Universidade de São Paulo
Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz"

Avaliação de diferentes resinas e solventes utilizados na impregnação e confecção de blocos indeformados e seções delgadas de solo

Juliana Costa do Nascimento

Dissertação apresentada para obtenção do título de Mestra em Ciências. Área de concentração: Solos e Nutrição de Plantas

Piracicaba
2019

Juliana Costa do Nascimento
Engenheira Agrônoma

Avaliação de diferentes resinas e solventes utilizados na impregnação e confecção de blocos indeformados e seções delgadas de solo

versão revisada de acordo com a resolução CoPGr 6018 de 2011

Orientador:
Prof. Dr. **MIGUEL COOPER**

Dissertação apresentada para obtenção do título de Mestra em Ciências. Área de concentração: Solos e Nutrição de Plantas

Piracicaba
2019

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
DIVISÃO DE BIBLIOTECA – DIBD/ESALQ/USP

Nascimento, Juliana Costa do

Avaliação de diferentes resinas e solventes utilizados na impregnação e confecção de blocos indeformados e seções delgadas de solo / Juliana Costa do Nascimento. - - versão revisada de acordo com a resolução CoPGr 6018 de 2011. - - Piracicaba, 2019.

72 p.

Dissertação (Mestrado) - - USP / Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz".

1. Micromorfologia de solos 2. Toxicidade 3. Impregnação de solos 4. Lâminas delgadas I. Título

A Deus.

Aos meus pais, **Maria Lúcia da Costa** (*in memoriam*) e **Francisco de Assis Nascimento**, por todas as oportunidades, ensinamentos e cuidado manifestos.

À minha irmã, **Bruna Costa do Nascimento**, por todo amor, carinho e compreensão.

Ao meu bem, **Hermano Melo Queiroz**, por todo companheirismo, amor e cuidado em mais uma fase da minha vida.

Ofereço,

A minha mãe, **Maria Lúcia da Costa**. Seu legado, eu carrego comigo.

A saudade é a memória do coração.

AGRADECIMENTOS

À DEUS, pela família e amigos, por todas as oportunidades concedidas, a força diária, à saúde e todas as vitórias conquistadas. Tudo posso naquele que me fortalece!

À Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz" e ao Departamento de Ciências do Solo.

A CAPES, pela bolsa concedida e apoio financeiro no projeto de pesquisa.

Ao Prof. Dr. Miguel Cooper, pela confiança, orientação e disponibilidade em ajudar.

Aos participantes da banca examinadora, pela disponibilidade e colaboração no trabalho.

Aos meus pais, Lúcia (*in memoriam)* e Francisco, por sempre acreditarem que a educação é transformadora e sempre incentivarem meus projetos e escolhas de vida, além de todo cuidado, ensinamentos e amor.

Aos meus irmãos, que sempre acreditam no meu potencial, em especial a Bruna Costa que esteve comigo, me apoiando durante todas as fases da minha formação.

Ao meu companheiro, Hermano Melo pelo apoio incondicional. Agradeço por todo apoio emocional, companheirismo e ensinamentos diários. Muito obrigada!

Aos meus avós paternos, Francisca Assis e Antônio Chaves (*in memoriam)*, à minha sogra Ana Maria Melo, à minha mãe do coração Sueli Costa, meus compadres Robiana Costa e Itamar Junior, minhas afilhadas Izabela e Bianca, a minha tia Claudia Cipriano, aos demais primos, primas, tios e tias e amigos.

À amiga Isabela Mello, por toda amizade desde o começo dessa caminhada. Pelas conversas, apoio e companheirismo, muito obrigada!

Aos amigos Renata Bovi, Danilo Romero, Aline Fachin, Gustavo Valani, Nayana, Gabriela, Gustavo Godoy, Hudson e aos demais do Pavilhão de Agricultura e Departamento de Solos.

As professoras, Selma Simões de Castro e Laura Fernanda Simões da Silva por toda contribuição e ajuda durante o desenvolvimento do trabalho e sugestões para versão final.

Aos técnicos do Laboratório de Micromorfologia de Solos, Sônia Morais e Luis Vicente, por toda ajuda durante a execução do trabalho.

Em especial à Sônia Morais, cuja amizade eu levarei para além do trabalho. Sou muito grata de ter tido a oportunidade de conhecer alguém tão iluminada, cuidadosa e amiga. Gratidão por tudo!!!

A todos que de alguma forma, contribuíram nesse trabalho.

"Só eu sei cada passo por mim dado
Nessa estrada esburacada que é a vida,
Passei coisas que até mesmo Deus duvida,
Fiquei triste, capiongo, aperreado,
Porém nunca me senti desmotivado,
Me agarrava sempre numa mão amiga,
E de forças minha alma era munida
Pois do céu a voz de Deus dizia assim:
- Suba o queixo, meta os pés, confie em mim,
Vá para a luta que eu cuido das feridas.
Bráulio Bessa

SUMÁRIO

RESUMO 8
ABSTRACT 9
1. INTRODUÇÃO 11
2. REVISÃO DE LITERATURA 13
2.1 MICROMORFOLOGIA DE SOLOS 13
2.2. BREVE HISTÓRICO DA MICROMORFOLOGIA DO SOLO NO MUNDO E NO BRASIL (1960-2016) 13
2.3. RESINAS UTILIZADAS PARA IMPREGNAÇÃO DAS AMOSTRAS 14
2.4. CARACTERÍSTICAS IMPORTANTES DAS RESINAS 16
2.5. TIPOS DE DILUENTES UTILIZADOS NAS RESINAS 17
2.6. GERAÇÃO DE RESÍDUOS E OS IMPACTOS AMBIENTAIS 17
2.7 MONÔMERO DE ESTIRENO: DADOS QUÍMICOS E FÍSICOS 18
2.8 TOXICIDADE DO ESTIRENO 18
3. MATERIAL E MÉTODOS 19
3.1 LOCALIZAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA ÁREA DE ESTUDO 19
3.2 COLETA E PREPARAÇÃO AMOSTRAS DE SOLO PARA CONFECÇÃO DE LÂMINAS DELGADAS E BLOCOS POLIDOS 20
3.3 TRATAMENTOS 21
3.4 VISCOSIDADE 21
3.5 PREPARO DAS SOLUÇÕES 22
3.6 PROCESSO DE IMPREGNAÇÃO 23
3.7 CORTE PARA CONFECÇÃO DE BLOCOS POLIDOS 24
3.8 REIMPREGNAÇÃO 25
3.9 LAMINAÇÃO, COLAGEM DAS LÂMINAS E ACABAMENTO 26
3.10 MONITORAMENTO DO PROCESSO DE REIMPREGNAÇÃO 28
3.11 AVALIAÇÃO DA QUALIDADE DA IMPREGNAÇÃO NA CONFECÇÃO DOS BLOCOS DE SOLO 29
3.11.1 PARÂMETROS RELACIONADOS AO MÉTODO 29
3.11.2 QUALIDADE DO PRODUTO OBTIDO 30
3.11.3 NATUREZA DO MATERIAL IMPREGNANTE 31
3.12 ANÁLISE DOS DADOS 31
3.13 ANÁLISE DE COMPONENTES PRICIPAIS (ACP) 31
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO 33
4.1 PARÂMETROS RELACIONADOS AO MÉTODO 33
4.1.1 PREPARO DAS SOLUÇÕES IMPREGNANTES (VOLUME GASTO DOS MATERIAIS) 33
4.1.2 SOLUBILIDADE DO PIGMENTO FLUORESCENTE 35
4.1.3 TEMPO DE POLIMERIZAÇÃO E SECAGEM 36
4.1.3.1 RESINA POLIÉSTER ARAZYN 1.0#00 E ARAZYN 1.0#08 36

4.1.3.2 RESINA EPOXIGLASS 1504 37
4.1.4 CORTE PARA CONFECÇÃO DE BLOCOS POLIDOS E LÂMINAS DELGADAS 39
4.1.5 MONITORAMENTO DO PROCESSO DE REIMPREGNAÇÃO 41
4.1.6 CUSTOS DOS REAGENTES UTILIZADOS EM CADA TRATAMENTO 43
4.2 QUALIDADE DO PRODUTO OBTIDO 44
4.2.1 QUANTIFICAÇÃO DOS POROS NÃO PREENCHIDOS: QUALIDADE DA IMPREGNAÇÃO 44
4.2.1.1 RELAÇÃO ENTRE POROS NÃO IMPREGNADOS E ÁREA OCUPADA NO BLOCO POLIDO 48
4.2.2 AVALIAÇÃO QUALITATIVA DAS LÂMINAS: ARTEFATOS 52
4.3 NATUREZA DO MATERIAL IMPREGNANTE 59
4.3.1 PROPRIEDADES ORGANOLÉPTICAS 59
4.3.2 COR NA FASE LIQUIDA E APÓS A CURA 59
4.4 SÍNTESE DA AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DE QUALIDADE DAS RESINAS 60
4.5 ANÁLISE DE COMPONENTES PRINCIPAIS (ACP) 61
5. CONCLUSÃO 63
REFERÊNCIAS 65
ANEXOS 69

RESUMO

Avaliação de diferentes resinas e solventes utilizados na impregnação e confecção de blocos indeformados e seções delgadas de solo

A micromorfologia é a ciência que permite estudar o solo e seus componentes em amostras indeformadas em uma escala microscópica permitindo identificar feições relacionados a sua formação e processos atuantes que podem ser aplicadas em estudos de gênese, física, mineralogia, microbiologia do solo, entre outros. Para que isso seja possível é necessário formar um material rígido o suficiemte para ser laminado a partir de amostras indeformadas de solo, através do processo de impregnação de solo. No entanto, para esse procedimento são utilizados atualmente, resinas plásticas (e.g. poliéster e epóxi), e dentre elas a resina poliéster, pode ser consideradas tóxica à saúde humana devido a presença do monômero de estireno na composição, além disso há o risco de danos ao meio ambiente devido a produção de resíduos oriundos de materiais tóxicos. No Brasil, por exemplo, há poucos laboratórios que realizam o processo de impregnação de amostras de solos para análises micromorfológicas, provavelmente, devido a toxicidade dos reagentes. Diante da importância da técnica para a Ciência do Solo, torna-se fundamental buscar alternativas para a técnica de micromorfologia do solo, que sejam econômicamente viáveis, e que assegurem a segurança de atividades que envolvam substâncias e produtos químicos, visando garantir a proteção da saúde, da vida e das condições normais do ambiente, contribuindo para um desenvolvimento sustentável sem compremeter a qualidade do produto final. Assim, o presente trabalho teve como objetivo eliminar ou substituir a utilização do monômero de estireno no processo de impregnação de solos por substâncias similares menos tóxicas ao manuseio e avaliar o uso de soluções de resina poliéster e soluções de resina epóxi com diferentes diluentes (estireno, acetona e álcool) no processo de impregnação de amostras de solo (argiloso, textura média e arenoso). Para isso, foram utilizadas 2 tipos de resinas: resina poliéster Arazyn 1.0#00, resina poliéster Arazyn 1.0#0.8 e resina Epóxi Epoxiglass 1504; e diferentes solventes, sendo estes: o monômero de estireno, acetona P.A e álcool etílico absoluto (99,5%). Os tratamentos foram avaliados tanto para confecção de blocos quanto na fabricação de lâminas delgadas. Além disso, avaliação da qualidade da impregnação na confecção dos blocos de solo foi feita a partir dos parâmetros: odor, cor, volume de material gasto, solubilidade do pigmento, polimerização e secagem, corte, número de reimpregnações e custos dos reagentes. Também foi verificado na qualidade final do produto, a quantidade de poros não impregnados e uma avaliação qualitativa das lâminas. Verificou-se que a resina poliéster arazyn 1.0#08 tendo a acetona como solvente apresentou resultados satisfatórios na impregnação de solos, na confecção de blocos polidos e lâminas delgadas, para ambos os tipos de solo estudados. Porém, não foi capaz de substituir totalmente o estireno, contudo promove uma redução significativa do uso do estireno devido a possibilidade de substituição por acetona. Por outro lado, o tratamento com resina epóxi apresenta grande limitação da qualidade das lâminas delgadas não sendo obtidos resultados satisfatórios no produto final. No entanto, pode ser considerado uma alternativa para trabalhos que analisam apenas blocos polidos, uma vez que apresentou resultados positivos, em todas as texturas de solo que foram impregnadas.

Palavras-chave: Micromorfologia de solos; Toxicidade; Impregnação de solos; Lâminas delgadas

ABSTRACT

Resins and solvents evaluation for impregnating and assembling undisturbed soil blocks and thin sections

Micromorphology uses optical microscopy and associated techniques to study soil's components at the microscopic scale for undisturbed samples. This technique allows identification of features related to soil processes and formation that can be applied to soil's genesis, physics, mineralogy, microbiology, among others. To perform these analysis, it is commonly used rigid materials to produce thin sections from undisturbed soil samples by the soil impregnation process. However, the plastic resins (e.g., polyester resin) containing the styrene monomer is considered toxic for human health. In addition, the wastes production from toxic materials may pose environmental risks. In Brazil, for instance, there are few laboratories performing the impregnation process of soil samples for micromorphological analysis, probably because of the reagents toxicity. Thus, given the importance of micromorphology for Soil Science, it is critical to seek other alternatives for soil micromorphology analysis. These alternatives must be economically feasible, chemically safe, non-hazardous for human health, attending environmental compliances, and contributing to sustainable development without compromising the product quality. Consequently, our work aimed to eliminate or replace the use of styrene monomer in the soil impregnation process by similar substances less toxic to the handling and evaluate the use of polyester resin solutions and epoxy resin solutions with different diluents (styrene, acetone and alcohol) in the impregnation process of soil samples (clayey, medium and sandy texture). We conducted an investigation using two resins, as follows: Arazyn 1.0 # 00 polyester resin, Arazyn 1.0 polyester resin # 0.8 and Epoxy resin Epoxiglass 1504; and the following solvents: styrene monomer, acetone and absolute ethyl alcohol (99.5%). We evaluated both blocks confection and thin sections manufacture. We also assessed the impregnation quality during soil blocks preparation based on the following parameters: odor, color, amount of material spent, pigment solubility, polymerization and drying, cutting, number of reimpregnations, and reagent costs. Within the product quality we also evaluate the non-impregnated pores quantities besides a qualitative evaluation of the thin sections. We found the polyester resin Arazyn 1.0 # 08 (containing acetone as a solvent) had satisfactory results in the impregnation of soil samples for both block soils and thin sections using the three soil texture types. Even though this treatment significantly decreased the use of styrene due to the potential substitution for acetone, we were unable to completely replace the styrene. On the other hand, the epoxy resin demonstrated limitations regarding the thin section quality, so that the results were not satisfactory for the final product. The epoxy resin can be considered a good alternative for analyzing soil blocks solely, since it presented positive results for the three impregnated soil textures.

Keywords: Soil micromorphology; Toxicity; Soil impregnation; Thin sections

1. INTRODUÇÃO

A micromorfologia é a ciência que estuda o solo e seus componentes em amostras indeformadas em nível microscópio, além disto, utiliza um sistema de definições e terminologias que descrevem, medem e interpretam a formação e a função do material do solo e podem ser aplicadas em estudos de gênese, física, mineralogia, microbiologia do solo, entre outros (STOOPS, 2003).

Castro *et al.* (2003) afirmam que a micromorfologia possibilita produzir dados qualitativos, quantitativos, descritivos ou como base para outros estudos. Estes dados podem ser apoiados em medições morfológicas, geoquímicas ou mineralógicas, sendo que antes, o foco principal eram os processos de formação do solo, mas atualmente a técnica é utilizada em outras áreas da ciência do solo, por cientistas como pedólogos, geólogos, geógrafos, geomorfólogos, geoquímicos, arqueólogos, físicos de solo, dentre outros, que exploram seus campos de interesse através das técnicas microscópicas (EMBRAPA, 2017).

Para a análise micromorfológica de solos é necessário que o material fique rígido o suficiemte para ser laminado, assim este tipo de análise requer um processamento especial devido à susceptibilidade à deformação do solo. Esse processo é denominado de impregnação e, para ser bem executado, requer que as amostras de solo sejam coletadas adequadamente e impregnadas com resinas (MARTINS *et al.*, 2002).

No processo de impregnação de amostras de solo, são utilizados atualmente dois tipos de resinas plásticas: as de poliéster e as de epóxi. Essas resinas destacam-se pela necessidade de secagem total da amostra impregnada, para endurecimento satisfatório (CASTRO *et al.*, 2003).

Dentre as resinas plásticas, a resina poliéster vem sendo empregada amplamente na impregnação de solos, porém apresenta o inconveniente da presença de monômero de estireno na sua composição o que a torna extremamente tóxica. O estireno é um solvente orgânico amplamente usado na indústria, especialmente na produção de poliésteres, plástico reforçado e resinas para diversas aplicações (FiT, 2016). As resinas poliéster são compostas por uma porcentagem elevada de estireno, que em curto prazo de exposição pode causar irritação nos olhos e produzir efeitos gastrointestinais, enquanto que, a exposição em longo prazo pode afetar o sistema nervoso central, além de ser considerado possivelmente cancerígeno (FiT, 2016).

No Brasil e até mesmo em outros países, há poucos laboratórios realizando trabalhos de impregnação de amostras de solos para análises micromorfológicas e, provavelmente, o motivo seja a toxicidade dos reagentes. Em contrapartida, o Laboratório de Micromorfologia da ESALQ/USP (LabMicro), tem se especializado na confecção de lâminas delgadas e blocos polidos para análises micromorfológicas qualitativas e quantitativas. Onde metodologia empregada na impregnação de amostras de solos utiliza a resina de poliéster insaturado (20-40% de monômero de estireno) e monômero de estireno e, devido a isto, o laboratório está devidamente munido com equipamentos apropriados, tais como capela de exaustão com filtro de carvão ativado e disponibiliza todos os EPI's (equipamentos de proteção individual) recomendados pela segurança do trabalho.

Todavia, é de interesse geral para a Ciência do Solo, buscar alternativas para a micromorfologia do solo, que sejam econômicamente viáveis, e que assegurem a segurança de atividades que envolvam substâncias e produtos químicos, visando garantir a proteção da saúde, da vida e das condições normais do ambiente, contribuindo para um desenvolvimento sustentável sem compremeter a qualidade do produto final.

Dessa forma, partindo do pressuposto de que cada resina apresenta uma característica em relação aos solventes, parte-se da hipótese de que a análise da combinação de diferentes tipos de resinas e solventes apresentará uma alternativa eficiente para a substituição do monômero de estireno na impregnação de amostras de solo. Além

disso, a substituição de monômero de estireno por outros tipos de diluentes diminui o nível de toxidade da solução de impregnação utilizada no preparo de amostras para análise micromorfológica.

Desse modo, o objetivo deste trabalho é testar a eficiência de diferentes diluentes no processo de impregnação de amostras indeformadas coletadas de três tipos de solos com texturas contrastantes, além de eliminar ou substituir a utilização do monômero de estireno no processo de impregnação de solos por substâncias similares menos tóxicas ao manuseio, avaliar o uso de soluções de resina poliéster e diferentes diluentes (estireno, acetona e álcool) no processo de impregnação de amostras de solo (argiloso, textura média e arenoso) e avaliar o uso de soluções de resina epóxi e diferentes diluentes no processo de impregnação de amostras de solo de textura argilosa, média e arenosa.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Micromorfologia de solos

A micromorfologia é o estudo de amostras indeformadas de solo e saprolito em nível microscópio e ultramicroscópio, que identifica os diferentes constituintes do solo e suas relações no espaço e tempo, identificando processos responsáveis pela formação ou transformação do solo, seja de forma natural ou artificial, sendo um instrumento importante para pesquisas de gênese, classificação ou manejo do solo (STOOPS, 2003).

Esta técnica tem como objetivo descrever o arranjo dos constituintes do solo ou da rocha e auxilia na identificação dos processos responsáveis por sua formação e transformação, assim como para explicar algumas particularidades ou feições (FILIZOLA, 2004).

O uso adequado da micromorfologia de solos necessita de diversas etapas desde a sua coleta (a partir de amostras indeformadas e devidamente coletadas), impregnação das amostras com resinas até a confecção de lâminas delgadas, possibilitando assim a observação do material com lupas, microscópios ópticos polarizadores e até por microscopia eletrônica (CASTRO *et al.*, 2003).

A fase mais delicada nos estudos que utilizam a micromorfologia de solos é a confecção das lâminas delgadas, pois se trata de um processo que demanda tempo e qualificação do operador que deve seguir todas as indicações do método empregado, uma vez que se artefatos ao longo do processo podem resultar na perda tanto da lâmina quanto da amostra (CASTRO *et al.*, 2003).

2.2. Breve histórico da micromorfologia do solo no Mundo e no Brasil (1960-2016)

A história da Micromorfologia de solos teve início no século XX, com a obra pioneira do pedólogo austríaco Walter Kubiena (1938), entitulada *Micropedology*. Assim, o trabalho de Kubiena é considerado ponto de partida para a Micromorfologia de Solos, sendo precursor dos estudos pedológicos com lâminas delgadas (CASTRO, 2008). De acordo com Kubiena (1938), o solo deve ser visto para além de uma escala do campo, de modo que seja possível identificar estruturas visíveis apenas com o uso de microscópios ópticos petrográficos.

A obra *Micropedology* é considerada precursora, entretanto surgiram outras obras de referência, como Brewer (1964 e 1976) e seu livro intitulado *Fabric and Mineral Analysis of Soils* e mais tarde surge as obras de Fitzpatrick (1980) e sua obra *Micromorphology of soil*. Em 1985, Bullock *et al.* com o trabalho intitulado *Handbook for Soil Thin Section Description,* que é bastante utilizado atualmente, se tornou referência mundial e possibilitou que a Micromorfologia avançasse mais sistematicamente e com uma terminologia mais consolidada (CASTRO *et al*, 2003; CASTRO, 2008).

