viscosidade só deve ser empregada para solos porosos e a resina "durcupan", plástico tipo "epoxy" de baixa viscosidade que, através de procedimento tedioso, pode ser empregada para solos densos. Cita também o emprêgo das resinas "epirez n. 2659 E", "carbowax 6.000" e "latex sols". Recomenda vácuo de 25 a 27 polegadas de Hg.

McCRACKEN & outros (1964) descrevem características micromorfológicas, através de seções delgadas, sob o microscópio polarizante. Nas impregnações das amostras de solo utilizam a resina "laminac" (American Cyanamid Laminac 4116 resin) em mistura com "estireno".

CAMPOS (1968) apresenta estudo micromorfológico de horizontes de três séries de solo, desenvolvidos sobre o arenito Botucatu, do município de Piracicaba, S.P. Para preparar seções delgadas utiliza a técnica de DALRYMPLE (1957), na qual introduz algumas modificações.

INNES & PLUTH (1970) aperfeiçoam um aparelho para o controle da temperatura e pressão durante a impregnação com resinas "epoxy" (epoxy scotchcast n. 3). Salientam que o incremento no uso destas resinas na impregnação de amostras de solos se deve à sua facilidade de preparação, baixa viscosidade, índice de refração (1,53), curto período de polimerização, baixo relêvo em seção delgada e alta estabilidade térmica.

MOTUZOV & outros (1970) discutem os principais impregnantes usados até a época, salientando que "a despeito do fato de se obterem bons resultados, todos os produtos utilizados apresentam certas deficiências que limitam seu uso". Descrevem novo método empregando resina poliéster insaturada PN - 1, com auxílio de vácuo (20mm de Hg), que possui o mais favorável índice de refração para estudos petrográficos. Cita ser Altemuller (1956) um dos primeiros a sugerir o emprego de resinas poliéster insaturadas, sendo o método aperfeiçoado por Jongerius e Heintzberger (1963) que obtiveram seções delgadas de 8 x 15 cm de vários tipos de solos usando resina Vestopal - N. Esta resina foi posteriormente abandonada em virtude do seu alto índice de refração (1,552).

CAMPOS (1971) descreve técnicas de coleta e de preparação de amostras de solo para o estudo ao microscópio. Apresenta uma sistemática das principais observações micromorfológicas e sua interpretação, principalmente no que diz respeito à gênese e morfologia de solos.

MILLER e outros (1971) realizam impregnação de amostras de solos utilizando "castolite" e estireno na proporção de 1:1, sob vácuo de 5mm de Hg.

PAIN (1971) cita que os solos encontrados no "Koroda Valley" são solos cinza vulcânicos ou aluviões formados pelo rio. Salienta que os modelos de extinção e de orientação do plasma são particularmente importantes na diferenciação de muitos solos. Na impregnação utiliza a técnica de DALRYMPLE (1957).

CAMPOS, PERECIN & BORDUCHI (1972) descrevem novo método de impregnação de amostras de solos utilizando resinas acrílicas. Salientam que a técnica pode ser empregada para solos arenosos e argilosos.

MATERIAL E MÉTODOS

Para impregnação foram testadas as resinas goma dammara, resinas acrílicas (monômeros do metil-metacrilato), resina poliéster polylyte (T213 e T208) e araldite. Para montagem, bálsamo do Canadá, lakeside 70 e goma arábica. Foram utilizados os catalizadores peróxido de benzoila e catalizador MEK; os solventes estireno e xilol e os lubrificantes óleo nujol, querozene e água.

Aparelhos e acessórios compreendem dessecador com funil de separação, bomba de vácuo, estufa, recipientes de vidro, serra de diamante, lixador elétrico, etc.

Impregnação com goma dammara

a) Coloca-se no fundo de recipientes de vidro ou de metal a resina em excesso de solvente e, posteriormente, coloca-se a amostra sobre o líquido. O excesso de solvente, por capilaridade, substitui o ar dos poros. Após alguns minutos nota-se que o líquido espelha na superfície da amostra (para cada grama de goma usa-se 0,5 ml de xilol).

b) Leva-se o conjunto sobre chapa aquecedora onde o solvente é evaporado, originando-se forças de sucção acarretadas pelo desprendimento de gases e a resina derretida penetra nos poros do solo.

c) Mantendo-se uma temperatura conveniente a substituição de solvente pela resina é realizada sem causar turbulência. Esta operação continua até que, retirando-se uma pequena amostra da resina, esta torna-se quebradiça ao resfriar.

d) Se durante a lixação notar-se que a impregnação não foi satisfatória, deve-se repeti-la.