A obra de Bullock *et al.* (1985) permanece até o presente sem ter sido reeditada, mas com a repercussão da técnica descrita no *Handboo*k, a dificuldade de compreensão das terminiologias e dos conceitos envolvidos, em 1986, George Stoops publicou uma tradução multilingue da terminologia utilizada, a partir do inglês (CASTRO, 2008). Após, somente em 2003, Stoops produziu um novo livro, *Guidelines for Analysis and Description of Soil and Regolith Thin Sections,* baseado na obra de Bullock *et al.* (1985), sendo atualmente esta obra a principal referência sobre a técnica micromofológica no mundo (CASTRO *et al*, 2003).

No Brasil, as primeiras publicações empregando a micromorfologia são datadas na década de 70, por Falci e Mendes (1973), a respeito de revestimentos de argila e no mesmo ano Mendes et al. (1973) publicou sobre técnicas

de impregnação de amostras de solo (CASTRO et al, 2003). Outros autores merecem destaque como Perecin e Campos (1976), Moura Filho e Buol (1976) e Dematté *et al.* (1977), que utilizaram indicadores micromorfológicos para compreender a gênese e a morfologia, sendo o trabalho de Dematté *et al.* (1977) uma das primeiras publicações específicas de micromorfologia na Revista Brasileira de Ciência do Solo (CASTRO et al, 2003). Além dos trabalhos já citados, Perecin (1973) também contribiu para divulgação da micromorfologia no Brasil durante os anos 70, mesmo sem publicações, como os outros autores (CASTRO, 2008).

A Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, em 1985, publica a Terminologia de Micromorfologia do Solo, durante o XXVIII Congresso Brasileiro de Ciência do Solo, em Campinas (CASTRO, 2008). Mesmo com todas estas contribuições, este campo de estudo ainda tem muito que avançar no Brasil.

O número de laboratórios que fabricam lâminas de boa qualidade reduziu drasticamente com o passar dos anos, sendo o laboratório do Departamento de Ciências do Solo na Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz/USP o único do país a produzir amostras com esta técnica, atualmente.

2.3. Resinas utilizadas para impregnação das amostras

Existem diversas resinas plásticas utilizadas para a impregnação de amostras de solo. Dentre elas podemos destacar: resina poliéster, resina poliéster crística, resina époxi, resina monomérica, cera de carbono (Carbowax) e vernizes que devem conter características físicas e químicas específicas para um resultado final adequado na confecção de lâminas delgadas e blocos de solos (MURPHY, 1986). Ao final do processo de impregnação, a amostra solidificada deverá ser resistente à temperatura ambiente, incolor e isotrópica em seção delgada (BREWER, 1964).

Existem diferentes métodos e materiais para a impregnação e confecção de seções delgadas de solo que utilizam resinas naturais e sintéticas (Tabela 1) (CATT e ROBINSON (1961).

Tabela 1. Tipos de resinas utilizados na impregnação de solos.

Resinas	Tipo	Referência
Bálsamo do Canadá	Natural	Johannsen (1918); Holmes, (1921); Keyes, (1925); van Straaten, (1954); Debyser, (1957)
Bakelite	Sintética	Ahrens e Weyland, (1928); Exley, (1956); Hepple e Burges, (1956); Taylor, (1960)
Santolite M.H.P	Sintética	Fowler e Shirley, (1947)
Marco resin	Sintética	Alexander e Jackson, (1955)
Dammar gum	Natural	Dalrymple, (1957)
Parraffin Wax	Sintética	Goemann, (1937)
Castolite	Sintética	Emery e Stevenson, (1950)
Polymethyl metacrylate	Sintética	Hagerman e Nystrdm, (1952)
Kollolith	Sintética	Ross, (1926)
Celluloid	Natural	Schwarz, (1929)
Cimento dentário	Sintético	Silberminz, (1923)

Adaptado de CATT e ROBINSON (1961).

De acordo com Murphy (1986), as características favoráveis de uma resina para impregnação são: baixa viscosidade; capacidade de ser diluída em acetona ou monômero de estireno para redução da viscosidade; tornar-se um bloco rígido em temperatura ambiente ou em estufas em temperatura inferior a 40º C (processo de cura); não alterar a estrutura física da amostra de solo; não ter polarização; não emitir vapores tóxicos; e ser incolor.

As resinas mais comuns na impregnação de solos atualmente são as resinas de poliéster e epóxi. As resinas epóxi estão entre os mais importantes polímeros termoindurecíveis usados em grande escala na indústria aeroespacial e de revestimento de superfícies (MOUSAVI, *et al.*, 2017).

No entanto, essas resinas (poliéster e epóxi) podem apresentar diferentes viscosidades e/ou reações com os diferentes tipos de solo, como os solos com argilas expansivas (2x1), resultando em deformação do mesmo, além de problemas na confecção dos blocos e lâminas de solo, dessa forma, para obtenção da viscosidade ideal sob vácuo, é necessário o uso de diluentes ou aquecimento para ajuste da viscosidade dependendo das instruções dos fabricantes para cada resina (FITZPATRICK, 1984). Entretanto, o processo de redução da viscosidade pode interferir em outras etapas como, por exemplo, na cura da resina devido ao uso de diluentes, além de desenvolver fissuras após o corte do bloco resultando em artefatos, assim, para garantir uma boa impregnação e polimerização, no ajuste da viscosidade, são adicionados catalisadores, em quantidade suficiente para garantir o tempo correto de cura, permitindo que o diluente evapore e a resina polimerize (FITZPATRICK, 1984).

Novas resinas são constantemente lançadas no mercado e que podem ser testadas para garantir que as mesmas apresentem as características desejáveis para impregnação e confecção dos blocos e seções delgadas de solos (FITZPATRICK 1984).

2.4. Características importantes das resinas

Durante a escolha da resina, um fator muito importante é o índice de refração (IR) que, segundo Fitzpatrick (1984) e Murphy (1986), deve ser o mais próximo de 1,54 o qual se aproxima do IR do quartzo, tornando-o muito útil na determinação microscópica dos minerais e que corresponde ao IR do bálsamo do Canadá, utilizado por Leggette, (1928) no preparo de seções delgadas para o estudo de amostras de solo de plantio direto e argila estratificada (REED; MERGNER, 1953). Outro produto comumente utilizado é a *Bakelite*, uma resina de fenol sintético comercializada como um verniz, a qual após a polimerização torna-se isotrópica e com alto índice de refração (1,60 a 1,64), no entantoapesar de apresentar um bom preenchimento de poros, reduz o realce dos minerais com alto IR (LEGGETTE, 1928).

Um método utilizado durante os anos 60, para confecção de seções delgadas de amostras argilosas, foi uma solução de cimento *Lakeside* que resultou em bons resultados em solos argilosos, entretanto devido a sua alta viscosidade necessita de uma diluição, sob aquecimento, de oito partes de solvente para uma de *Lakeside*, para que dessa forma permita uma impregnação total satisfatória (CATT; ROBINSON, 1961).

Catt e Robinsons (1961) também relatam o uso de resinas sintéticas do conjunto Araldite a qual também necessita de aquecimento, porém, para redução da viscosidade utilizam até 100 partes em volume de acetona, tempo de cura maior em comparação as resinas Bálsamo do Canadá, *Bakelite* e *Lakeside*.

A *Lakeside* e a Araldite são de cor alaranjada, entretanto, permanecem completamente transparentes em seção fina, além do IR da resina Araldite curada ser superior ao da Lakeside e Bálsamo do Canadá, atingindo aproximadamente 1,57 (CATT; ROBINSON, 1961).

O material plástico *Castolite* foi utilizado na impregnação de solos e após o endurecimento, se torna semelhante a uma rocha, apresenta um IR semelhante ao recomendado (IR: líquido 1.54, sólido 1.56), além disso, tem resistência ao calor extremo e ao frio, não ocorrendo deformação na mesma e apresenta boas propriedades de usinagem ao ser submetida ao contato com ferramentas de alta velocidade (BOURBEAU; BERGER, 1947).

Além do IR, outro parâmetro importante para a escolha de uma resina, deve ser a viscosidade (MURPHY; 1986). Porém existem poucos trabalhos que abordam esse quesito sobre qual seria a viscosidade ideal para a impregnação de solos, de modo que não comprometa a estrutura e o preenchimento dos poros. Sabe-se que a viscosidade deve ser baixa e alguns autores citam resinas com viscosidade que variam de 0,54 a 0,62 centipoise no caso das resinas monoméricas que apresentam alto teor de estireno em sua composição, ou 6 a 11 centipoise em resinas poliésteres a 20ºC e a diluição sugerida com solvente é de 1:1, para maior redução dessa viscosidade (MURPHY; 1986).

A viscosidade da resina *Castolite* informada por alguns autores é de 50 centipoise, um valor muito alto quando comparado ao material de outros estudos, principalmente por que a mesma não é diluída em nenhum solvente, sendo utilizado apenas um catalisador (BOURBEAU; BERGER, 1947).

Algumas propriedades físicas da *Polylite J-8129* são mencionadas em outros estudos, onde IR do material líquido é de 1.547 e a viscosidade é de 2,75 centipoise, contudo não é feita diluição, sendo apenas misturada com

pasta de peróxido de benzoílo que é um catalisador oxidante, para que ocorra a completa cura (KAWAI; OYAMA, 1962).

Diante disto, a problemática em torno da viscosidade é que as resinas utilizadas atualmente (poliéster e epóxi) apresentam uma elevada viscosidade quando comparadas a resinas de outros estudos, e mesmo seguindo a metodologia proposta por Murphy (1986), provavelmente não é possível obter uma resina com viscosidade de trabalho similar à citada por estes autores.

2.5. Tipos de diluentes utilizados nas resinas

Os diluentes são utilizados nas resinas de modo a facilitar o manuseio e reduzir a viscosidadeEstes podem ser o monômero de estireno, a acetona e o álcool etílico absoluto (99,5%), estes dois últimos podem ser uma alternativa para as soluções impregnadoras, pois resultam numa minimização dos riscos da toxicidade humana e ambiental, bem como nos custos (MURPHY; 1986). Adições de solventes, como acetona, auxiliam na redução da viscosidade da resina, distribuindo melhor as cargas e, consequentemente, melhorando o processo de impregnação (LOSS et al., 2008). Cada resina apresenta uma especificidade em relação aos diluentes.

As resinas poliéster são solúveis em acetona e estireno, mas apresenta desvantagem, pois podem ter de 35-50% de volume de monômero de estireno na sua diluição (MURPHY; 1986; POILLUCCI; HANSEN, 2013). As resinas poliéster crísticas são capazes de se diluir ilimitadamente em acetona e estireno (MURPHY; 1986). Já as resinas epóxi podem ou não se misturar com acetona, têm de ser aquecidas a temperaturas acima de 70°C para redução da viscosidade (LOOS, *et al.*, 2008; MURPHY; 1986; FITZPATRICK, 1984). As resinas monoméricas são compostas de metacrilato de metil e estireno e as ceras de carbono (Carbowax) são solúveis em uma ampla gama de solventes como álcoois, cetonas, éteres glicóis, ésteres e hidrocarbonetos aromáticos (MURPHY; 1986).

2.6. Geração de resíduos e os impactos ambientais

O estireno, o solvente mais utilizado, é um solvente orgânico que faz parte de um grupo químico de diluentes, dispersantes ou solubilizantes. Os solventes orgânicos podem ser divididos de acordo com sua estrutura química e o estireno encontra-se no grupo que apresenta estrutura aromática. Com o desenvolvimento da química orgânica, os solventes aromáticos foram amplamente aplicados na indústria química. O uso mais comum do estireno é na produção de poliésteres (e.g. para construção civil e materiais de embalagem plástica e materiais descartáveis), borracha sintética (e.g. pneus e peças de automóveis) e resinas para diversas aplicações (CATARINO, 2012; FiT, 2016; WHO, 1983).

Ressalta-se que pela sua aplicabilidade a produção mundial de estireno cresceu de 30.000 toneladas em 1938 para 7 milhões de toneladas em 1977 e em 1994 o estireno produzido chegou a 50 milhões de toneladas. Devido ao abundante emprego comercial do estireno, o contato com o mesmo ocorre através do ar, da água, de alimentos, dos produtos de consumo e em materiais de desperdício (resíduos). A Agência de Proteção Ambiental de Emissões Tóxicas dos EUA indica que aproximadamente 24 mil toneladas de estireno são libertadas de diferentes fontes, por ano. Isso ocorre, sobretudo, pelas descargas industriais (CATARINO, 2012). A utilização do estireno na confecção de seções delgadas e blocos de solo também pode apresentar uma produção considerável de resíduos que devem ser quantificados e devidamente descartados pelas instituições responsáveis.

2.7 Monômero de estireno: Dados químicos e físicos

O estireno é um hidrocarboneto aromático não saturado (Figura 1) e sua fórmula molecular é C_8H_8 e massa molecular relativa: 104,15. Os sinônimos são: Feniletileno, estirol, vinilbenzeno (FiT, 2016; IARC, 2002).

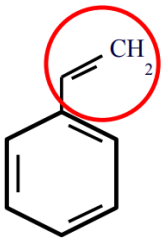

Figura 1. Molécula de estireno, com o grupo funcional de vinil circulado. Fonte: IARC, 2002.

Quando puro, o estireno é um líquido oleoso com odor adocicado, inflamável e que evapora com facilidade. Em ambientes internos, a concentração de estireno (1 a 9 $\mu g/m^3$) é maior que a concentração no ar atmosférico de áreas urbanas (0,29 a 3,8 $\mu g/m^3$) e em áreas rurais (0,28 a 0,34 $\mu g/m^3$), diante disto, a principal forma de exposição humana ao estireno é através do ar em ambientes internos (FiT, 2016).

2.8 Toxicidade do estireno

O estireno é considerado menos tóxico que o benzeno e os hidrocarbonetos, embora sejam um produto de baixo custo, o monômero de estireno é classificado como uma neurotoxina, com potencial carcinogênico, e irritante ao trato respiratório, classificado no Grupo 2B da IARC - The International Agency for Research on Câncer (IARC, 2002).

A exposição ao estireno pode causar irritação nos olhos, garganta e trato respiratório, além de relatos de efeitos do sistema nervoso central e periférico em trabalhadores expostos (IARC, 2002). Estudos de mortalidade devido à exposição ao estireno mostram que houve um aumento no número de mortes atribuídas a sintomas de demência e condições mal definidas, além disso, foi descoberto que a mortalidade por doenças do sistema nervoso central, em especial a epilepsia, aumentava pela exposição ao estireno, entretanto o cancer linfático e hematopoiético estão mais associados à exposição de alto nível ao estireno (BOND, *et al.*, 1992).

O estireno é o produto químico tóxico de maior volume relatado na Lei de Redução do Uso de Tóxicos (TURA) Comunidade de Massachusetts (POILLUCCI R. A., HANSEN, C. J., 2013). Além disso, muitas alterações na saúde têm sido relacionadas com a exposição ao estireno. A absorção pode ocorrer através do sistema respiratório e ocasionalmente através do sistema digestivo e/ou cutâneo (CATARINO, 2012).

Devido à volatilização do estireno, uma das principais vias de exposição ocorre através do sistema respiratório, posteriormente é metabolizado pelo fígado em ácidos mandélico e fenilglioxílico, que são excretados pela urina. A absorção pelo trato gastrointestinal não tem sido considerada relevante, por ser menos comum e mais lenta do que por via respiratória. No caso do estireno liquido, pode ser rapidamente absorvido através da pele e o contato constante pode levar a perda de gordura e irritações cutâneas (CATARINO, 2012; MORATA; CAMPO, 2002).

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Localização e caracterização da área de estudo

A localização da área de estudo está no município de Piracicaba-SP, cuja altitude é de 544 metros e uma Área Territorial de 1.378,50 km². O clima, segundo a classificação de Koppen-Geiger se caracteriza como Cwa, clima Tropical de Altitude (Figura 2).

Para o estudo foram coletadas amostras de solo indeformadas de três tipos de solos, em três áreas distintas situados em Piracicaba. Na primeira área escolhida foram coletadas amostras de um Latossolo Vermelho distrófico típico (LVd) (22°43'29.6"S 47°35'07.7"W) de textura argilosa (<60% de argila) (ANEXO A); na segunda amostras de um Latossolo Vermelho Amarelo distrófico típico (LVAd) (22°43'09.3"S 47°36'55.2"W) de textura média (20% de argila) (ANEXO B); e na terceira área amostras de um Neossolo Quartzarênico órtico típico (RQo) (22°33'52.7"S 47°54'09.7"W) de textura arenosa (10% de argila) (ANEXO C) (Figura 2).

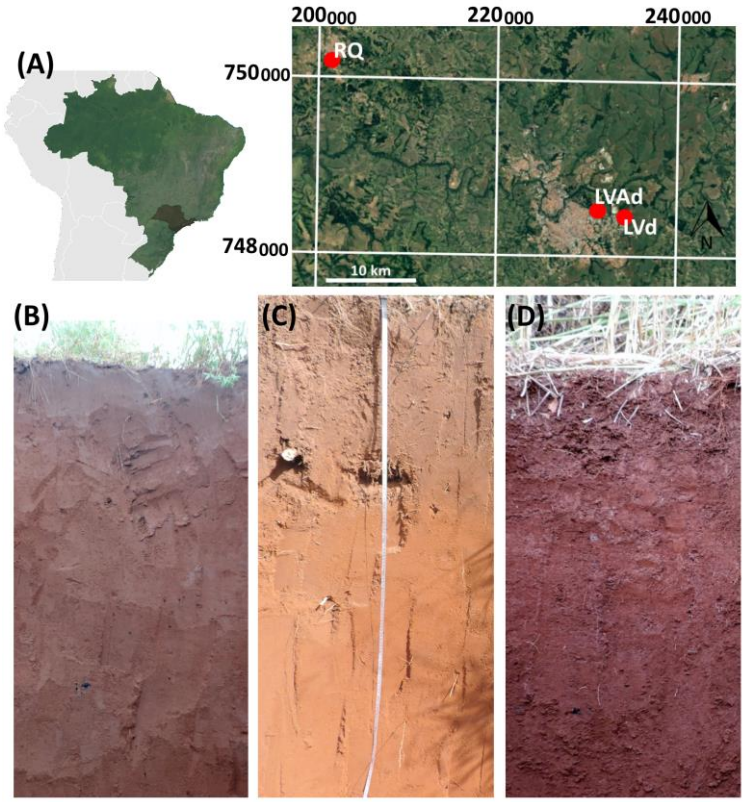

Figura 2. (A) Localização dos pontos amostrados com solos de diferentes texturas. (B) Imagem do perfil do Neossolo Quartzarênico; (B) Imagem do perfil do Latossolo Vermelho Amarelo distrófico típico; (C) Imagem do perfil do Latossolo Vermelho distrófico típico.

Os Latossolos solos são constituídos por material mineral, homogêneos inclusive na coloração em profundidade, que apresentam pouca diferenciação entre os horizontes e de maneira geral são solos profundos, bem drenados, com baixa CTC, que podem variar de textura média a muito argilosa e frequentemente apresentam baixa fertilidade (IAC, 2019). Os Latossolos possuem B latossólico precedido de qualquer tipo de horizonte A dentro de

200 cm a partir da superfície do solo ou dentro de 300 cm se o horizonte A apresenta mais que 150 cm de espessura (EMBRAPA, 2018).

Os Neossolos são solos pouco desenvolvidos pedogeneticamente, podendo ser rasos, com predominio de areias quartzosas ou com diferentes camadas herdadas dos materiais de origem, apresentam caracteristicas de baixa retenção de água, pouco profundidade ou susceptibilidade à inundação, manifestando restrições para uso em atividade agrícolas, por isso práticas de manejo conservacionistas são indispensáveis para evitar a degradação desses solos (IAC,2019). Neossolos são formados por material mineral ou orgânico com menos de 20 cm de espessura e que não apresentam nenhum tipo de horizonte B diagnóstico (EMBRAPA, 2018).

A escolha destes solos, a partir da diferença de texturas se dá devido aos Latossolos muito argilosos apresentarem estrutura forte, muito pequena e granular que podem apresentar comportamento semelhante aos solos arenosos, já os latossolos de textura média, tem teores elevados de areia e também se assemelham às areias quartzosas no que diz respeito a facilidade de percolação de água no perfil desses solos (SOUSA; LOBATO, 2019). Assim, a coleta dessas classes de solo procurou contemplar a variável textura para os testes, com intuito de reduzir sua influência, possibilitando a avaliação do comportamento das soluções.

3.2 Coleta e preparação amostras de solo para confecção de lâminas delgadas e blocos polidos

As amostras indeformadas de solo foram cuidadosamente esculpidas com faca e coletadas em caixas de papel-cartão com dimensões de 7 x 12 x 5 cm (Figura 3). Após a coleta, cada amostra foi identificada quanto ao local de coleta e orientação em relação à superfície do solo, acondicionadas em caixas e em seguida encaminhadas ao laboratório.

Figura 3. (A) Preparação para o encaixe da caixa; (B) Caixa introduzida na parede do perfil para amostragem; (C) Amostra de solo indeformada. Fonte: Sônia Moraes (C).

No laboratório, as amostras foram secas em temperatura ambiente, em local ventilado, por aproximadamente 15 dias ou até terem atingido massa constante. Em seguida, as amostras foram postas em estufa com ventilação forçada, a 40ºC por 48 horas para eliminação da água higroscópica.

As resinas habitualmente utilizadas para impregnação de amostras de solos têm a polimerização (endurecimento) prejudicada pela presença da água, mesmo que esta esteja presente em pequenas quantidades, desse modo, o processo de secagem pré-impregnação é fundamental para o sucesso na confecção das lâminas delgadas (EMBRAPA, 2017).