Impregnação com Resina Polylite T 213

a) Amostras colocadas em recipientes convenientemente protocolados, são secadas. Segundo BUOL & FADNESS (1961) as amostras devem ser secadas em estufa a 105-110°C por 24 horas. MCTUZOV e outros (1970) secam ao ar.

b) Depois de secas são transferidas para o dessecador (CAMPOS, PERECIN & BORDUCHI, 1972), e aí submetidas a vácuo de 25-27 polegadas de Hg, por 0,5 hora ou mais.

c) Enquanto as amostras são submetidas ao vácuo prepara-se a resina. Dissolve-se a resina em estireno na proporção de 1:1. A finalidade desta operação é diminuir a viscosidade da resina.

d) Adiciona-se o catalizador (algumas gotas do catalizador MEK), mistura-se bem e transfere-se a mistura para o funil de separação adaptado ao dessecador. (CAMPOS, PERECIN & BORDUCHI, 1972). Preliminarmente é aconselhável submeter-se o líquido ao vácuo para a eliminação de gases (ar).

e) Sob vácuo constante, vagorosamente, deixa-se fluir o líquido no recipiente contendo a amostra, tendo-se o cuidado de não derramá-lo diretamente sobre a amostra. A ausência de ar força a penetração de líquido nos poros do solo.

f) Deixa-se as amostras sob vácuo por 0,5 hora, no mínimo, normalmente deixa-se pernoitar. Após esse período o ar é vagorosamente admitido no dessecador.

g) As amostras permanecem em seus recipientes, fora do dessecador, até completo endurecimento da resina. Esta "cura" pode ser apressada com aumento da temperatura.

Impregnação com Resina Acrílica de Polimerização Lenta

a) Amostras de solos inalterados, convenientemente protocoladas, são postas a secar em recipientes de altura um pouco maior que a amostra a impregnar. (Em estufa a 105-110°C ou ao ar).

b) Depois de secas são transferidas para o dessecador e submetidas a vácuo de 25-27 polegadas de Hg, por 0,5 hora ou mais.

c) Preparação do líquido impregnante: Para cada 100 ml da resina acrílica adiciona-se cerca de 3g de peróxido de benzoila. Mistura-se bem e filtra-se em papel de filtro. Esta mistura é normalmente feita 24-48 horas antes e conservada a 30°C, ou uma semana antes e conservada em geladeira.

d) Transfere-se esta mistura para o funil de separação adaptado ao dessecador.

e) Sob vácuo constante, vagorosamente, deixa-se fluir o líquido no recipiente da amostra, com o cuidado de não derramá-lo diretamente sobre amostra.

f) As amostras devem ficar no vácuo, no mínimo por 0,5 hora. Em seguida, vagorosamente, deixa-se o ar penetrar no dessecador.

g) Os recipientes contendo as amostras são retirados do dessecador, tampados e colocados na estufa, em banho-maria, a 36-39°C, aí permanecendo até completo endurecimento da resina.

Obtenção de Seções Delgadas

Esta operação exige muito cuidado, pois, com facilidade pode perder-se a amostra. Em resumo consta de:

a) Com auxílio de uma serra de diamante obtém-se um bloco de alguns milímetros de altura.

b) Uma das faces deve ser lixada até obter uma superfície plana e lisa. Para tanto empregam-se abrasivos, dentre estes o mais comum é o carborundum (por exemplo na sequência: 400, 600, 1000 e 1200). O polimento final, muito delicado, é realizado sobre placa de vidro. Como lubrificante utiliza-se óleo nujol ou querosene.

c) A face polida é colada em lâmina de vidro própria para microscopia utilizando-se bálsamo do Canadá, "lakeside 70" ou resina correspondente.

d) Inicia-se o desgaste, sobre a face livre do bloco, até atingir a espessura de 25 ou 30 micros. própria para observações sob o microscópio polarizante. Durante a fase final de lixação, sobre placa de vidro, é necessário um controle a fim de manter uma espessura constante e não ultrapassar a desejada. Esse controle é feito sob o microscópio polarizante em função da cor de interferência dos grânulos de quartzo, segundo tabela apresentada por ROGERS & KERR (1933).

e) Finalmente, sobre a seção delgada, cola-se a lamínula. Deve-se usar bálsamo do Canadá ou outra resina com ponto de fusão menor que o da resina usada na primeira colagem, tomando-se ainda, outros cuidados convencionais.

RESULTADOS

Os resultados estão apresentados nos quadros I a IV.