No caso de solos que apresentam argila de atividade alta, não se remove a água por evaporação, mas é realizada a substituição por acetona PA por processo de troca líquida e isto é feito a fim de evitar contração do material pela secagem (EMBRAPA, 2017). Além disto, amostras que não se consegue eliminar totalmente água

higroscópica, deve passar por este processo, para que haja completa polimerização da resina e perfeita impregnação, pois as resinas utilizadas são hidrofóbicas (CASTRO *et al.*, 2003).

3.3 Tratamentos

As amostras de cada tipo de solo foram impregnadas com três tipos de resinas, a saber: resina poliéster Arazyn 1.0#00, resina poliéster Arazyn 1.0#0.8 e resina Epóxi Epoxiglass 1504. Também, foram utilizados diferentes solventes, sendo estes o monômero de estireno, acetona P.A e álcool etílico absoluto (99,5%), totalizando 9 tratamentos (resina/diluente), sendo estes: resina poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno (P00/EST), resina poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona (P00/ACE), resina poliéster Arazyn 1.0#00/Álcool (P00/ÁLC), resina poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno (P08/EST), resina poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona (P08/ACE), resina poliéster Arazyn 1.0#08/Álcool (P08/ÁLC), resina Epóxi Epoxiglass 1504/Estireno (EP/EST), resina Epóxi Epoxiglass 1504/Acetona (P00/ACE) e resina Epóxi Epoxiglass 1504/Álcool (P00/ÁLC).

No total foram impregnadas 81 amostras sendo distribuídas em 3 texturas, 9 soluções resina-solvente e 3 repetições. Posteriormente, as amostras foram seccionadas, sendo as lâminas e blocos confeccionados conforme metodologia proposta pela Embrapa (2017), totalizando 81 lâminas e 81 blocos.

Durante o processo de impregnação, é necessário o preenchimento dos poros do volume de solo por uma resina plástica que, após a polimerização, deve apresentar rigidez e resistência, sem perder a estrutura original, permitindo o corte na fase de laminação. Para tal fim, há necessidade de reduzir a viscosidade da resina e realizar a impregnação em condições de vácuo para que haja maior penetração da resina na amostra. Dessa forma, é utilizado um dessecador conectado a uma bomba de vácuo (MARTINS *et al.*, 2002; EMBRAPA, 2017).

3.4 Viscosidade

As resinas industriais podem apresentar variações entre lotes em relação a contaminantes orgânicos dissolvidos, características de polimerização e a presença de impurezas como microcristais (Tippkotten e Ritz, 1996). Diante disto, foi observado neste estudo que a viscosidade é um parâmetro que varia muito dependendo do lote e data de fabricação até a entrega ao laboratório, dessa forma, o ideal é realizar testes preliminares com cada lote adquirido pelo laboratório. Neste trabalho, a quantidade de solvente para cada resina foi determinada a partir da aferição da viscosidade.

Com isto, se observou a necessidade de se aferir a viscosidade a cada preparo da solução, a partir da viscosidade da solução padrão (P00/EST), pois a mesma é totalmente influenciada pela temperatura do ambiente de trabalho, caso o ambiente em questão não tenha temperatura controlada.

Este parâmetro foi considerado como prioritário em todas as misturas de resina com solvente, dessa forma, foi utilizado um viscosímetro rotativo analógico, da marca QUIMIS, modelo Q860A21 (Figura 4) e a viscosidade da solução P00/EST foi medida a uma velocidade de 60rpm, em uma temperatura de 21ºC e a mesma apresentou 25 cP, valor admitido para o restante das soluções.

Figura 4. Viscosímetro rotativo analógico.

Para o preparo das soluções dos outros tratamentos (P00/ACE, P00/ÁLC, P08/EST, P08/ACE, P08/ÁLC, EP/EST, EP/ACE e EP/ÁLC) foi necessário determinar a quantidade de solvente necessária em cada resina no preparado da solução impregnadora, para que a mesma apresente uma viscosidade igual ou o mais próximo ao valor de referência (25 cP) da solução padrão (P00/EST).

3.5 Preparo das soluções

A impregnação de amostras de solo requer um tratamento especial, devido à fragilidade dos solos tendo em vista que devem ficar rígidos o suficiente para serem laminados, para usou-se resina plástica do tipo poliéster ou epóxi (MARTINS et al., 2002).

Como tratamento controle, foi utilizado a resina Arazyn 1.0#00 que é um poliéster insaturado, ortoftálica, de baixa reatividade, média viscosidade que apresenta cura rápida e uniforme, transparência e cristalinidade durante a polimerização e excelentes propriedades mecânicas finais. A mesma é adquirida da distribuidora Redelease Produtos para Indústrias Ltda (ANEXO D). Esta resina foi diluída com o monômero de estireno, cuja mistura é a solução padrão utilizada no laboratório de Micromorfologia do Solo, no Departamento de Ciências do Solo da ESALQ/USP. Além deste, esta aresina também foi diluída com Acetona P.A e Álcool Etílico Absoluto (99,5%).

Assim, a solução padrão P00/EST foi preparada na proporção 1:1 de resina e solvente. Em um béquer de 2L foi adicionado 1L de monômero de estireno, em seguida acrescentam-se o pigmento colorante Tinopal OB, para que o mesmo seja diluído. Este pigmento permite observação dos poros das amostras impregnadas, sob luz ultravioleta, após confecção dos blocos polidos.

Após o pigmento ser totalmente diluido, 1L de resina foi misturada ao solvente. Neste momento, os reagentes devem ser misturados lentamente com um bastão (sem bater) para evitar a formação de bolhas. Depois de bem misturados a resina e o solvente, são acrescentadas 20 gotas de catalisador Butanox M-50, que garante um tempo de cura correto, de modo que o solvente evapore e a resina polimerize.

O tratamento P00/ACE teve a solução ajustada a 25 cP, em uma temperatura média de 25,28ºC (Figura 8). No preparo da solução P00/ACE, foram necessários 640 ml de acetona adicionada em 1360 ml de resina Arazyn 1.0#00, totalizando uma solução de 2L. A solução P00/ÁLC também foi determinada a partir da aferição da viscosidade ao valor de referência (25cP). Com uma temperatura média de 22,15ºC, chegou-se a proporção de 900 ml de álcool para 1100 ml de resina poliéster Arazyn 1.0#00.

No preparo das soluções impregnantes com a resina poliéster Arazyn 1.0#08, todas as misturas tiveram a viscosidade previamente medida e aferida a 25cP para determinação das proporções resina/diluente. A resina Arazyn 1.0#08 é um poliéster insaturado, ortoftálica, de baixa reatividade, baixa viscosidade, com alta transparência e cristalinidade. Assim, para a solução P08/EST, em um béquer foi adicionado 700 ml de monômero de estireno em 1300 ml de resina e a aferição da viscosidade foi determinada à uma temperatura média de trabalho de 26,1ºC. A proporção da solução P08/ACE e P08/ÁLC foi determinada a uma temperatura de 21°C. Para P08/ACE foi medido 600 ml de acetona em 1400 ml de resina e para P08/ÁLC foi necessário 700 ml de álcool etílico em 1300 ml de resina para atingir a viscosidade de referência.

A resina epoxiglass 1504, segundo o fabricante, é uma resina epóxica de baixa viscosidade, transparente e sem material de enchimento. Geralmente é utilizada no acabamento de bijuterias, na confecção de brindes (uso odontológico), em sistemas fundíveis e em sistemas de impregnação para indústria elétrica (DIAS et al, 2007).

Para que ocorra o processo de cura desta resina, é necessário o uso de um endurecedor. O endurecedor utilizado no trabalho foi indicado pelo fornecedor com referência de endurecedor epoxiglass 1601. A proporção de resina/endurecedor utilizada em todos os testes de epóxi foi de 3 medidas de resina para 1 medida de endurecedor.

Neste caso, a proporção seguiu a lógica de aferição da viscosidade de aproximadamente 25cP, em uma temperatura média de 27,4ºC. A determinação da viscosidade levou em consideração a adição do endurecedor na resina, pois quando misturados, a viscosidade da resina é reduzida, mas não o suficiente.

Desse modo, para o tratamento EP/EST mediu-se 360 ml de resina epoxiglass 1504 e adicionado 120 ml de endurecedor epoxiglass 1601, que foram misturados com auxílio de um bastão, em movimento leves, para evitar formação de bolhas, em seguida foi acrescentado 195 ml de monômero de estireno, a fim de reduzir a viscosidade.

A proporção da solução impregnante EP/ACE e EP/ÁLC foram determinadas a partir do ajuste da viscosidade, de aproximadamente 25 cP, a 21ºC. Para a solução EP/ACE foi medido 360 ml de resina epoxiglass 1504 e adicionado 120 ml de endurecedor epoxiglass 1601, que foram misturados à 192 ml de acetona. Na solução EP/ÁLC, foram medidos 309 ml de resina epoxiglass 1504 e adicionado 103 ml de endurecedor epoxiglass 1601, em seguida foi misturado com 257,5 mL de álcool. O cálculo do pigmento nos tratamentos com epóxi foi feito a partir da quantidade usada na solução padrão.

3.6 Processo de impregnação

Estando totalmente secas, as amostras de solo foram colocadas em potes plásticos, devidamente identificados, e colocadas no interior de um dessecador. A solução impregnante foi despejada lentamente dentro do pote plástico com a ajuda de um bastão, ao lado da amostra e nunca sobre ela, para evitar qualquer tipo de deformação da mesma. Sem demora, a tampa do dessecador foi fechada e o sistema de vácuo de baixa pressão foi ligado, promovendo a ascensão capilar da resina na amostra, visível pela frente de molhamento formada (Figura 5). Essa sequência foi seguida para todos os tratamentos.

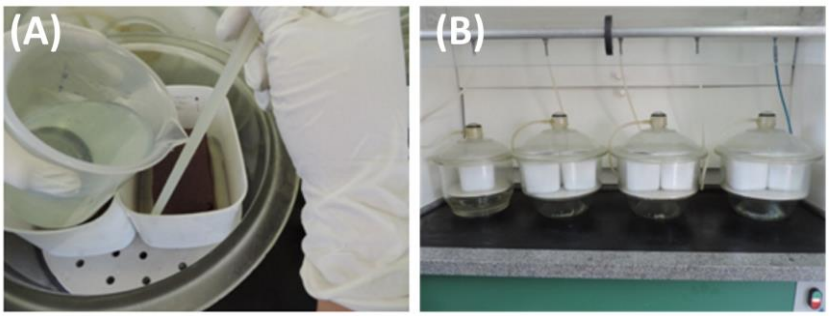

Figura 5. (A) Solução impregnante sendo adicionada e frente de molhamento da amostra; (B) Dessecadores com sistema de vácuo de baixa pressão.

Para as soluções contendo resina poliéster, o procedimento de adição da solução foi repetido até que a frente de molhamento preenchesse uniformemente toda a amostra, sempre adicionando aos poucos até que a amostra estivesse completamente coberta pela solução. A amostra permaneceu no vácuo até que todo o ar tenha saído. Este momento foi observado a partir da formação de bolhas sobre a superfície da solução. Nos casos necessários, demos continuidade no dia seguinte até o momento que não apresentasse mais bolhas.

Após serem retiradas dos dessecadores, as amostras foram postas em repouso em capela de exaustão. Nesse momento, as amostras devem estar sempre cobertas por solução, até que a polimerização seja concluída. O tempo de polimerização das amostras varia de acordo com a temperatura ambiente de cada dia. Ao fim deste período, os potes plásticos são transferidos para a estufa e mantidos a 40ºC até que ocorra a secagem completa.

O processo de impregnação com a resina epóxi é um pouco diferente em comparação às resinas poliéster, pois o tempo de secagem é muito mais rápido. Dessa forma, a solução foi preparada em quantidades menores e o tempo de impregnação com as amostras dentro do dessecador também foi reduzido.

Após alguns testes, os tratamentos com resina epóxi, foram impregnadas apenas três amostras por vez, para que desse tempo suficiente de preparar uma nova solução em um período de tempo mais curto, devido ao processo de polimerização ser mais acelerado. Sendo assim, após serem postas nos dessecadores, foi adicionado aproximadamente 1/3 do volume total preparado em cada pote plástico contendo as amostras, em seguida a bomba de vácuo foi ligada imediatamente, por 15 minutos.

Depois, preparamos mais solução e ao passar os 15 minutos se repetiu a operação, até que a amostra estivesse completamente coberta pela solução. Após isto, ficou no vácuo por no máximo mais 15 minutos, para a solução EP/EST, pois acima deste tempo ocorre uma reação exotérmica que compromete a qualidade da impregnação, e 30 minutos para as soluções EP/ACE e EP/ÁLC. Com isso, as amostras permaneceram 1 hora em repouso na capela, durante endurecimento da resina. Após, foram levadas a estufa a 40ºC por 24 horas ou tempo suficiente para cura total.

3.7 Corte para confecção de blocos polidos

Após a impregnação e endurecimento das amostras, estas foram cortadas em fatias de aproximadamente 1,5 cm de espessura, formando blocos, com auxílio de uma serra com disco diamantado (Figura 6). O corte foi realizado seguindo a direção na qual a amostra foi coletada no perfil em campo. Deve-se realizar um pequeno corte na parte superior da amostra para indicar a orientação da mesma (EMBRAPA, 2017).

O corte é um processo importante, pois vai determinar se a resina apresenta resistência a todos os processos que virão para confecção dos produtos finais, que exigem resistência mecânica suficiente para as etapas de

corte, degaste e polimento sem rachar ou apresentar friabilidade na amostra, com desprendimento de partículas de solo e sem que se abram orifícios, nos espaços porosos e principalmente, na superfície da amostra, no caso dos blocos polidos. No caso das lâminas delgadas, a laminação vai até uma espessura de 30 μm, que também exige resistência.

Após este processo, as fatias escolhidas para análise foram as que se encontravam no centro do bloco inteiro, pois isto garante a amostra sofreu menor interferência externa. Em seguida, as fatias escolhidas são desbastadas na face selecionada para observação utilizando pó de carborundum (carbeto de silício).

Inicialmente, para um desbaste mais grosseiro, se utiliza este pó com granulometria de 200 mesh, em seguida, o acabamento foi realizado usando pó de carborundum com granulometria de 500 mesh. Todo o processo de desgaste foi realizado em um rebolo de pedra e com água (Figura 6).

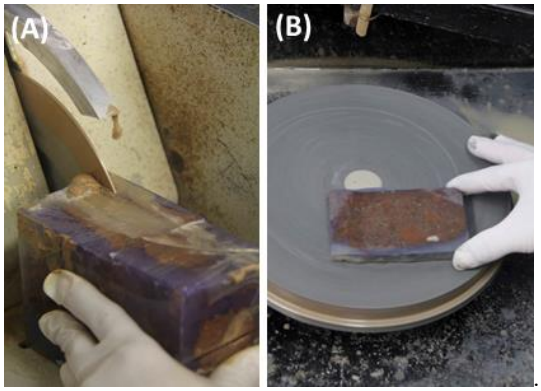

Figura 6. (A) Corte do bloco em serra diamantada; (B) Desgaste do bloco em rebolo com pó de carborundum. Fonte: Sônia Moraes.

3.8 Reimpregnação

Caso haja poros na superfície das fatias não preenchidos pela resina, realizamos a reimpregnação aplicando uma fina camada de solução de resina, sempre obedecendo as proporções de reagentes da solução impregnante inicial, aumentando apenas a quantidade de catalisador, para que a secagem seja mais rápida. Esta etapa é realizada com o auxilio de um bastão, pelo gotejamento de solução de resina sobre toda a face da fatia, enfatizando nos locais dos artefatos. Em seguida se retira o excesso com o bastão de modo que forme um filme uniforme de solução sobre a superfície do bloco (Figura 7) (EMBRAPA, 2017).

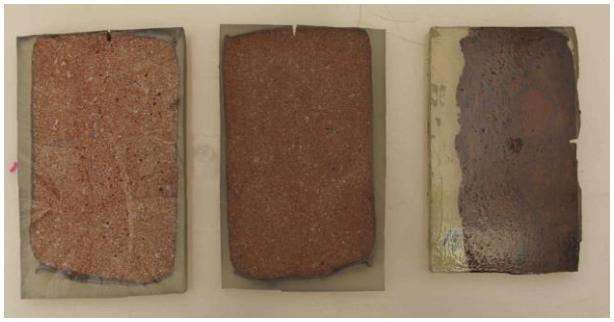

Figura 7. Fatias dos blocos antes e depois do desgaste com o rebolo e amostra reimpregnada durante a secagem. Fonte: Sônia Moraes.

Quando reimpregnadas, as amostras foram secas por 1h na capela e em seguida terminar o endurecimento na estufa a 40ºC por pelo menos 18h ou até apresentar aspecto de acrílico (EMBRAPA, 2017). Quando secas, repetimos todo o processo de desgaste no rebolo, com pó de carborundum com granulometria de 200 mesh misturado ao de 500 mesh, caso a espessura de resina tenha ficado mais grossa ou somente com o de granulometria de 500 mesh, caso tenha ficado uma camada mais fina, realizando o acabamento. A superfície deve ficar completamente lisa e sem artefatos, caso não ocorra após a primeira reimpregnação, repetir a reimpregnação e acabamento no rebolo.

Realizadas as reimpregnações necessárias, para finalizar os blocos, fez-se um polimento com pó de silício, de granulometria de 1200 mesh, formando uma pastinha em placa de vidro, até que a superfície do bloco fique espelhada, em seguida utilizamos lixa d'água com granulometria de 1200 mesh e água para dar cabamento final. Os blocos foram lavados com esponja para retirar todos os resíduos decorrentes do polimento e secou-se em estufa a 40ºC, antes da utilização para análises de imagem em 2D.

3.9 Laminação, colagem das lâminas e acabamento

Após o corte dos blocos em fatias, escolhemos uma seção para a confecção de uma lâmina delgada. Assim como nos blocos polidos, se observou a uniformidade da face escolhida para verificar a necessidade de reimpregnação (Figura 7). Em seguida, os blocos foram cortados no tamanho da lâmina de vidro, de dimensões 50 x 76 mm para execução do acabamento e colagem.

Em seguida foi realizado o polimento a seco do bloco em placa de vidro com pó de carborundum de granulometria de 500 mesh (Figura 8), até que a superfície do bloco ficasse totalmente nivelada e sem marcas visíveis de polimento na face das amostras (Figura 8).

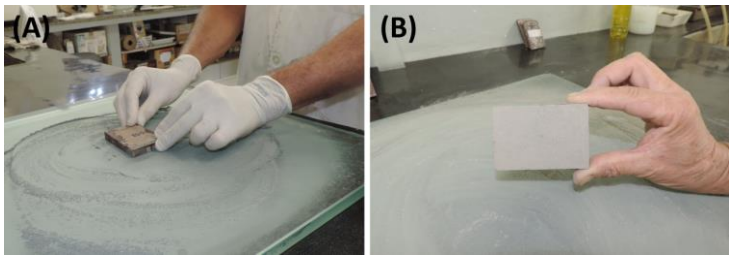

Figura 8. (A) Amostra sendo polida em placa de vidro; (B) Amostra com superfície nivelada após polimento. Fonte: Sônia Moraes.

Logo, os blocos foram lavados e levados a estufa a 40ºC para secagem. Quando secas, as amostras foram coladas em lâmina de vidro, utilizando uma resina Araldite GY 251 e endurecedor Aradur 956, na proporção 5:1. A resina foi adicionada delicadamente na superfície do bloco, evitando formação de bolhas, para não dificultar na colagem e evitar a produção de artefatos. Imediatamente após a adição da cola, a amostra foi colada na lâmina de vidro de dimensões 50 x 76 x 1,6 a 1,8 mm, fosca e lapidada com pasta (Figura 9).

As amostras coladas foram postas na prensa de colagem por aproximadamente 8 horas para secagem e eliminação de bolhas de ar (Figura 9). Em seguida, as amostras coladas foram cortadas finamente, com auxílio de uma serra diamantada, na espessura de 2 mm, depois foram desbastadas utilizando uma politriz com disco de desbaste diamantado até uma espessura em torno de 40 a 50 μm (Figura 9). Nesse processo as medidas foram monitoradas com auxílio de um micrômetro.

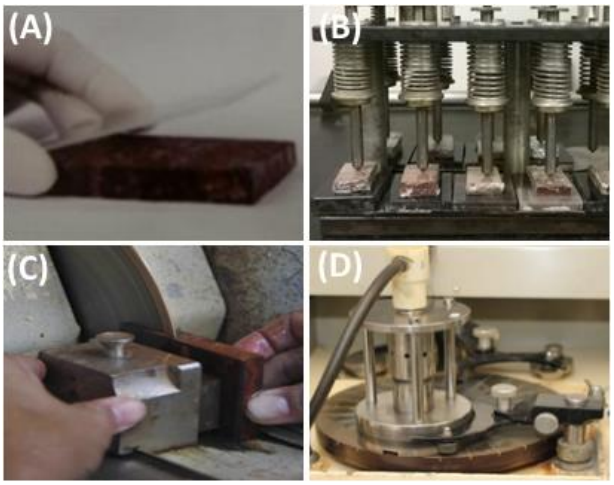

Figura 9. (A) Colagem da lâmina de vidro no bloco; (B) Prensa de colagem com amostras; (C) Amostra colada sendo cortada na serra diamantada; (D) Desbaste da lâmina na politriz. Fonte: Sônia Moraes.

Logo, as lâminas foram desbastadas em politriz LP 30 (Figura 9), com solução abrasiva de pó carborundum com granulometria de 500 mesh e a amostra foi reduzida até uma espessura de aproximadamente 30 μm. Entretanto, houve a necessidade de realizar o polimento final manualmente utilizando lixa d'água de #500 ou #1200 e água, até alcançar a espessura adequada. O monitoramento da espessura da lâmina durante todo o processo de polimento foi realizado utilizando um micrômetro e microscópio ótico.