Quadro I — Impregnação

Resinas	Blocos (torrões) impregnados	Resultado
Goma dammara	200	regular
Acrílico (lenta)	100	bom
Acrílico (rápida)	20	mau
Polylite T 213	50	regular
Araldite	10	mau

Quadro II — Seções Delgadas

Resinas	N. de Sec. delgadas	Resultado
Goma dammara	60	regular
Acrílico (lenta)	60	bom
Polylite T 213	20	regular
Araldite	7	mau

Quadro III — Montagem

Colagem do bloco	Colagem da lamínula	N. de montagens	Resultado
Lakeside 70	Bálsamo do Canadá	80	bom
Bálsamo do Canadá	Bálsamo do Canadá	10	regular
Lakeside ou bálsamo	Goma arábica	40	regular

Quadro IV — Lubrificantes

Impregnantes	Lubrificantes	Resultados
Plásticos	Querozene	bom
	Óleo nujol	regular
	Água	mau
Resinas naturais	Querozene	mau
	Óleo nujol	regular
	Água	mau

DISCUSSÃO E CONCLUSÕES

A goma dammara, como acontece com as resinas naturais, tem a desvantagem de necessitar longo período de aquecimento com perigo de ferver e perturbar a amostra, além do que, pode escurecer, num processo irreversível. Apesar disso, tomando-se os cuidados convencionais pode-se conseguir bons resultados (DAL-

RYMPLE, 1957; CAMPOS, 1968; PERECIN & CAMPOS, 1970; PAIN, 1971; CAMPOS & PERECIN, 1972). Tem a vantagem de possuir índice de refração adequado para trabalhos de microscopia. Esta técnica foi intensamente utilizada, é, no entanto, trabalhosa: Mais indicada para solos pouco argilosos e considerada como uma das causas do lento desenvolvimento dos estudos micromorfológicos até a década de 1960.

O uso de plásticos na impregnação de amostras de solos mostrou-se muito mais vantajoso, impregnando amostras maiores e a baixa temperatura. A impregnação é muito mais simples, principalmente as fases de preparo da amostra, lixação e montagem. Muitos plásticos foram testados em laboratórios de diversas partes do mundo, selecionando-se, quase sempre, resinas poliéster insaturadas (BOURDEAU & BERGER, 1947; BUOL & FADNESS, 1961; McCracken & outros, 1964; MOTUZOV & outros, 1970; MILLER & outros, 1971). Comparando-se os resultados de impregnação obtida com resina acrílica e polylite T 213 notamos algumas vantagens para a primeira.

A impregnação com acrílico de polimerização lenta, segundo o método de CAMPOS, PERECIN & BORDUCHI (1972), realiza-se rapidamente impregnando qualquer tipo de solo. O bloco impregnado mostra-se transparente, com brilho vítreo e sem trincas. A preparação da seção delgada é bastante fácil em virtude da excelente impregnação e dureza do material. A preparação da mistura alguns dias antes de ser utilizada tem por finalidade diminuir o tempo de permanência da amostra de solo em meio líquido.

Com o acrílico de polimerização rápida os resultados não foram satisfatórios, pois, a polimerização é quase instantânea o que não permite uma penetração eficiente da resina nos poros do solo.

A impregnação com resina polylite T 213 é mais demorada. O emprêgo de um acelerador se mostra perigoso, pois, em presença do iniciador (catalizador MEK ou peróxido de benzoila) pode provocar explosão. O bloco impregnado mostra-se, normalmente, com muitas trincas. Para se obter resultados satisfatórios a diluição não deve ser maior que 1:1 permanecendo o líquido viscoso e com baixo poder de penetração, o que torna difícil a impregnação de solos argilosos. É comum a necessidade de impregnações suplementares. Nas seções delgadas é comum o aparecimento de trincas não naturais. No contato de partículas de solo com a resina observa-se, comumente, certa birrefringência, talvez devido a trincas micros-

cópicas. Trabalhando com resinas semelhantes, alguns autores têm molhado a amostra em estireno antes de colocá-la no líquido impregnante, visando melhorar o poder de impregnação da resina. Segundo MOTUZOV & outros (1970), tal procedimento é prejudicial, pois o estireno dissolve substâncias coloidais orgânicas alterando a estrutura natural do solo.

Não se empregou a resina polylyte T 208 porque trinca mais que a T 213.

A araldite não se mostrou eficiente porque contrai muito durante o endurecimento o que provoca ruptura nas amostras.

Dos impregnantes utilizados, o acrílico de polimerização lenta é o que apresentou melhores resultados. Essa conclusão encontra amparo na literatura.