Considera-se que a espessura padrão da lâmina foi atingida quando a cor de interferência do quartzo tornou-se amarelo claro observado em microscópio ótico sob luz polarizada. Para finalizar, as lâminas foram lavadas em água corrente de boa qualidade e secas ao ar. Em alguns casos, se faz necessária a limpeza em equipamento de ultrassom para realização de uma limpeza eficaz. Concluídas as lâminas, estas foram devidamente identificadas, acondicionadas em caixas plásticas ou de madeira especiais para tal finalidade e organizadas para posteriores análises micromorfológicas.

Resumindo, os processos de confecção de lâminas delgadas e blocos polidos podem ser observados conforme descrito no fluxograma abaixo (Figura 10). Em caso de solos com mineralogia expansiva é necessário o procedimento de troca por acetona, cujo método não foi empregado neste trabalho.

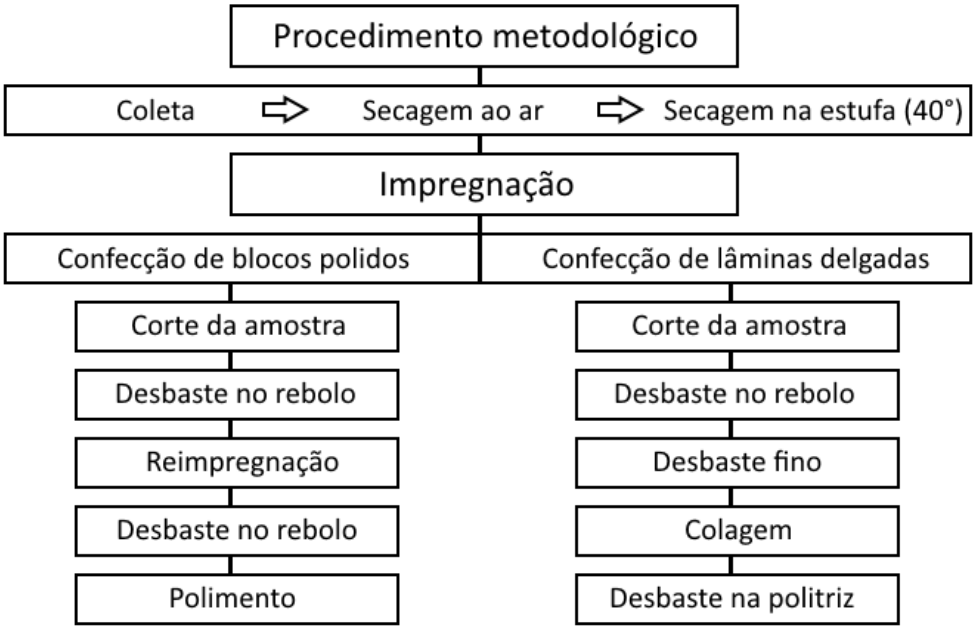

Figura 10. Fluxograma do procedimento metodológico de confecção de blocos polidos e lâminas delgadas de solo.

3.10 Monitoramento do processo de reimpregnação

É necessário realizar reimpregnação das amostras quando apresentam desprendimento de partículas, especialmente as finas (argilas) ou o mais comum, a presença de poros não impregnados, como citado anteriormente (EMBRAPA, 2017)

Neste caso, o número de vezes que os blocos polidos impregnados com as soluções de cada tratamento e os poros não preenchidos durante a impregnação, foram quantificados para comparação de qual tratamento apresentou melhor resultado da impregnação.

De inicio, o processo de reimpregnação é o padrão utilizado nos processos de rotina segundo o Manual da Embrapa (2017), porém foram efetuadas algumas alterações, tais como seguir as proporções de regentes para preparação das soluções de cada tratamento e a utilização de um pigmento fluorescente em pó de cor laranja para destacar os poros não preenchidos dos demais, preenchidos durante a impregnação inicial e contendo o pó fluorescente Tinopal OB.

Após todo o processo de reimpregnação foram contabilizadas quantas vezes cada bloco de cada tratamento necessitou de reimpregnação para obter o resultado desejado e em seguida foi feita uma média, para comparação de qual tratamento apresentou melhor eficiência neste processo.

No caso da quantificação dos poros, foi adotado um protocolo diferenciado, onde se determinou uma área padrão em cada bloco reimpregnado, com dimensões de 10 x 6 cm, tirou-se fotos com alta resolução com uma câmera fotográfica semi profissional NIKON COOLPIX P520, sem zoom digital, com luz ultravioleta bem direcionada à área em destaque e luz ambiente apagada (Figura 11).

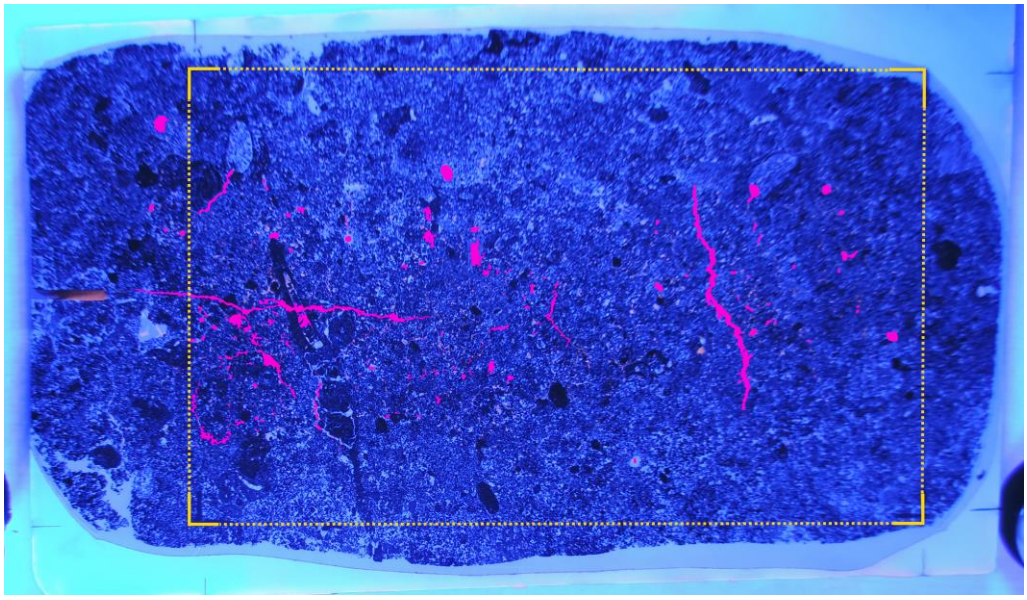

Figura 11. Bloco polido reimpregnado utilizando pó fluorescente laranja e área previamente demarcada.

Para obtenção das imagens para análise, a câmera foi acoplada a um tripé, na altura mínima do mesmo, mantendo a mesma distância para todas as imagens. Foram tiradas duas fotos de cada bloco, sendo uma contendo uma régua para determinação de pixels por mm da imagem para em seguida determinar a área a ser analisada. O tamanho do pixel é calculado a partir do número de pixels que tem em cada centímetro da imagem. Após determinar o tamanho dos pixels, foi criado uma calibração para as imagens serem processadas e para isto todas foram cortadas no mesmo tamanho (2584 x 1564 mm).

As imagens foram processadas no programa Noesis Visilog, onde foi realizado o sistema de tratamento e análise de imagens, através da binarização das fotos, de modo que somente os poros contendo o pigmento laranja foram destacados e em seguida foram gerados dados em documento txt.

Os dados gerados (txt) foram rodados no Excel, em Macro inerente as amostras, a partir de faixas de tamanhos de poros reimpregnados (Pequeno: 1600-160000; Médio: 160000-1600000; Grande >1600000 (μm^2)) e número de poros de cada tipo (arredondados, alongados e complexos), determinando a área (%) e o número de poros (NP), com desvio padrão, das repetições de amostras dos tratamentos experimentados. Em seguida foram produzidos os gráficos com a área total de poros (ATP) não impregnados, de cada tratamento em cada textura de solo e os tipos de poros (Arredondados, alongados e complexos).

3.11 Avaliação da qualidade da impregnação na confecção dos blocos de solo

3.11.1 Parâmetros relacionados ao método

1. **Volume de material gasto:** O volume de resina e solvente gasto em cada tratamento foi determinado a partir do ajuste da viscosidade de cada solução, de acordo com a viscosidade padrão admitida, de 25 cP.
2. **Solubilidade do pigmento fluorescente (miscível):** Foi observado o comportamento do pigmento Tinopal OB, avaliando a miscibilidade do mesmo, ao ser misturado em cada um dos solventes e em seguida nas resinas.

3. **Tempo de polimerização e secagem (dias ou horas de secagem, na capela e na estufa):** Foi contabilizado, em dias, o tempo de secagem na capela e na estufa a 40°, de cada amostra, em todos os tratamentos.
4. **Corte para confecção dos blocos polidos e lâminas delgadas (rigidez)**: Neste parâmetro foi observada a rigidez e susceptibilidade ao corte, de cada amostra, em comparação com a amostra impregnada com a solução, podendo ser rígida ou não (flexível).
5. **Monitoramento do processo de reimpregnação (número de repetições):** No processo de reimpregnação foi feita uma média (com desvio padrão) com o número de vezes que cada amostra, de cada tratamento, necessitou de reimpregnação.
6. **Custos dos reagentes utilizados em cada tratamento:** Os custos foram calculados com base no volume gasto para impregnar cada amostra dos respectivos tratamentos. Neste cálculo, entram apenas valores das resinas, endurecedores e diluentes. Em todos os parâmetros as amostras dos tratamentos testados foram comparadas com as amostras da solução padrão.

3.11.2 Qualidade do produto obtido

1. **Quantificação dos poros não impregnados**: avaliação da qualidade da impregnação a partir do protocolo descrito no item **3.10**.
2. **Avaliação qualitativa das lâminas:** Os artefatos nas lâminas foram classificados a partir da adaptação da lista de artefatos (Tabela 2) proposta por Bullock, et al. (1985), pois alguns artefatos observados, não estão descritos no *Handbook*, já que o destaque foi para artefatos decorrentes da impregnação com as diferentes soluções impregnantes.

Tabela 2. Artefatos comuns em lâminas delgadas de solo.

Falha	Identificação
Bolhas de ar (colagem)	Bolhas em formato arredondado, variando de tamanho e números
Bolhas de ar (impregnação)	Bolhas em formato irregular, variando de tamanho e números
Pós abrasivos*	Poeira bem classificada (cor grafite)
Espessura da seção irregular	Quartzos com coloração variada
Riscos	Arranhões de espessuras e direções variadas
Quartzos arrancados e/ou fraturados	Material retalhado ou ausente
Cristalização	Material pontilhado ou fascicular observado nos poros (luz polarizada)

*Poeira: partículas com menos de 10 μm. Fonte: Adaptado de Bullock, *et al.*, 1985.

Além da lista de artefatos, a constância em que foram encontrados na área útil das lâminas, também foi classificada a partir da escala, também proporta no *Handbook* (Bullock, *et al.*, 1985) (Tabela 3).

Tabela 3. Frequência em que os artefatos foram classificados.

Frequência	
Muito dominante:	>70%
Dominante:	50-70%
Comum:	30-50%
Frequente:	15-30%
Pouco:	5-15%
Muito pouco:	<5%

Fonte: Adaptado de Bullock, *et al.*, 1985.

3.11.3 Natureza do material impregnante

1. **Odor (intensidade):** O odor foi determinado a partir da análise sensorial da autora, a partir da intensidade do cheiro dos materiais (resina + solvente) durante todos os processos desde a impregnação das amostras de solo, até a finalização da confecção dos blocos polidos e lâminas delgadas.
2. **Cor (translúcida na fase líquida e transparente após a cura):** A qualidade da cor foi determinada visualmente, a partir da semelhança entre as cores das soluções impregnantes testadas e a cor da solução padrão. Esses parâmetros foram realizados de maneira intrínseca, a partir da observação das amostras.

3.12 Análise dos dados

Os dados foram analisados a partir da avaliação da qualidade da impregnação na confecção dos blocos de solos. Os critérios utilizados para avaliar o procedimento de impregnação e obtenção dos blocos dos solos foram relacionados com os parâmetros relacionados ao método, a qualidade do produto obtido e a natureza do material impregnante. Dessa forma, a análise dos dados foi feita de forma qualitativa (observações) e todos os parâmetros foram avaliados de forma comparativa com o tratamento da solução padrão (P00/EST).

As lâminas delgadas e os blocos de solos foram observados no Laboratório de Microscopia do Departamento de Ciência do Solo da Esalq/USP, Piracicaba -SP. Foram analisados em microscópio petrográfico e lupa binocular Zeiss, ambos sob luz normal (LN) e polarizada (LP). A qualidade das lâminas foi determinada a partir da observação de artefatos (defeitos) mais comuns que possam interferir nas observações e descrições das mesmas, utilizando para identificação dos mesmos os critérios propostos por Bullock et al. (1985).

3.13 Análise de componentes pricipais (ACP)

A análise de componentes principais foi realizada utilizando o software XLSTAT v. 2014.5.03 composta pelas variáveis: cor, custo, odor, secagem, solubilidade do pigmento, reimpregnação e rigidez, agrupando as soluções (resinas/diluente) avaliadas nesse estudo de acordo com componentes principais às quais representam toda a variância das amostras por um número de componentes menor que o total de variáveis.

Uma vez que, a avaliação das características das resinas é dado qualitativo, para a construção dos vetores foram atribuídos valores numéricos para os seguintes resultados: insatisfatório = 1; satisfatório = 4; e muito satisfatório = 8.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Parâmetros relacionados ao método

4.1.1 Preparo das soluções impregnantes (volume gasto dos materiais)

O preparo das soluções impregnantes foi realizada a partir do ajuste da viscosidade de cada solução. Muitos estudos relatam que as adições de solventes, como acetona, auxiliam na redução da viscosidade da resina, permitindo uma melhor distribuição de cargas e, consequentemente, melhorando o processo de impregnação, porém ressalta-se a necessidade de identificar a quantidade ótima de solvente, isto é, mínima, de solvente a ser utilizada (LOSS et al., 2008; DONG et al., 2005).

Em geral, para todos os tratamentos com resina poliéster foi possível observar que, a acetona foi o solvente usado em menor quantidade (P00/ACE e P08/ACE), resultando em uma menor proporção de solvente/resina, seguido das diluições com álcool (P00/ÁLC e P08/ÁLC), sobretudo quando comparadas a solução do tratamento padrão (Figura 12).

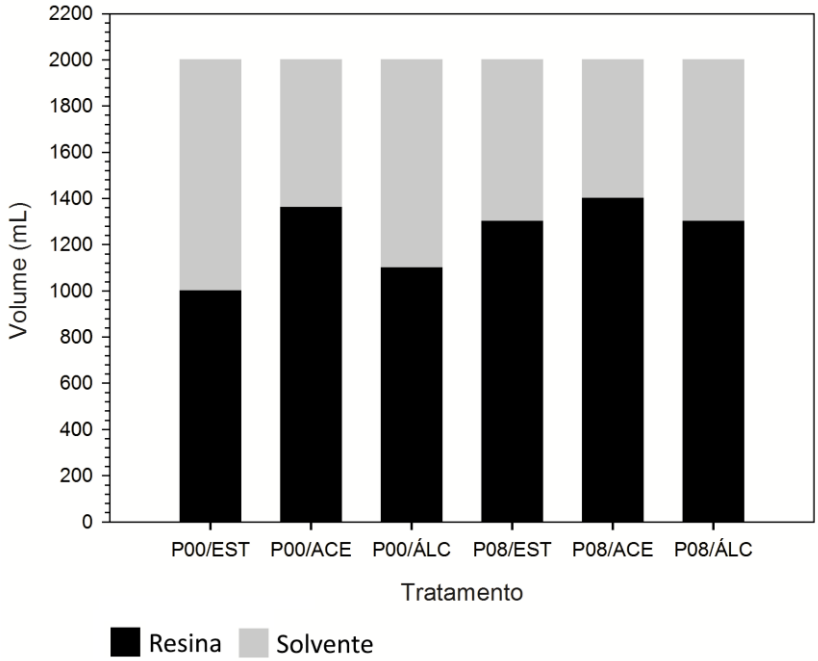

Figura 12. Quantidade de resina poliéster e diluentes utilizados na solução impregnadora por amostra. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool.

É possível observar que nos tratamentos com a resina Poliéster Arazyn 1.0#08 foi necessário adicionar menos solvente em relação ao tratamento padrão (P00/EST) e aos outros tratamentos da resina Poliéster Arazyn 1.0#00 (P00/ACE e P00/ÁLC). Embora, a única diferença entre a resina Poliéster Arazyn 1.0#00 e a resina Poliéster Arazyn 1.0#08, é a quantidade de estireno na composição, pois a primeira é considerada uma resina de média viscosidade (↓estireno) e a outra de baixa viscosidade (↑estireno), isto pois, as resinas de poliéster podem ser diluídas de 35-50% de volume de monômero de estireno (POILLUCCI; HANSEN, 2013).

Os volumes das soluções impregnantes dos tratamentos com resina poliéster (Figura 12) e resina epóxi (Figura 13) diferiram conforme o procedimento de impregnação descrito no item 3.3. Foi percebido que o volume gasto para impregnar uma amostra de solo com a resina poliéster é mais que o dobro (2L) do volume gasto na utilização da resina Epóxi com álcool (EP/ÁLC) (935 mL), por exemplo. O menor volume gasto comparando todos os tratamentos foi com EP/ACE (840 mL) (Figura 13).

Tais particularidades em relação ao volume gasto e o tipo de solvente irão influenciar diretamente nos custos de cada amostra impregnada e pincipalmente em relação à exposição a materiais muito tóxicos, como é o caso do estireno. Não houve variações em relação as texturas dos solos e o volume gasto em cada tratamento, ou seja, as diluições funcionaram de forma equivalente para os diferentes tipos de solos.

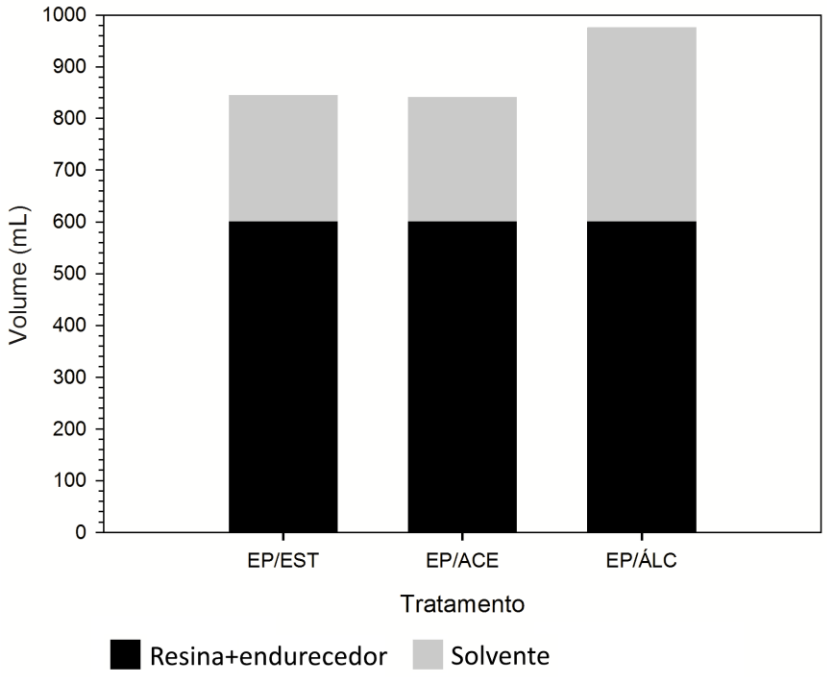

Figura 13. Quantidade de resina epóxi + endurecedor e diluentes utilizados na solução impregnadora por amostra. EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

Murphy (1986) também afirma que a resina epóxi não se mistura com acetona e álcool, porém novamente foi observado o oposto neste experimento. Isto pode ser algo relacionado à composição da própria resina, pois se sabe que um mesmo tipo de resina pode apresentar diferentes características dependendo para qual uso a mesma é destinada. Além disto, as resinas utilizadas atualmente são diferentes das resinas utilizadas em ensaios antigos, pois o mercado está sempre renovando e melhorando a qualidade dos materiais. Percebe-se isto, pois as resinas epóxi utilizadas atualmente não necessitam de aquecimento (70ºC), pois há indicação de um catalisador específico pelo fabricante.

De acordo com Loos *et al.* (2008) a adição de acetona pode diminuir a viscosidade de resinas epóxi em até 50%, isto devido o efeito solvatante (geram polímeros do tipo gel) do solvente com a epóxi, que faz as interações inter-cadeias enfraquecem, tornando-a mais flexível, em relação a resina poliéster. Isto foi observado, pois ao completar o processo de polimerização, a resina epóxi apresenta uma condição "flexível" (Figura 14), quando comparada as amostras com resina poliéster que ficam vítrea, independente do solvente usado na diluição.

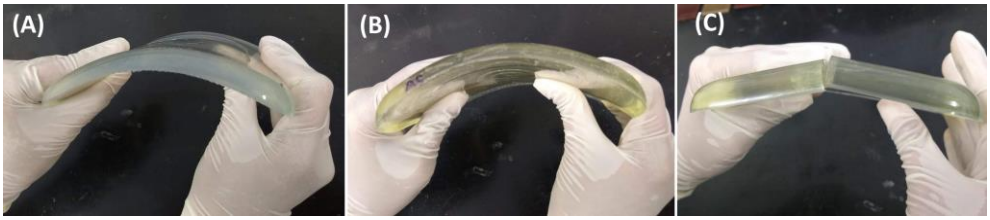

Figura 14. (A) Amostra de solução de resina epoxiglass 1504 com estireno; (B) Amostra de solução de resina epoxiglass 1504 com acetona; (C) Amostra de solução de resina epoxiglass 1504 com álcool etílico, apresentando fragilidade.

4.1.2 Solubilidade do pigmento fluorescente

O pigmento fluoresecente Tinopal OB é utilizado com a finalidade de destacar os poros dos solos, preenchidos com resina, quando submetidos a luz ultravioleta. Foi observado que o pigmento apresenta boa dissolução quando misturado ao estireno, porém não muito boa quando misturado a acetona e ao álcool (Figura 15).

Sabe-se que a acetona pode ser um diluente alternativo para a resina poliéster no preparo de soluções impregnantes de solo, pois os pigmentos são miscíveis na acetona (MURPHY, 1986). Todavia, com o pigmento utilizado neste teste, não foi possível observar o mesmo resultado. Mas, apesar do pigmento Tinopal não dissolver totalmente na acetona e ficar um pouco turva, ao ser misturado na resina fica transparente e completa a solubilização do mesmo.

Figura 15. Pigmento Tinopal dissolvido em monômero de estireno, acetona e álcool etílico.

A mistura do pigmento com álcool ficou turvo ao ser misturado ao pigmento e não diluiu por completo (Figura 17). Entretanto, diferentemente da mistura com acetona, ao ser misturado a resina não fica completamente transparente, apenas reduziu a turbidez (Figura 16). Além disto, mesmo com cuidado durante a mistura, a solução apresentou muitas bolhas (Figura 16).

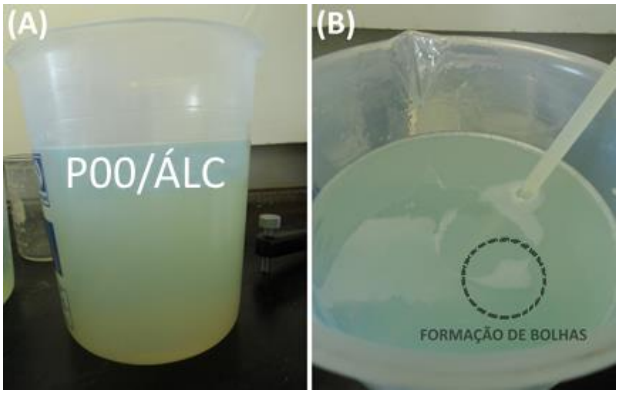

Figura 16. (A) Solução de resina poliéster Arazyn 1.0#00 e álcool etílico; (B) Solução apresentando bastante formação de bolhas.

Neste caso, ressalta-se que para os estudos micromorfométricos, o pigmento deve estar completamente diluído, pois devido à opacidade da solução, os espaços porosos podem ser subestimados nos blocos. Para os estudos micromorfológicos o pigmento também deve ser bem miscível para evitar presença de artefatos que atrapalhem na descrição morfológica das lâminas delgadas.

4.1.3 Tempo de polimerização e secagem

4.1.3.1 Resina poliéster Arazyn 1.0#00 e Arazyn 1.0#08

Em relação ao tempo de polimerização e secagem, não houve diferença dentre as classes de solo testadas variando em 13 dias, apenas entre os tratamentos. Dentre os tratamentos, o teste feito com P08/EST, apresentou o menor tempo de secagem e polimerização (30 dias), enquanto que o tratamento P00/ALC teve maior tempo (43 dias) (Figura 17).

Isso indica que dentre essas formas de tratamento, o método tradicional apresenta melhores resultados, no entanto, praticamente não houve diferença entre o método tradicional e o teste feito com P08/ACE (31 dias). Dessa forma, a acetona pode ser considerada um solvente alternativo ao tradicional em relação ao tempo de secagem.

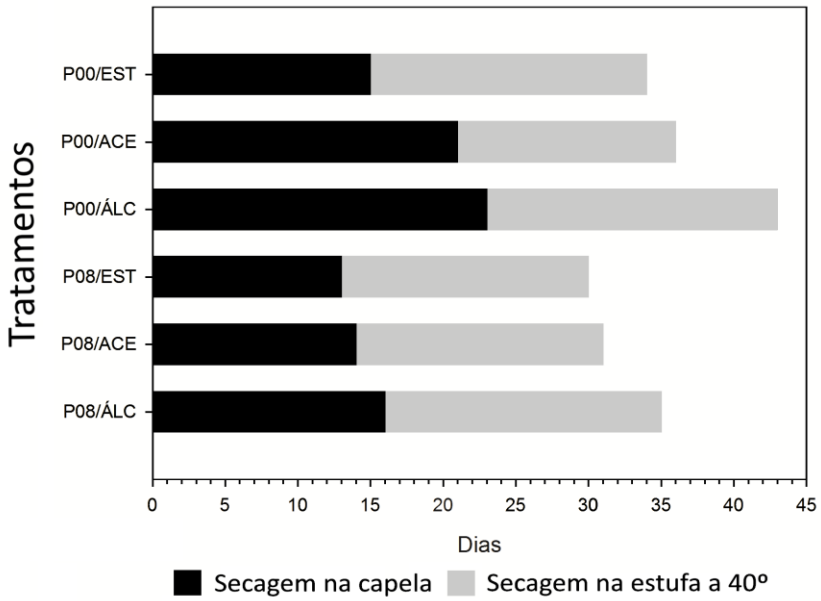

Figura 17. Tempo de polimerização das resinas poliéster Arazyn 1.0#00 e Arazyn 1.0#08. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool.

Estudos mostram que o uso de resinas poliéster na impregnação de solos de textura média, para confecção de blocos, tiveram um tempo total de secagem e polimerização entre 30-40 dias (SINGH *et al.*, 1990). Desse modo, não houve grande diferença dos resultados encontrados, em relação a outros ensaios utilizando a resina poliéster.

Como já é conhecido, as resinas poliéster contém estireno na composição, e a regulagem da cura ocorre pela ligação cruzada (ligações entre moléculas lineares produzindo polímeros tridimensionais com alta massa molar) das cadeias de poliéster mediante o estireno e é isto que torna a reação extremamente lenta, principalmente quando comparada à resina epóxi, podendo ser acelerada dependendo da quantidade de catalisador adicionado à solução (BOURNE, L. B., MILNER, F. J. M., 1962). O catalisador é o produto que conduz a polimerização das resinas e pequenas variações no volume do mesmo pode causar grandes diferenças no tempo de polimerização, dessa forma é importante respeitar os processos de misturas e quantidades indicadas (TIPPKOTTER, R.; RITZ, K., 1996).

O parâmetro de tempo de secagem foi basicamente o mesmo para todas as texturas em cada um dos tratamentos, isto indica que depende das características inerentes a cada resina e não das características de cada tipo de solo, empregado neste trabalho.

4.1.3.2 Resina Epoxiglass 1504

As resinas epóxi e acrílicas apresentam tempo de cura muito menor, quando comparadas a poliéster (Figura 18), pois levam questão de horas, devido à fixação por poliadição em vez de polimerização, que é um processo mais demorado (TIPPKOTTER E RITZ, 1996).

Esta característica pode ser considerada vantajosa para alguns pesquisadores, pois pode acelerar o processo de impregnação de amostras que atualmente é demorado, principalmente devido o tempo de espera para cura total da resina (PAULA, *et al.*, 1991). Entretanto, o curto tempo de polimerização pode interferir na penetração da resina em toda a amostra, caso o processo de impregnação não seja bem execultado, levando em consideração a eficiência do sistema a vácuo e a bomba, utilizados.

Paula *et al.* (1991) explica em seu experimento com resina Araldite que a mesma deve ser preparada nas quantidades recomendadas, pois a solução apresenta rapidez na polimerização e isto pode tornar o produto da reação esbranquiçado. Além disto, como foi aferida a viscosidade, quanto mais se demorar a utilizar a solução, mais solvente irá evaporar comprometendo a impregnação ou podendo endurecer antes de concluir a impregnação.

Neste caso, o resultado com a resina epóxi confirma claramente esta afirmação, pois apresentaram tempo de secagem em horas, chegando à cura total em no máximo 74 horas e 25 minutos, no caso do tratamento com EP/EST e tempo mínimo de 25 horas e 20 minutos para o tratamento com EP/ÁLC, seguida da EP/ACE, com 25 horas e 25 minutos. Além disso, não se observou variações do tempo de secagem da resina epóxi em relação aos tipos de solos, bem como na resina poliéster, pelos mesmos fatores.

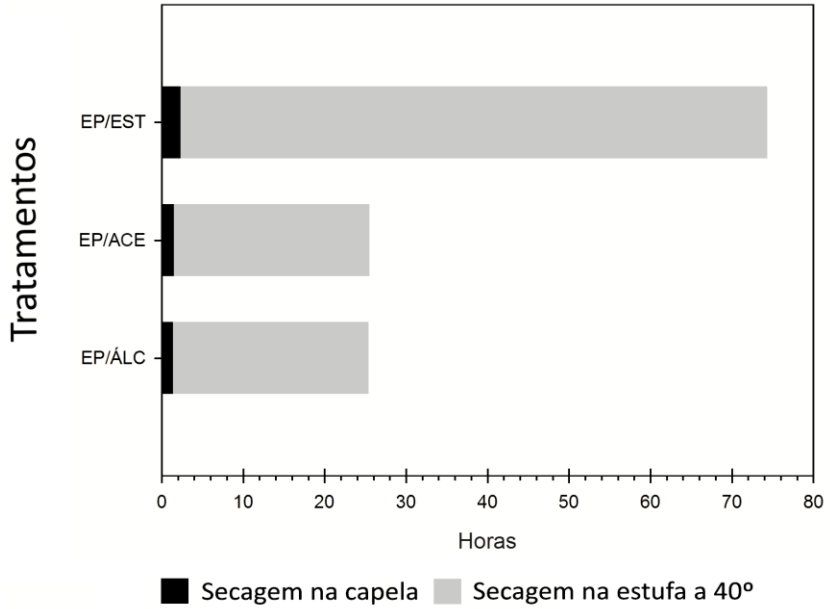

Figura 18. Tempo de polimerização das resinas Epoxiglass 1504. EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

Estudos mostram que deve haver cuidado para garantir que todo o solvente seja removido antes da cura, caso contrário pode ocorrer mudanças de natureza física e mecânica, mesmo sendo uma pequena quantidade de solvente deixada na matriz da resina (LOOS, *et al.*, 2008). Dessa forma, a presença dos solventes pode reduzir a resistência da resina epóxi. Mas, não foram encontrados trabalhos que tenham testado estireno ou álcool na diluição da resina epóxi, apenas acetona, porém pode-se acreditar que o mesmo pode ocorrer com, pois devido à rapidez do processo de endurecimento, não há como garantir que todo o solvente foi evaporado, entretanto isto não teve como ser avaliado neste estudo. Ainda que, o tempo de cura da resina epóxi seja muito curto para que o solvente evapore por completo, esta ainda pode ser considerada eficaz em impregnações de solos (TIPPKOTTER e RITZ, 1996).

Neste caso, o tratamento com EP/ÁLC, após a cura em estufa a 40ºC apresentou fragilidade e muitas rachaduras externas (Figura 19), deixando preservado apenas a área da amostra de solo impregnada e seca, tal problema ocasionou em uma perda significativa das bordas das amostras, pois a resina fragmentou. Pesquisas enfatizam a importância do endurecimento correto das resinas, pois rachaduras podem provocar alterações na estrutura, causar perturbação interna na amostra, gerar problemas durante o corte e mudanças na resistência mecânica do material impregnado (BREWER, 1964; MURPHY, 1986).

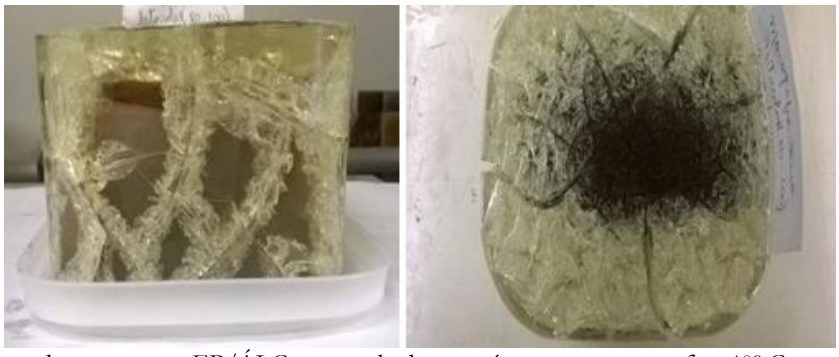

Figura 19. Amostras do tratamento EP/ÁLC com rachaduras após secagem na estufa a 40º C.

Ademais, em todos os tratamentos com a resina epóxi, foi observada reação exotérmica, chegando a uma temperatura de até 52ºC. A partir de testes, foi constatado que o tratamento de EP/EST só deve permanecer no vácuo após no máximo 15 minutos após a solução cobrir a amostra por completo, para que não haja produção de bolhas durante a polimerização (Figura 20). O calor extremo produzido pela polimerização pode causar tensão, alteração química e estrutural em solos impregnados, dessa forma a resina poliéster apresenta esta vantagem em relação a epóxi, pois não apresenta reação exotérmica, evitando qualquer alteração no produto final como a produção de artefatos (TIPPKOTTER e RITZ, 1996).

O tratamento EP/EST também apresentou baixa resistência a temperatura da estufa. Com isto, as amostras apresentaram rachaduras na parte externa (Figura 20), porém o bloco de solo impregnado ficou inteiro. Um teste foi realizado e a temperatura máxima para que isso não ocorra é de 37ºC.

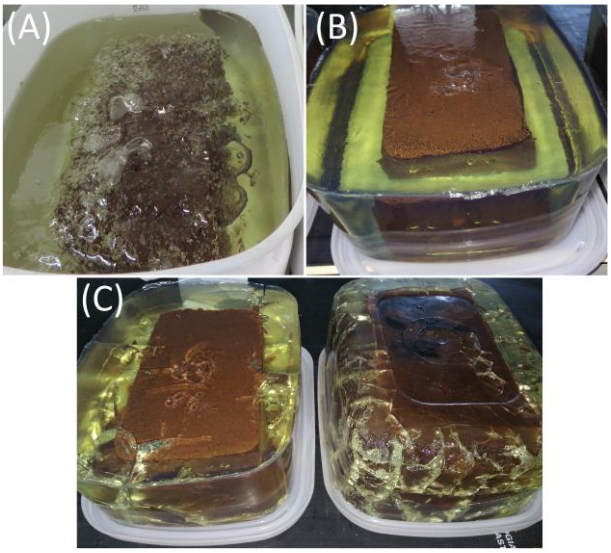

Figura 20. (A) Formação de bolhas decorrente da reação exotérmica; (B) Amostras secas na capela; (C) Amostras do tratamento EP/EST com rachaduras após secagem na estufa a 40º C.

4.1.4 Corte para confecção de blocos polidos e lâminas delgadas

Após a cura total das amostras, foram efetuados o corte para posterior confecção dos blocos polidos e lâminas delgadas. As resinas poliéster e epóxi podem ser utilizadas em impregnações de solos, pois após a cura, produzem blocos rígidos e resistência a diversos produtos químicos (MURPHY, 1986). Outros trabalhos afirmam que os materiais impregnantes devem ter excelente potência permeável e endurecer os solos, sem perturbar os poros do solo e deve ser resistente ao atrito no desbaste (KAWAI; OYAMA, 1962).

Os tratamentos com a resina poliéster, independente do solvente utilizado, apresentaram rigidez e boa resistência ao corte, inclusive quando comparadas à solução padrão (P00/EST). Entretanto, a resina epóxi manifesta características diferentes da resina poliéster, pois ao serem cortados, os blocos dos tratamentos EP/EST, EP/ACE e EP/ÁLC pareciam flexíveis (Figura 14), macios e produziam uma espuma branca onde havia somente solução de resina.

O tratamento EP/EST não apresentou boa impregnação, pois quando as amostras foram cortadas apresentaram odor muito forte de estireno e uma espécie de oleosidade, devido ao problema de mistura dos materiais, além disto, as amostras apresentaram friabilidade principalmente nas fatias do centro do bloco o que

causou perda de solo e isto pode comprometer as amostras (Figura 21). Não foram encontrados estudos de testes de resinas epóxi utilizando estireno.

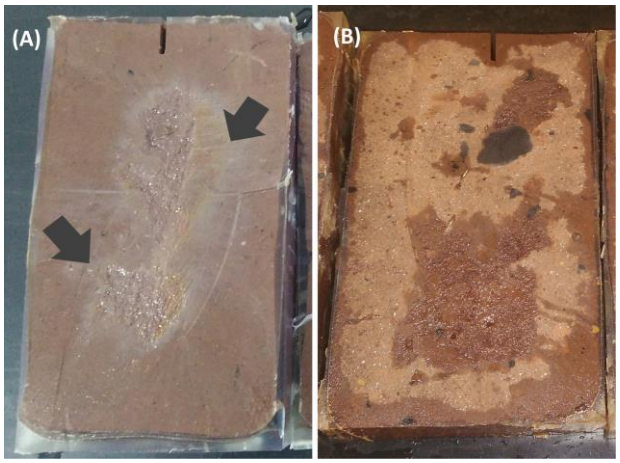

Figura 21. (A) Amostra do tratamento epóxi/estireno, molhada, apresentando "oleosidade"; (B) Amostra de solo com falha na impregnação, apresentando solo friável na fatia.

Em razão da resina precisar ser diluída, podem-se ter problemas para remover totalmente o solvente do centro do bloco antes que a camada externa endureça, e caso o solvente não seja totalmente removido, a amostra pode desenvolver fissuras após o corte do bloco (FITZPATRICK, 1984). Neste caso do tratamento EP/EST, não houve secagem total da amostra e isto causou friabilidade. Aparentemente os blocos continham estireno não volatilizado, pois além do cheiro forte, havia a oleosidade característica do mesmo.

Sabe-se que a formulação de resina de poliester se une com o componente de estireno imediatamente após a reação de condensação, isto evita a cristalização do componente polimérico, aumentando o tempo de validade da resina, por isso é dificil comprar um poliester comercial sem adição de monômero, desse modo trabalhos testando resina poliéster com monômero de estireno, são comuns, entretanto não foram encontrados trabalhos que relacionem a diluição da resina epóxi com estireno (POILLUCCI, R. A.; HANSEN, C. J., 2013).

Contudo, há estudos que utilizam resina epóxi com acetona. Tais pesquisas mostram que, a diluição da resina epóxi com acetona causa uma predisposição ao que os autores chamam de comportamento pseudoplástico, que diminui a taxa de cisalhamento (LOOS, *et al.* 2008). Isto pode estar relacionado ao fato da resina epóxi ter uma aparência mais flexível em relação à resina poliéster que apresenta uma característica vitrea, após a cura total. Esta diferença foi observada principalmente no momento do corte.

Além disto, o tratamento EP/ÁLC apresentou problemas de rachaduras, como dito anteriormente**,** causando dificuldade no corte em serra diamantada, no entanto, mesmo com este problema as amostras apresentaram boa aparência da impregnação onde o solo foi impregnado, sem rachaduras e apresentando rigidez, possibilitando a continuação dos processos de laminação e confecção de blocos e lâminas para análises.

De modo geral, os tratamentos com resina poliéster não apresentaram nenhuma diferença em relação à solução padrão no processo de corte. Já a resina epóxi, mesmo com a aparente fragilidade suportou o processo de corte sem alterar a amostra de solo. Diante disto, bem como em outros ensaios, há necessidade de mais estudos com resina epóxi em metodologias de impregnação de solos (TIPPKOTTER E RITZ, 1996).

4.1.5 Monitoramento do processo de reimpregnação

A reimpregnação é o processo de aprimoramento das amostras, antes dos acabamentos finais dos blocos ou colagem das lâminas delgadas. A quantidade de falhas na face do bloco indica se a impregnação foi eficiente ou não, e, além disto, se a impregnação for eficiente, na maioria dos casos, o número de vezes que há necessidade de reimpregnar reduz, bem como a área ou quantidade de poros que necessitam de reimpregnação.

Outro ponto observado neste estudo foi, devido a problemas de mistura de solução, como foi citado no item **4.3**, as amostras do tratamento de resina epóxi com estireno não ficaram completamente secas, independente do tempo que ficassem na estufa a 40º, dessa forma, apresentaram friabilidade e perda de material.

Nesses casos, devido à perda de solo, as amostras não podem ser preparadas para a reimpregnação como a metodologia indica, pois pode causar perda maior de material. Sendo assim, essas amostras devem ser levadas a estufa a 40ºC para secagem e reimpreganadas sem a fase de desbaste no rebolo. Somente após a primeira reimpregnação, é possível fazer o desbaste no rebolo e seguir com os procedimentos.

Nesta fase, foi analisado o número de vezes em que cada amostra necessitou ser reimpregnada, em cada tratamento. Foi realizada a média de vezes por tratamento e o desvio padrão (Tabela 4).

Sendo assim, foi observado que o tratamento P00/ÁLC (2,44 ± 0,50) apresentou praticamente o mesmo resultado em comparação com o tratamento padrão, P00/EST (2,44 ± 0,53), podendo ser considerado um resultado satisfatório. Mas, os tratamentos P08/EST (1,67 ±0,33), EP/ACE (1,89 ± 0,50) apresentou resultado melhor do que o tratamento padrão, demonstrando melhor eficiência nesta etapa (Tabela 4).

Tabela 4 - Valores médios de reimpregnações necessárias por tratamentos

Tratamento	Número de reimpregnações	
	Média	Desvio Padrão
P00/EST	2.44	0.53
P00/ACE	2.00	1.20
P00/ÁLC	2.44	0.50
P08/EST	1.67	0.33
P08/ACE	3.22	0.33
P08/ÁLC	2.33	0.71
EP/EST	3.33	0.53
EP/ACE	1.89	0.50
EP/ÁLC	2.11	1.00

P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

Os tratamentos que apresentaram os piores resultados foram EP/EST (3.33 ± 0,53), P08/ACE (3,22 ± 0,33), EP/ÁLC (2,11 ± 1,0) e P08/ÁLC (2,33 ± 0,71), respectivamente. Esta etapa geralmente é um pouco demorada, por isso caso não seja eficiente pode atrasar o andamento do restante dos processos.