Dos lubrificantes utilizados o óleo nujol pode ser empregado tanto para resinas naturais como para plásticos. Possui a desvantagem de empastar, dificultando a lixação e o polimento. O querosene não empasta mostrando-se mais conveniente quando se utilizam resinas plásticas, entretanto, não deve ser usado quando a impregnação é feita com resinas naturais porque, devido à pouca resistência destas resinas, o querosene consegue dissolvê-las parcialmente. MOTUZOV e outros (1970) recomendam querosene por ser menos viscoso. Deve-se evitar o uso da água porque ela solubiliza certos sais do solo, e as frações mais finas, como as argilas, podem ser dispersas em suspensão (POL' SKIY, 1962).

Na colagem do bloco impregnado na lâmina, o melhor resultado foi obtido com "lakeside 70". Esta resina tem ponto de fusão maior que o do bálsamo do Canadá permitindo o uso deste na colagem da laminula.

Se na colagem bloco-lâmina for usado bálsamo do Canadá, na colagem da laminula deverá ser usado bálsamo diluído em xilol, ou goma arábica.

SUMMARY

Some methods of impregnation and preparation of thin sections of soil with intact structure were compared.

The advantage of natural resins (dammar gum, lakeside 70, Canadian balsam), plastics resin (polyester "Polylite T 213", methylmethacrylate) and polishing fluids (kerozene, nujol oil) were discussed.

BIBLIOGRAFIA

- BOURDEAU, G. A. & K. C. BERGER, 1947 — Thin sections of soils and friable materials prepared by impregnation with the plastic "castolite". *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 12: 409-412.
- BREWER, R., 1964 — **Fabric and mineral analysis of soils**, New York. John Wiley and Sons, Inc., 470 pp.
- BUOL, S. M. & D. M. FADNESS, 1961 — New method of impregnating fragile material for thin sectioning. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 25: 253.
- CAMPOS, D. A. F. de, 1968 — **Micropedologia: Contribuição ao estudo de solos de Piracicaba**, tese de Doutorado apresentada à ESALQ-USP. 77 pp.
- CAMPOS, D. A. F. de, 1971 — **Micropedologia** (apostila), Piracicaba, ESALQ-USP, 39 pp.
- CAMPOS, D. A. F. & D. PERECIN, 1972 — Aplicação da ocular de integração no estudo do solo. *Revista de Agricultura* 47 (1): 57-66.
- CAMPOS, D. A. F., D. PERECIN & H. BORDUCHI, 1972 — Impregnação de amostras de solos com resinas acrílicas. *Revista de Agricultura* 48 (1): 11-16.
- DALRYMPLE, J. B., 1957 — Preparation of thin sections of soils. *J. S. Soil Sci.* 8 (1): 161-165.
- INNES, R. P. & D. J. PLUTH, 1970 — Thin section preparation using an epoxy impregnation for petrographic and electron microprobe analysis. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 34, 483-485.

- KUBIENA, W. L., 1938 — **Micropedology**, Ames, Iowa, Collegiate Press, Inc., 242 pp.
- McCRACKEN, R. J., S. B. WEED & E. F. GOLDSTON, 1964 — Planosolic piedmont soils of North Carolina. I — Morphology and composition. **Soil Sci.** 98 (1): 22-32.
- MILLER, F. P., L. P. WILDIND & N. HOLOWAYCHUK, 1971 — Canfield silt loam, a Fragiudalf: II. Micromorphology, physical and chemical properties. **Soil Sci. Soc. Am. Proc.** 35: 324-331.
- MOTUZOV, V. Y., E. F. MOCHALOVA, Z. V. FILIPPOVA & S. F. SMIRNOVA, 1970 — A method of preparing thin sections of solis with intact structure. **Soviet Soil Sci.** 2: 239-243.
- PAIN, C. F., 1971 — Micromorphology of soils developed from volcanic ash and river alluvium in Koroda Valley, Northern District, Papua. **J. Soil Sci.** 22 (2): 275-280.
- PERECIN, D. & D. A. F. CAMPOS, 1970 — Determinação da orientação preferencial de grânulos da fração areia de solos. **O Solo LXII** (2): 73-78.
- POL'SKIY, M. N., 1962 — Some new techniques for preparing thin sections of soils. **Soviet Soil Sci.** 10: 1197-1203.
- ROGERS, A. F. & P. F. KERR, 1933 — **Thin section mineralogy**, New York MacGraw-Hill Book Company, 311 pp.
- U. S. SOIL SURVEY STAFF, 1960 — **Soil classification: A comprehensive system** (7th approximation), 265 pp.