Porém, não significa que o número de vezes necessárias para alcançar um resultado satisfatório neste processo esteja diretamente ligado a qualidade da impregnação. Isto porque, em amostras que há presença de muitos poros pequenos na face do bloco, normalmnte são mais difíceis de serem preenchidos durante a reimpregnação,

dessa forma, pode-se ter uma área de poros não preenchidos pequena, mas que dá um pouco mais de trabalho para reimpregnar, devido a quantidade de poros.

Nestes resultados também foi feita a comparação entre as texturas do solo (Tabela 5), porém estará mais detalhado no item **4.2.1**, com os resultados dos poros não preenchidos.

Tabela 5. Valores médios de reimpregnações necessárias em cada tratamento, por textura de solo

Tratamento	Número de reimpregnações					
	LVAd		LVd		Rqo	
	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio
P00/EST	2,33	0,58	2,33	0,58	2,67	0,58
P00/ACE	2,00	0	2,67	0,58	1,33	0,58
P00/ÁLC	2,67	0,58	2,67	0,58	2,00	0
P08/EST	1,33	0,58	2,00	0	1,67	0,58
P08/ACE	3,67	1,15	4,00	1,00	2,00	0
P08/ÁLC	2,00	0	2,67	0,58	2,33	0,58
EP/EST	4,00	0	4,00	0	2,00	0
EP/ACE	2,00	0	2,00	0	1,67	0,58
EP/ÁLC	2,00	0	2,33	0,58	2,00	0

P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

Observa-se que, no LVAd os tratamentos que apresentaram melhores resultados foram P08/EST (1,33 ± 0,58), P00/ACE (2,00 ± 0), P08/ÁLC (2,00 ± 0), EP/ACE (2,00 ± 0), EP/ÁLC (2,00 ± 0), pois a média do número de vezes que foi realizado a reimpregnação foi inferior a média da solução padrão (P00/EST), de 2,33 ± 0,58. Ainda para o LVAd, os tratamentos que apresentaram os piores resultados foram P08/ACE (3,67 ± 1,15) e EP/EST (4,00 ± 0). Já no LVd, os melhores resultados foram observados nos tratamentos P08/EST (2,00 ± 0), EP/ACE (2,00 ± 0) e EP/ÁLC (2,33 ± 0,58), sendo este ultimo com o mesmo valor da solução padrão. Para o LVd, os piores resultados apareceram nos tratamentos P08/ACE (4,0 ± 1,0) e EP/EST (4,00 ± 0), assim observa-se que para estes dois solos o tratamento com a resina epóxi mais estireno apresentou uma dificuldade maior para se concluir esta etapa de reimpregnação (Tabela 5).

Diferentemente dos Latossolos, no RQo o tratamento EP/EST (1,67 ± 0,58) não está entre os piores resultados, inclusive o pior tratamento para este solo foi com o P00/EST (2,67 ± 0,58), que é a solução padrão (Tabela 5). Isto não significa que este tratamento apresentou uma impregnação insuficiente, pois neste caso, a área de poros não impregnados foi pequena, entretanto apresentou poros arredondados muito pequenos, que dificulta a penetração da solução durante a reimpregnação (Figura 32), isto está descrito no item **4.2.1**.

É extremamente difícil, independente da textura dos solos, que não haja necessidade de reimpregnação. A textura do solo é a proporção relativa das partículas de areia, silte e argila (KER, *et al.*, 2012). Dessa forma, influencia bastante no momento do desbaste do rebolo, pois, por exemplo, o solo muito argiloso apresenta menos resistência e mais rapidez nesse processo, devido ao tamanho das partículas, já o solo arenoso, apresenta mais resistência ao desbaste, por ter artículas maiores em maior quantidade.

4.1.6 Custos dos reagentes utilizados em cada tratamento

O preço comercial das resinas e solventes foi cáculado para comparação de qual tratamento apresenta o melhor custo/benefício, pois a análise micromorfologica é relativamente cara e demorada, dessa forma, além da substituição do estireno, tentar aperfeiçoar outras variáveis, como tempo e custos são também importantes.

Para isso, está descrito na Tabela 6 o valor somente das resinas, considerando o número de amostras empregadas. Todas as resinas necessitam de catalisadores, porém variam em quantidade e tipo. A resina epóxi já é vendida com o endurecedor (catalisador) indicado pelo fornecedor, dessa forma, foi calculado para a resina epóxi incluindo o mesmo. Além disto, em comparação com o catalisador utilizado no laboratório de rotina, para a resina poliéster, o preço do endurecedor da resina epóxi é muito mais caro, dessa forma, deve entrar no cálculo.

Tabela 6. Valores totais de resinas utilizadas nas impregnações.

	Quantidade de Resinas			
	Poliéster # 00	Poliéster # 08	Epoxiglass +	Endurecedor
Número de amostras	27	27	27	27
Preço (R$/kg)	24,17	23,3	36,00	94,4
Quantidade utilizada (kg)	37,36	38,8	14,1	3,96
Valor Total (R$)	902,99	904,04	881,424	

Devido ao fato da resina epóxi necessitar de aproximadamente metade de solução para impregnar uma amostra, quando comparada a poliéster, o preço total de resina gasta foi menor do que a da resina poliéster #00 e #08, considerando o mesmo número de amostras.

Porém, isto não significa que a resina epóxi é mais barata, pois mesmo usando menos da metade (14,1 Kg) de resina para 27 amostras, o preço é quase compatível com o da resina poliéster para o mesmo número de amostras, mesmo que utilizando mais do que o dobro de resina epóxi (37,36 Kg). Isto porque o quilograma da resina epóxi (R$ 36,00/Kg) somando o endurecedor (R$ 94,4/Kg) é quase o dobro mais caro que a poliéster #00 (R$24,17/Kg) e #08 (R$23,3/Kg) (Tabela 6). Esta é uma das desvantagens da resina epóxi, pois ela é bem mais cara do que a resina poliéster.

Em relação aos solventes, o que apresentou um custo mais baixo foi o estireno, inclusive esta é uma das vantagens do mesmo, o baixo custo. O preço do litro da acetona é mais caro que do álcool, mas neste estudo, devido a quantidade utilizada, o valor final a acetona (R$ 434,7) apresentou foi um pouco mais baixo em comparação ao álcool (R$ 444,25) (Tabela 7).

Tabela 7. Valores totais de solventes utilizadas nas impregnações.

Quantidade de Solventes			
	Estireno	Acetona	Álcool etílico
Número de amostras	27	27	27
Preço (R$/L)	17,9	35,00	25,00
Quantidade utilizada (L)	17,05	12,42	17,77
Valor Total (R$)	305,195	434,7	444,25

Levando em consideração o custo de cada amostra por tratamento observa-se que os mais caros foram com resina poliéster diluídos em acetona e álcool (P00/ACE, P00/ÁLC; P08/ACE, P08/ÁLC). Por outro lado, os tratamentos com resina epóxi mostraram custos/amostra reduzidos, sendo o EP/EST o mais barato de todos os tratamentos. Dentre as resinas poliéster, o tratamento P08/EST foi o mais barato, pois a resina #08 (R$23,3/Kg) e o estireno são os materiais mais baratos. Estes fatores podem influenciar na escolha dos reagentes (Figura 22).

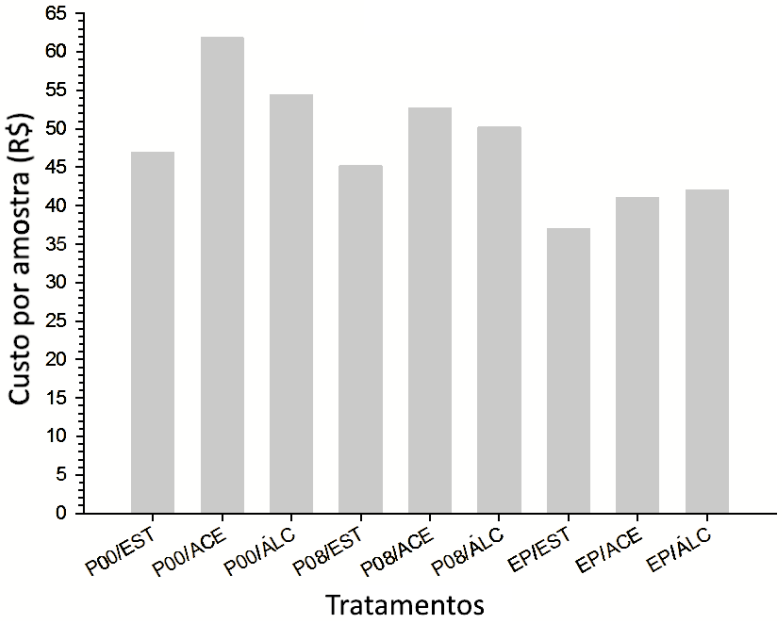

Figura 22. Custos das soluções impregnantes por amostra. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

4.2 Qualidade do produto obtido

4.2.1 Quantificação dos poros não preenchidos: Qualidade da impregnação

A quantificação dos poros não preenchidos foi realizada seguindo o protocolo descrito no item **3.10**. Os poros reimpregnados foram dividos em arredondado, alongados e complexos, além da classificação por tamanho de

poro em cada categoria, em pequeno, médio e grande. A partir desta observação será possível aferir qual tratamento de resina/solvente apresentou maior eficiência na impregnação, em cada textura de solo estudada.

Nota-se que no LVd, os tratamentos que apresentaram melhor resultado, ou seja, teve menor área de poros reimpregnados foram P08/ÁLC (ATP=0,18%), EP/ACE (ATP=0,22%), P08/ACE (ATP=0,25%), respectivamente (Figura 23). O tratamento P00/ÁLC (ATP=0,49%) apontou semelhança em relação ao padrão P00/EST (ATP=0,46%), inclusive apresentam poros dos tipos arredondados, alongados e complexos e tamanhos variados (Figura 23). Os tratamentos com os piores resultados para LVd foram observados nos tratamentos P08/EST (ATP=2,95%), P00/ÁLC (ATP=2,04%), EP/EST (ATP=1,86%) e EP/ÁLC (ATP=0,73%), respectivamente (Figura 23). Todos estes tratamentos apresentam todos os tipos de poros e em todos os tamanhos presentes, mas sempre com predominância de poros arredondados de tamanhos pequenos e médios (Figura 23).

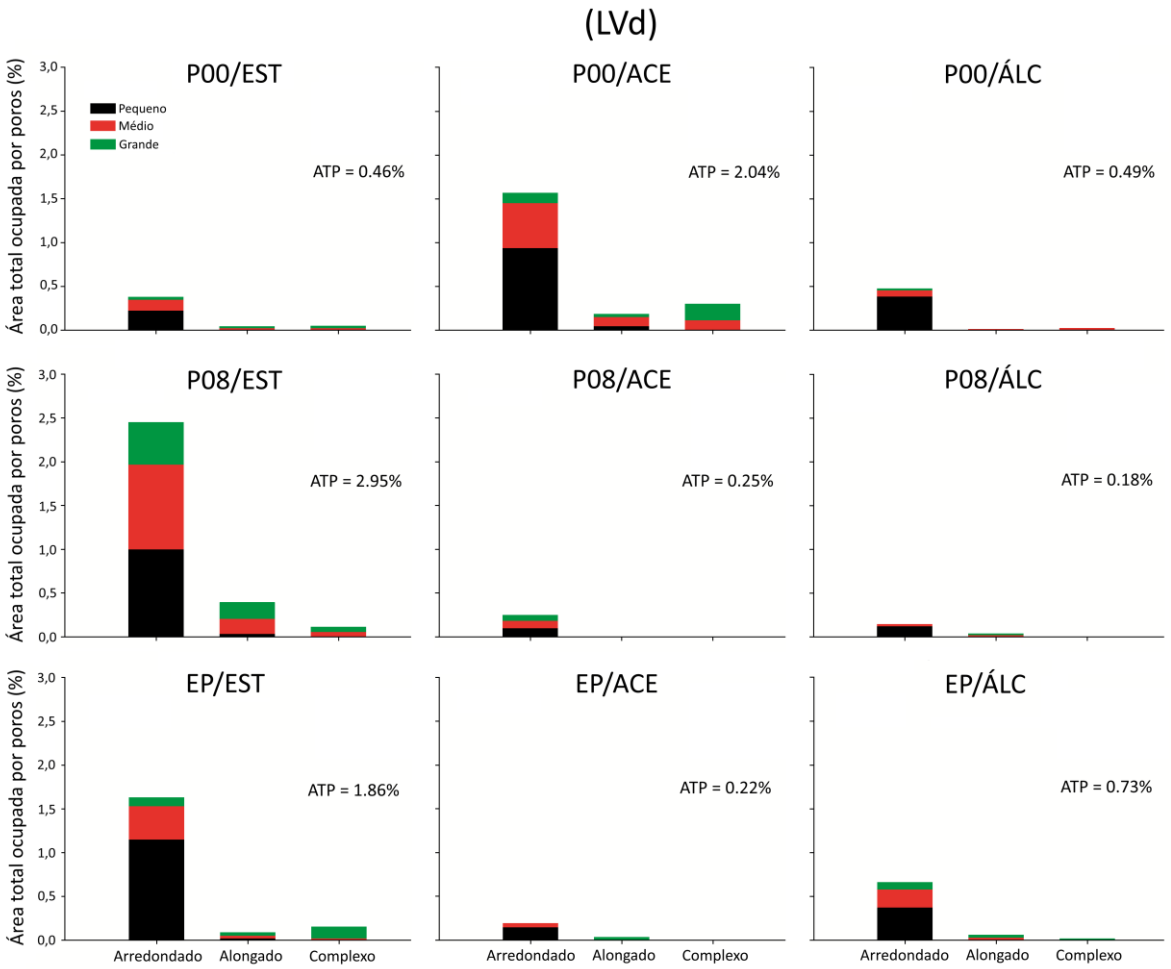

Figura 23. Quantificação dos poros não preenchidos no LVd. ATP: ATP: Área total de poros reimpregnados. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

O solo LVAd, apresentou resultado parecido ao LVd em relação aos tratamentos, exibindo diferenças numéricas, mas da mesma ordem de grandeza. Os tratamentos que apresentaram melhor resultado, ou seja, tiveram menor área de poros reimpregnados comparados com a solução padrão, foram P08/ÁLC (ATP=0,09%), P08/ACE (ATP=0,14%), EP/ACE (0,19%;) e EP/ÁLC (0,37%), respectivamente (Figura 24). Bem como anteriormente

(Figura 23), os poros predominantes são os arredondados, pequenos e médios (Figura 24). A excessão foi o tratamento EP/ÁLC, que apresentou todos os tipos de poros, podendo observar que o tipo de poro predominante neste tratamento é do tipo arredondado de tamanho pequeno e médio (Figura 24). Estes tratamentos apresentaram resultados melhores do que o apresentado pelo tratamento padrão P00/EST (ATP=0,49%), que além de uma área total de poros maior, apresentou contribuição relativa dos poros arredondados (pequeno, médio e grande), alongados (médio) e complexos (grande e médio) (Figura 24).

Os tratamentos que apresentaram os piores resultados para o LVAd, comparados com o tratamento padrão, foram P00/ÁLC (ATP=2,23%), EP/EST (ATP=1,91%), P00/ACE (ATP=1,31%) e P08/EST (ATP=1,16%) (Figura 24), onde todos expõem todos os tipos de poros e em todos os tamanhos, bem como para o solo anterior. Os tratamentos que apresentaram maior quantidade de poros complexos foram P00/ÁLC e EP/EST.

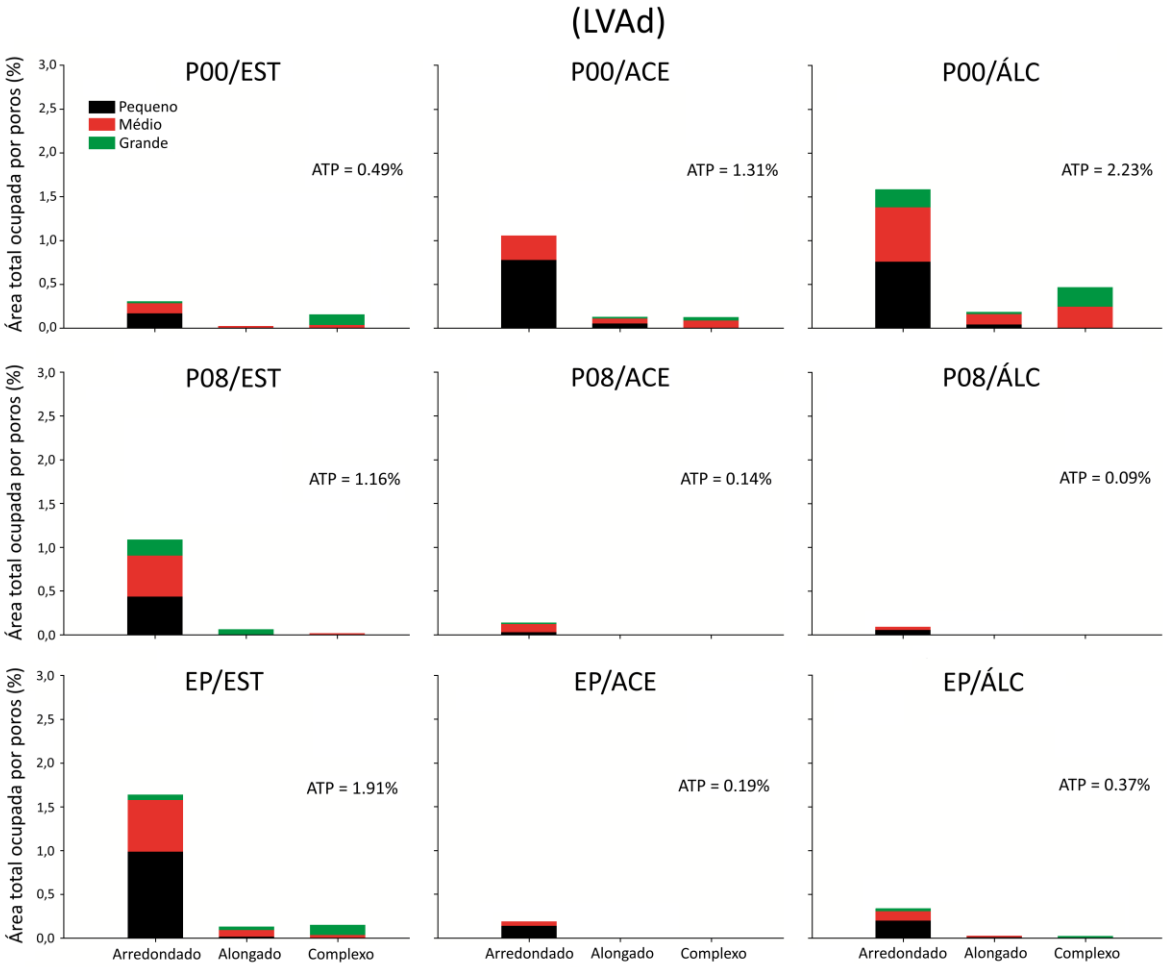

Figura 24. Quantificação dos poros não preenchidos no LVAd. ATP: Área total de poros reimpregnados. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

Com relação ao solo RQo, o mesmo distingue-se pouco, em relação aos demais. A diferença é basicamente numérica, mas os tratamentos apresentaram novamente comportamentos similares. Entretanto, o tratamento com solução padrão P00/EST apresentou o melhor resultado, pois apresentou uma ATP = 0,12% e

presença de somente poros arredondados, pequenos e médios, correspondendo o menor valor dentre os três tipos de solos em qualquer combinação de resina/diluente (Figura 25).

Os melhores resultados, após o tratamento padrão foram nos tratamentos P08/ACE (ATP=0,5%) e P08/ÁLC (ATP=0,4%), respectivamente. Estes solos incluíram basicamente poros arredondados (Figura 25). Com isso, constata-se que independente do tipo de solo estes tratamentos compeenderam as melhores impregnações, pois apresentou menor área, essencialmente um tipo de poro (arredondado) e menores tamanhos de poros reimpregnados (pequenos > médios).

Dessa maneira, podemos afirmar que a dificuldade em reimpregnar bem algumas amostras, não está diretamente relacionada com a qualidade da impregnação, pois estes tratamentos (P08/ACE e P08/ÁLC) não apresentaram eficiência no processo de reimpregnação (Tabela 4). A explicação para esta observação é que os poros muito pequenos e arredondados presentes na superfície dos blocos são difíceis de serem preenchidos com uma camada superficial de resina, pois a própria solução tem dificuldade de penetrar, devido à ausência de vácuo.

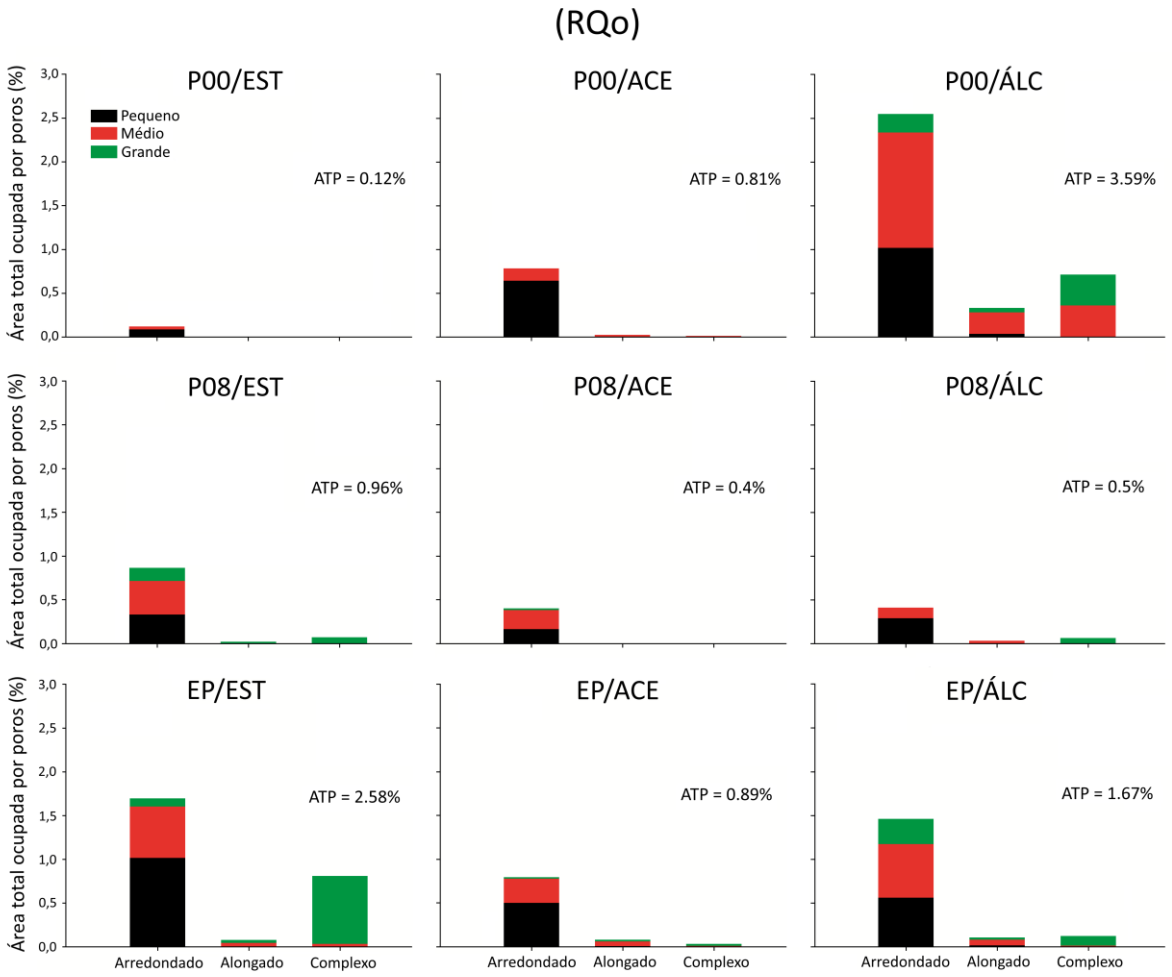

Figura 25. Quantificação dos poros não preenchidos no RQo. ATP: Área total de poros reimpregnados. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

Pode-se considerar que o tratamento EP/ACE também apresentou resultado satisfatório na impregnação dos três tipos de solos, sendo melhor para o LVAd e LVd, inclusive no número de vezes que necessitou ser reimpregnado até apresentar total preenchimento dos poros (Figura 23 e 24).

Os melhores resultados, comparados ao tratamento padrão, foram parecidos para as três texturas de solo, sendo estes os tratamentos P08/ACE, P08/ÁLC e EP/ACE. Os piores resultados, ou seja, os tratamentos que apresentaram maior ATP, também apresentaram similaridade entre os solos, ocorrendo no P08/EST e EP/EST.

Neste caso, pode-se considerar o tratamento EP/EST foi mais insatisfatório para todos os solos, pois apresentou ineficiência na impregnação (Figura 21), como foi confirmado na quantificação e tipificação dos poros, além de ter sido o pior tratamento em eficiência de reimpregnação (Tabela 4). Para o RQo, o tratamento P00/ÁLC mostrou-se com maior área de poros não preenchidos, em comparação com todos os outros solos. Contudo, apresentou resultado satisfatório para os Latossolos.

4.2.1.1 Relação entre poros não impregnados e área ocupada no bloco polido

As figuras 23, 24 e 25 geram informações a cerca do número de poros em função da largura (diâmetro) e forma (arredondado, alongado e complexo) do solo dos perfis de LVd, LVAd, e RQo, respectivamente.

No LVd a distribuição dos poros mostra que o tratamento EP/EST apresentou o maior NTP (10645), com muitos poros arredondados, seguidos de complexos e alongados. Nota-se que há poros de todos os tipos (arredondados, alongados e complexos) e estes estão em maior número em tamanhos menores (40-800 μm), ocupando uma área considerável, isto significa novamente que há baixa qualidade na impregnação, além de prejudicar a rapidez da reimpregnação (Tabela 5). A P00/ACE (NTP=8830) e P08/EST (NTP=6803) apresentaram resultados semelhantes ao EP/EST. O tratamento com P00/ÁLC (NTP=7078) também apresenta área representativa de todos os tipos de poros, porém em tamanhos menores (40-800 μm) (Figura 26).

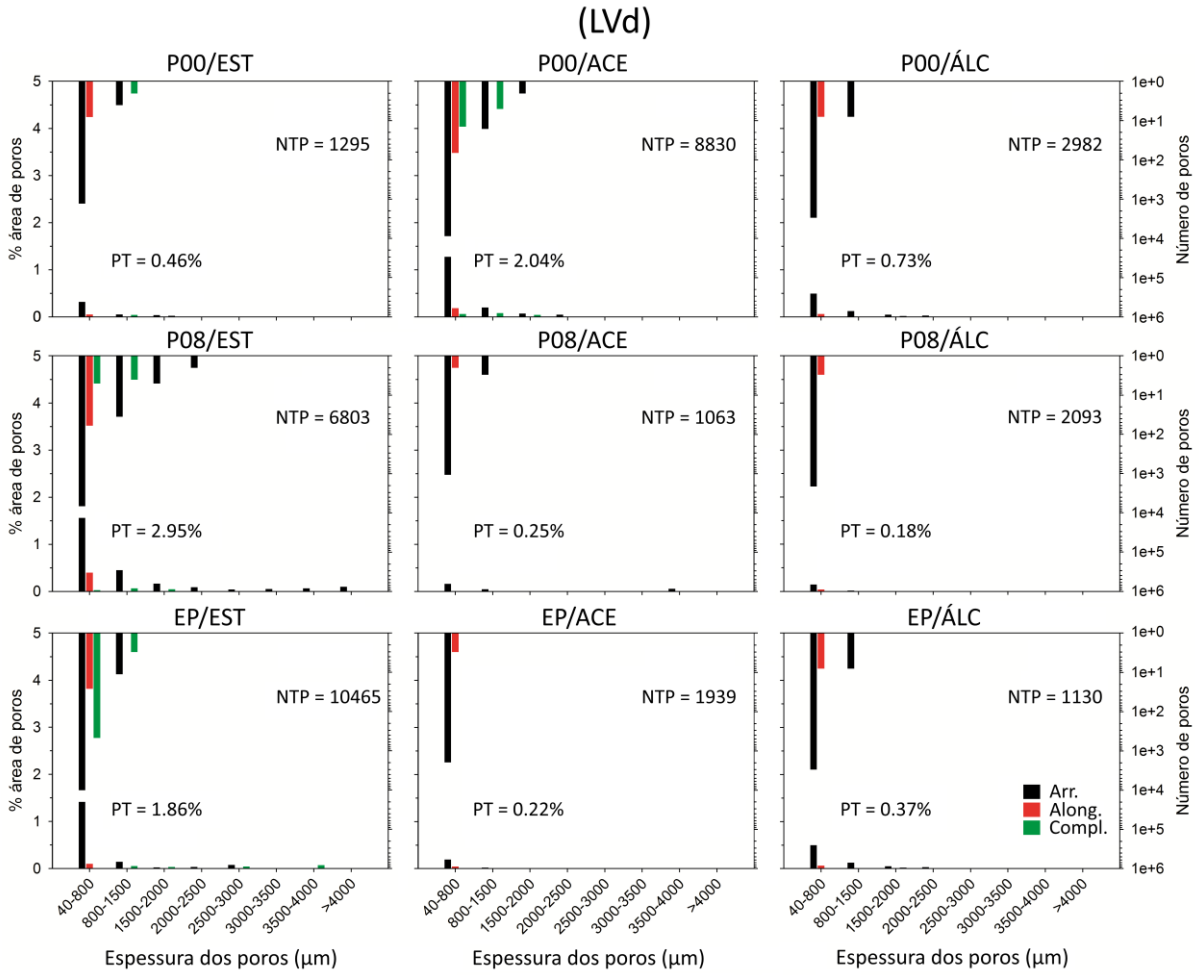

Figura 26. Distribuição do número de poros e área dos poros não preenchidos no LVd. PT: Porosidade total reimpregnada; NTP=Número total de poros reimpregnados. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

Os melhores resultados foram novamente em concordância com os dados de quantificação dos poros não preenchidos (Figura 23). Dessa forma, os tratamentos com menor NTP foram P08/ACE (1063), EP/ACE (NTP=1939) e P08/ÁLC (NTP=2093), apresentando dominância de poros arredondados e poucos alongados, sem poros complexos, em pequenos diâmetros (40-800 µm). Observa-se que o único tratamento que foi melhor que o padrão para este solo foi o P08/ACE (Figura 26). Porém, a reimpregnação deste solo no tratamento P08/ACE apresentou um dos piores resultados para a análise de reimpregnação. Isto pode ser justificado pela abundancia de poros arredondados e pequenos, que como já dito, dificulta o processo de reimpregnação.

E em concordância com os resultados para poros reimpregnados o tratamento P00/ACE (Figura 24), com o maior número de NTP (7751), apresentou muitos poros arredondados, em pequenos diametros (40-800 µm), isto pode explicar o fato deste tratamento para este tipo de solo ter apresentado um pouco de dificuldade na reimpregnação (Tabela 5) (Figura 27). A distribuição dos poros para o LVAd (Figura 27), no tratamento P00/ÁLC mostra que a PT (2,23%) e NTP (6464) foram mais elevadas, com presença de poros complexos ocupando uma pequena área, porém com poros arredondados e principalmente complexos em tamanhos maiores (2500 até >4000 µm), em relação a todos os tratamentos para este solo, e isto pode indicar baixa qualidade da impregnação. Além

disso, também esclarece o fato de ter sido reimpregnado menos vezes, isto pois, o tamanho e tipo de poros facilitaram a penetração da solução na reimpregnação.

Os tratamentos EP/EST (7017) e P08/EST (3560) também apresentaram NTP elevado, porém número reduzido de poros complexos e incremento de poros arredondados, comparando com o tratamento padrão. O tratamento com EP/EST apresentou maior complexidade no processo de reimpregnação, como foi demonstrado na Tabela 5, pois há um grande número de poros pequenos (40-800 μm), ocupando uma grande área, o que dificulta a penetração da solução durante a reimpregnação (Figura 27). Este resultado também certifica os resultados de poros não preenchidos no LVAd (Figura 27), para os tratamentos P08/ACE (NTP=156), P08/ÁLC (NTP=293), EP/ACE (833) e EP/ACE (NTP=1130), com NTP menores quando comparados ao tratamento padrão (NTP=1547). Para P08/ACE e P08/ÁLC há apenas presença de poros arredondados, em pequenas áreas, de acordo com os resultados apresentados na Figura 27. Nos tratamentos EP/ACE e EP/ÁLC houve um incremento de poros alongados. Dessa forma os tratamentos P08/ACE, P08/ÁLC, e EP/ACE mostram os resultados mais satisfatórios para a impregnação de LVAd.

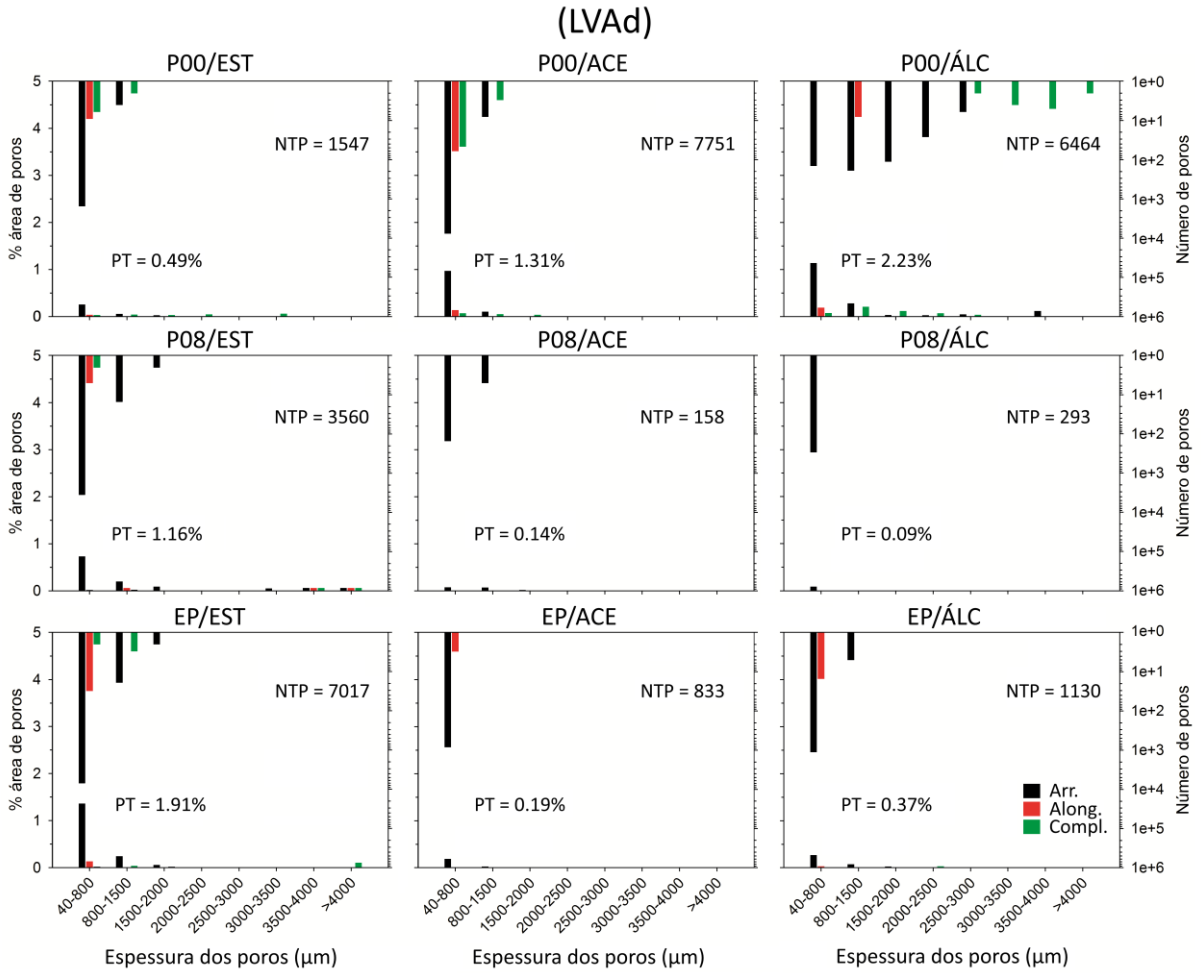

Figura 27. Distribuição do número de poros e área dos poros não preenchidos no LVAd. PT: Porosidade total reimpregnada; NTP=Número total de poros reimpregnados. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

No RQo, o NTP foi menor no tratamento P08/ACE, representando melhor resultado para este solo, havendo apenas poros arredondados ocupando uma área considerável, com poros de menor diâmetro (40-800 μm). Este foi o melhor tratamento em relação à solução padrão (NTP=736), que também só apresentou poros arredondados, pequenos (40-800 μm) e em uma área praticamente igual, ao tratamento citado anteriormente. Neste caso, o número de vezes as amostras desse solo necessitaram de reimpregnação não foi insatisfatório, pois dentro da fase do diâmetro dos poros menores (40-800 μm), este solo provavelmente tem poros maiores dentro desta faixa, devido o tamanho das partículas.

Ainda em comparação com o tratamento padrão, outros tratamentos também apresentaram resultados satisfatórios, como o P08/ÁLC (NTP=1425) e EP/ACE (NTP=3055), com presença de poros arredondados e alguns poros alongados, sendo a maioria com pequeno diâmetro (40-800 μm) (Figura 28). Inclusive, o tratamento com EP/ACE apresentou um dos melhores resultados para reimpregnação no RQo (Tabela 5).

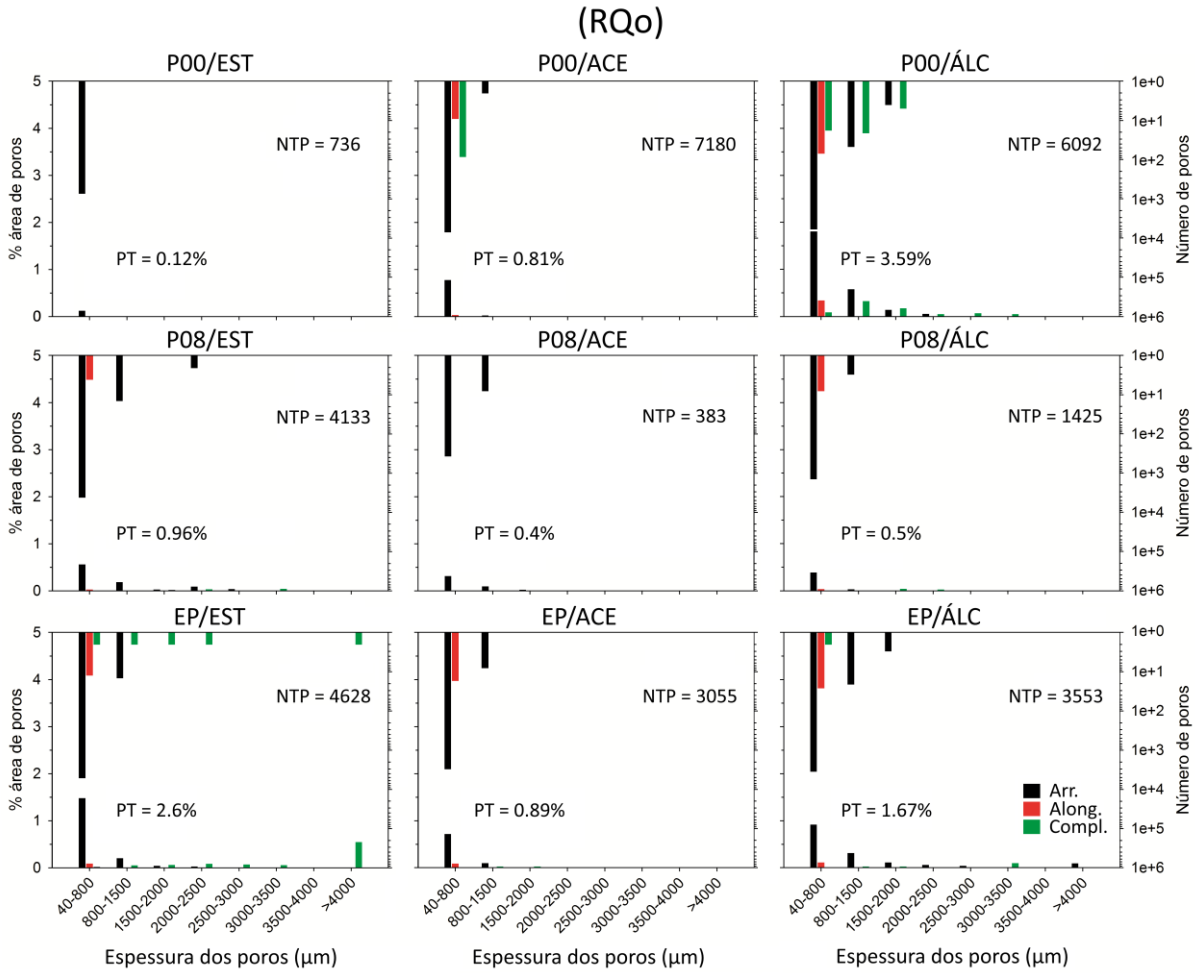

Figura 28. Conectividade Distribuição do número de poros e área dos poros não preenchidos no RQo. PT: Porosidade total reimpregnada; NTP=Número total de poros reimpregnados. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

Os piores resultados na distribuição do número e área de poros foram P00/ÁLC (NTP=6092; PT=3,59) com presença de muitos poros arredondados, em diâmetros variados (40-2000 μm) seguidos pelos poros alongados

pequenos com diâmetro menor (40-800 μm) e complexos em uma menor área, porém em diâmetros maiores (40-2000 μm) (Figura 28). Novamente, nos dados de reimpregnação este tratamento não apresentou resultado insatisfatório, provavelmente devido a presença de poros maiores, facilitando a penetração da solução.

Os tratamentos EP/EST, P00/ACE e P08/EST não apresentaram resultados satisfatórios, para os três tipos de solos. No tratamento EP/EST há uma grande área de poros arredondados menores (40-800 μm) e uma área moderada com tamanho um pouco maior (800-1500 μm), porém apesar de uma pequena área de poros complexos, o tamanho varia bastante, podendo ser observados na maior faixa de diâmetro (>4000). Diante disso, observa-se uma condição favorável a reimpregnação, devido o tamanho dos poros, por isso o tratamento com EP/EST apresentou o melhor resultado na reimpregnação deste solo. Entretanto, deve-se levar em consideração que o parâmetro de número de vezes que foi reimpregnado nada tem haver com a qualidade da impregnação, pois quanto mais poros em tamanhos maiores que não foram impregnados, menor foi a eficiência da solução impregnadora em preencher estes poros por capilaridade através da frente de molhamento e auxílio de vácuo (Figura 28).

4.2.2 Avaliação qualitativa das lâminas: Artefatos

Na confecção das lâminas, foi possível concluir todas as etapas do processo, com todos os tratamentos testados até a espessura de 30 μm, sem dificuldades no andamento do preparo, sem descolamentos ou apresentar qualquer outro problema. Apenas notou-se que as lâminas confeccionadas com a resina epóxi exigiram um pouco mais de delicadeza, até mesmo para evitar perdas, pois devido à sua característica física ter ficado um pouco flexível após a secagem, poderia não ter resistência suficiente à abrasão. Contrariando Tippkotter e Ritz (1996), que afirmam não ser possível confeccionar seções delgadas de solo com resina epóxi. Porém, o fato de terem sido produzidas, não há garantia da qualidade descritiva das lâminas, pois foi realizado apenas o levantamento dos artefatos e não a descrição micromorfológica.

Nesta etapa, as lâminas foram observadas em microscópio óptico Scope.A1, da marca Zeiss, com câmera AxioCam MRc acoplada, onde foi realizado um levantamento dos tipos de artefatos presentes e a freqüência dos mesmos na área total das lâminas, dos diferentes tratamentos, testados nos diferentes solos.

No levantamento dos artefatos que poderiam ser encontrados nas lâminas, estão os originados pelo processo de confecção, como as bolhas de ar, sujeira e espessura acima dos 30 μm; e os artefatos originados pelas resinas e suas misturas com os diluentes, como as bolhas de impregnação, riscos causados pela fragilidade do material ao desbaste, quartzos quebrados ou arrancados, cristalização e rachaduras.

No solo LVd, observou-se que as bolhas de ar referentes aos artefatos na impregnação, foi signifcativa no tratamento EP/EST e P08/EST, pois os demais estavam próximos ao resultado da solução padrão (Tabela 8). A resina epóxi também apresentou problemas de riscos e rachaduras, nos tratamentos EP/ACE e EP/ÁLC, onde nas demais combinações não foram identificadas. A cristalização, que foi a nomenclatura utilizada para cristalizações de coloração branca, do tipo fasciculadas ou pontilhadas, presentes na luz normal ou luz polarizada, foi observada em frequencia dominante a muito dominante em basicamente todos os tratamentos, com excessão do padrão e P00/ACE (Tabela 8). Nesta textura de solo, houve dificuldade em observar artefatos do tipo bolhas, quartzos arrancados e/ou fraturados, por conta da matriz do solo, porém mesmo com as dificuldades foi possível encontrar alguns artefatos.

Nas lâminas do LVAd, foi observado que alguns artefatos que podem ser de natureza das resinas (bolhas de ar de impregnação, quartzos arrancados e cristalização), os tratamentos P00/ÁLC, P08/EST, P08/ACE,

P08/ÁLC, EP/EST e EP/ACE e EP/ÁLC apresentaram frequencia de comum (30-50%) a muito dominante (>70%) em pelo menos uma das categorias de artefatos (Tabela 9). Os artefatos causados pelas bolhas de ar, com origem na impregnação, foram mais evidentes nos tratamentos EP/EST e EP/ACE, assim como os quartzos arrancados e/ou fraturados (Tabela 9). No caso da cristalização, estava pouco presente no tratamento P00/EST e P00/ACE, sendo encontrada com abundância no restante dos tratamentos, principalmente os com resina epóxi, incluse nos quartzos (Tabela 9). Algumas lâminas apresentaram rachaduras, porém somente nos tratamentos EP/ACE e EP/ÁLC (Tabela 3). Devido o tipo de matriz do solo, foi possível observar melhor os artefatos nos poros e nos quartzos presentes nas lâminas.

No RQo foi observado pouca diferença comparando as lâminas da solução padrão às lâminas dos outros tratamentos com resina poliéster, onde as lâminas do tratamento padrão apresentaram frequencia relativamente alta de artefatos, em alguns parâmetros observados (pó abrasivo e cristalização) (Tabela 10). Coma resina epóxi, todos os tratamentos apresentaram alta frequencia de artefatos, com exceção de riscos e rachaduras. Já as bolhas de ar decorrentes de artefatos na impregnação, são dominantes nas lâminas dos tratamentos com epóxi, independente do solvente utilizado.

Tabela 8 - Avaliação dos artefatos observados para cada tratamento na impregnação da amostra LVd.

Artefatos	LVd								
	P00/EST	P00/ACE	P00/ÁLC	P08/EST	P08/ACE	P08/ÁLC	EP/EST	EP/ACE	EP/ÁLC
	Frequência								
Bolhas de ar (colagem)	5-15%	15-30%	<5%	30-50%	15%	<5%	50-70%	15-30%	5-15%
Bolhas de ar (impregnação)	5-15%	5-15%	<5%	30-50%	<5%	<5%	50-70%	15-30%	15%
Pós abrasivos	15-30%	15-30%	5-15%	15-30%	15-30%	5-15%	15-30%	15-30%	15-30%
Espessura da seção irregular	30%	<5%	15%	5-15%	50-70%	30-50%	<5%	15-30%	15-30%
Riscos	<5%	<5%	5-15%	0	0	0	5-15%	<5%	5-15%
Quartzos arrancados e/ou fraturados	0	0	0	0	0	0	5-15%	50-70%	30-50%
Cristalização	30-50%	30-50%	50%	50-70%	50-70%	70%	>70%	70%	70%
Rachaduras	0	0	0	0	0	0	0	30-50%	15-30%

<5%: Muito pouco; 5-15%: Pouco; 15-30%: Frequente; 30-50%: Comum; 50-70%: Dominante; >70%: Muito dominante. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

Tabela 9– Avaliação dos artefatos observados para cada tratamento na impregnação da amostra LVAd.

Artefatos	LVAd								
	P00/EST	**P00/ACE**	**P00/ÁLC**	**P08/EST**	**P08/ACE**	**P08/ÁLC**	**EP/EST**	**EP/ACE**	**EP/ÁLC**
	Frequência (%)								
Bolhas de ar (colagem)	15-30%	15-30%	<5%	5-15%	50%	30-50%	50-70%	30-50%	15-30%
Bolhas de ar (impregnação)	5-15%	15-30%	<5%	15%	30-50%	30%	50-70%	50-70%	5-15%
Pós abrasivos	50%	50-70%	5-15%	30-50%	50-70%	50-70%	>70%	70%	15-30%
Espessura da seção irregular	30-50%	15-30%	15%	5-15%	50-70%	30-50%	30-50%	50-70%	30-50%
Riscos	5-15%	15-30%	5-15%	0	0	0	0	<5%	<5%
Quartzos arrancados e/ou fraturados	0	0	0	0	5-15%	30-50%	70%	50-70%	30-50%
Cristalização	5-15%	15-30%	50%	30-50%	50-70%	50%	>70%	>70%	70%
Rachaduras	0	0	0	0	0	0	0	30-50%	30-50%

<5%: Muito pouco; 5-15%: Pouco; 15-30%: Frequente; 30-50%: Comum; 50-70%: Dominante; >70%: Muito dominante. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

Tabela 10 – Avaliação dos artefatos observados para cada tratamento na impregnação da amostra RQo.

Artefatos	RQo								
	P00/EST	**P00/ACE**	**P00/ÁLC**	**P08/EST**	**P08/ACE**	**P08/ÁLC**	**EP/EST**	**EP/ACE**	**EP/ÁLC**
	Frequência (%)								
Bolhas de ar (colagem)	30-50%	5-15%	5-15%	5-15%	50%	30-50%	15-30%	15-30%	50-70%
Bolhas de ar (impregnação)	30%	30-50%	5-15%	30-50%	15-30%	15%	50-70%	50-70%	50-70%
Pós abrasivos	50-70%	50-70%	30-50%	50%	50%	50-70%	>70%	>70%	70%
Espessura da seção irregular	30-50%	15-30%	15-30%	5-15%	30-50%	30-50%	15-30%	30-50%	30-50%
Riscos	<5%	5%	0	0	0	0	5%	0	0
Quartzos arrancados e/ou fraturados	5-15%	<5%	0	5-15%	5-15%	5-15%	5-15%	5-15%	5-15%
Cristalização	50%	50-70%	15-30%	50%	15-30%	50%	>70%	70%	>70%
Rachaduras	0	0	0	0	0	0	0	30-50%	0

<5%: Muito pouco; 5-15%: Pouco; 15-30%: Frequente; 30-50%: Comum; 50-70%: Dominante; >70%: Muito dominante. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

Nas lâminas do RQo foi possível observar mais facilmente os artefatos presentes nos quartzos, pois devido a sua granulometria, este solo apresenta uma maior resistência durante o processo de confecção das lâminas e consequentemente pode ser áspera ao acabamento. Assim, caso a resina não seja resistente ou a impregnação não tenha sido satisfatória, muito material pode ser perdido ou danificado, como aconteceu nas lâminas com a resina epóxi.

É possível perceber que as bolhas de ar decorrentes da impregnação são frequentes, independente do tipo de solo, nos tratamentos com resina epóxi. Porém, há uma dominância maior dessas bolhas no tratamento EP/EST, EP/ACE e EP/ÁLC (Figura 29), que provavelmente está relacionado com a reação exotérmica produzida durante a polimerização, fabricando muitas bolhas. Como a polimerização acontece em um período de tempo rápido, provavelmente não é possível eliminá-las por completo.

As bolhas de ar de colagem se diferenciam das bolhas de ar de impregnação devido ao formato, pois as bolhas de colagem são esféricas, bem arredondadas e ficam escuras na luz polarizada, pois a cola utilizada não permite passagem da luz e podem ser encontradas em qualquer lugar da lâmina. As bolhas de impregnação não apresentam formato definido e geralmente são visualizadas em poros, carvões e raízes.

De modo geral, as lâminas dos tratamentos com a resina poliéster apresentaram melhor qualidade em relação às da resina epóxi. Principalmente porque as lâminas confeccionadas com a resina epóxi apresentaram muitos artefatos no quesito resistência do processo de confecção, tais como a perda ou quebra da fração grossa, ou seja, o fato da resina não ficar com aspecto vítreo e sim flexível, pode favorecer a fragilidade e reduzir a fixação da fração grossa na matriz do solo impregnado (Figura 29). Devido a isso, FitzPatrick (1984) e Murphy (1986) enfatizam que as resinas utilizadas para confecção de lâminas delgadas de solo devem ficar rígidas em blocos para serem resistentes a todo o processo de desbaste até que alcancem uma espessura de 30 μm.

Além disto, os tratamentos com resina apresentaram algo que foi denominado de cristalização, que puderam ser observadas nos poros e em alguns casos no material grosso. Esta cristalização poderia ser observada em luz polarizada com a resina poliéster, porém com menos freqüência. Entratanto, na resina epóxi foi possível observar este fenômeno incluve na luz normal, do tipo pontilhada e fasciculada, formando "redes" que se interligavam na área da lâmina (Figura 29).

Outro ponto observado foi que as lâminas da resina epóxi, independente do tipo de solvente, apresentaram menos fluorescência em comparação com as lâminas da resina poliéster. Inclusive na resina epóxi diluída com estireno, onde o pigmento apresenta boa missibilidade, teve a fluorescência comprometida. Isto pode estar relacionado ao fato da resina epóxi não se misturar muito bem ao estireno, mas seriam necessárias outras análises específicas dos materiais para confirmação. A fluorescência das lâminas impregnadas com resina poliéster foi normal, mesmo quando diluídas em acetona ou álcool e apesar do problema relacionado à dissolução do pigmento Tinopal OB.

Comparativamente, os solos apresentaram alguns resultados semelhantes. O artefato denominado de cristalização apareceu em frequência similar, nas três texturas de solos, em basicamente todos os tratamentos, incluindo o tratamento padrão. No caso das bolhas de impregnação, foi observado semelhança entre os solos nos tratamentos P00/ÁLC e EP/EST. Já os quartzos arrancados ou com fratura foram observados com maior dominância nos tratamentos com resina epóxi, independente do tipo de solo.

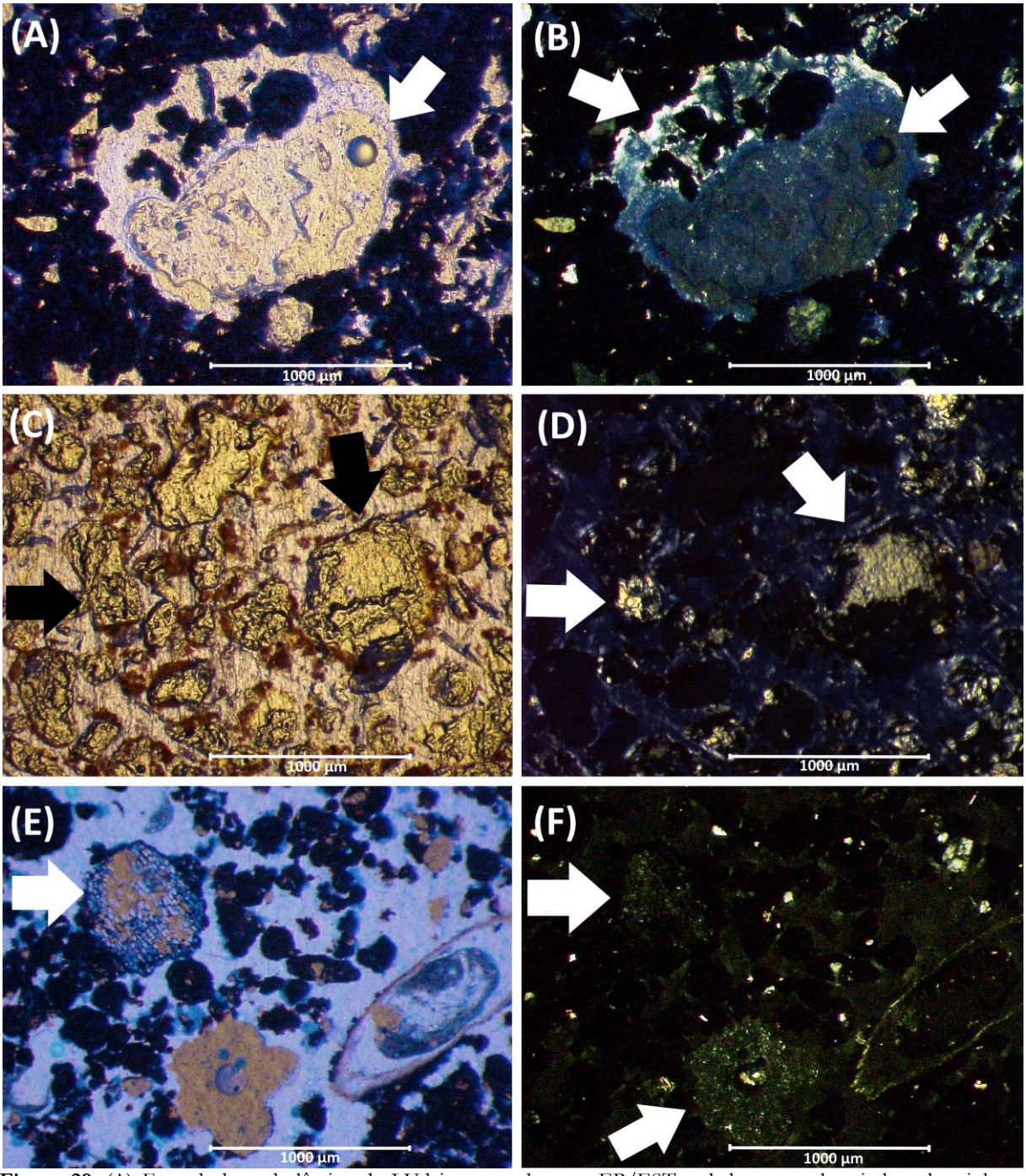

Figura 29. (A) Foto de lupa da lâmina de LVd impregnado com EP/EST, sob luz normal mais luz ultravioleta, mostrando presença de bolha de colagem; (B) Foto de lupa da lâmina de LVd impregnado com EP/EST, sob luz polarizada mais luz ultravioleta, mostrando presença de bolha de colagem e de cristalização nas bordas dos poros; (C) Foto de lupa da lâmina de RQo impregnado com EP/ÁLC, sob luz normal mais luz ultravioleta, mostrando quartzos fraturados; (D) Foto de lupa da lâmina de RQo impregnado com EP/ÁLC, sob luz polarizada mais luz ultravioleta, mostrando quartzos fraturados apagados e um pouco de cristalização ao redor dos quartzos e poros; (E) Foto de lupa da lâmina de LVAd impregnado com P00/ACE, sob luz normal mais luz ultravioleta, mostrando artefatos de impregnação em carvão e bolha de colagem; (F) Foto de lupa da lâmina de LVAd impregnado com P00/ACE, sob luz polarizada, mostrando cristalização do tipo pontilhada nas artefatos de impregnação;

4.3 Natureza do material impregnante

4.3.1 Propriedades organolépticas

Em relação ao odor das soluções durante a sua preparação para impregnação, todos os tratamentos da resina poliéster apresentaram cheiro forte e irritante a mucosa, devido a presença de odor característico do estireno, isto ocorre pois, como já se sabe, as resinas poliéster são fornecidas como uma mistura de poliéster mais monômero (BOURNE, L. B., MILNER, F. J. M., 1962).

Neste experimento foi possível notar uma diferença de intensidade, no qual nos tratamentos com a resina Poliéster Arazyn 1.0#00 diluida com acetona e álcool, houve redução do odor característico do estireno em relação principalmente ao tratamento com a resina Poliéster Arazyn 1.0#08 e estireno (P08/EST) seguido da resina Poliéster Arazyn 1.0#00 e estireno, pois os mesmos apresentam porção maior de estireno na mistura, considerando o que está contido na resina mais o que é misturado para diluição. A intensidade do odor é notada em todos os processos, desde a impregnação das amostras, até a confecção dos blocos e lâminas.

A resina epóxi só, não apresenta nenhum odor forte, pois a mesma não contém estireno em sua composição, porém, quando a mesma é diluida com o estireno (EP/EST) para redução da viscosidade, apresenta um odor muito forte e as observações realizadas mostram que os dois materiais não se misturam muito bem, pois fica uma solução com aspecto "oleoso". Entretanto, nos tratamentos com a resina Epóxi/Acetona (EP/ACE) e Epóxi/Álcool (EP/ÁLC) não apresentaram nenhum odor forte e/ou irritante à mucosa, somente o cheiro característico dos solventes e mesmo assim era muito pouco notável, pois como todos os solventes são voláteis, o preparo das soluções foi realizado em capela de exaustão.

4.3.2 Cor na fase liquida e após a cura

A cor das resinas é uma propriedade importante, pois para este tipo de trabalho, devem ser transparentes e acromáticos (MURPHY, 1986). Entretanto, quando é adicionado o pigmento Tinopal OB, a resina tende a ficar com um tom azulado e quando sólida uma leve coloração bege, mas isto não compromete a avaliação dos blocos e lâminas.

Dessa forma, comparando com o tratamento padrão todos apresentaram resultados satisfatórios mesmo com algumas variações. Os blocos com epóxi, quando curados, apresentaram transparência, porém com uma coloração marrom claro, apenas um tom mais escuro que as amostras impregnadas com resina poliéster (Tabela 11). Mesmo com coloração diferente da resina poliéster, foi possível avaliar todos os blocos e lâminas impregnados com a resina epóxi, com estireno, acetona e álcool, apesar da qualidade ser questionável.

Em relação a coloração das soluções associada à miscibilidade do pigmento, as soluções feitas com o estireno como solvente (P00/EST, P08/EST e EP/EST) apresentaram coloração bege, com translucidez. Contudo, nas soluções em que foram utilizados acetona e álcool (P00/ACE, P00/ÁLC, P08/ACE, P08/ÁLC, EP/ACE e EP/ÁLC) para diluição do pigmento, apresentaram um pouco de opacidade da solução quando líquida, devido menor solubilidade nestes solventes, independente do tipo de resina. Após secas, as amostras dos tratamentos com resinas poliéster apresentaram transparência e pouca coloração bege.

Já os tratamentos EP/ACE e EP/EST apresentaram coloração âmbar quando secas, o que prossivelmente é uma característica inerente à própria resina e não a mistura, bem como o aspecto flexível

comentado acima. No caso da EP/ÁLC, não foi possível observar mudança de coloração, a mesma continuou em tons amarelados/âmbar.

4.4 Síntese da avaliação dos parâmetros de qualidade das resinas

Foi realizado um levantamento qualitativo tocante as soluções impregnadoras (resina + diluente), para isto, levaram-se em consideração algumas especificações consideradas ideais para um bloco de solo impregnado e rígido. Para isto, foram observados fatores como odor, cor na fase líquida e sólida e a resitência ao corte (Tabela 11 e 12).

O odor foi avaliado pela exposição de trabalho, que faz referência ao estireno (padrão), que por ser um hidrocarboneto aromatizado, apresenta um odor muito forte e tóxico (FiT, 2016). Sabe-se que as resinas poliéster têm em composição o estireno, no entanto, mesmo diluída com acetona ou álcool, ainda apresenta odor considerado moderado, de estireno (Tabela 11).

Dessa maneira, os tratamentos com epóxi diluída em acetona e álcool apresentaram melhor resultados em relação ao odor. Isto, pois, trabalhando em capela com exaustão, não houve percepção de nenhum odor durante todo o processo de impregnação, apresentando bons resultados na redução da toxicidade (Tabela 11).

Tabela 11. Parâmetros qualitativos avaliados nos tratamentos.

Tratamentos	AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DE QUALIDADE DAS RESINAS+DILUENTES			
	Odor	Cor (fase líquida)	Cor (fase sólida)	Corte
P00/EST	Forte	Translúcida/ azulada	Transparente/ bege	Rígido
P00/ACE	Moderado	Translúcida/ azulada	Transparente/ bege	Rígido
P00/ÁLC	Moderado	Translúcida/ azulada	Transparente/ bege	Rígido
P08/EST	Forte	Translúcida/ azulada	Transparente/ bege	Rígido
P08/ACE	Forte	Translúcida/ azulada	Transparente/ bege	Rígido
P08/ÁLC	Forte	Translúcida/ azulada	Transparente/ bege	Rígido
EP/EST	Forte	Translúcida/ bege	Transparente/ bege	Flexível/ Craquelado
EP/ACE	Ausente	Translúcida/ bege	Transparente/ marrom	Flexível
EP/ÁLC	Ausente	Translúcida/ bege	Transparente/ bege	Flexível / Craquelado

P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

Em comparação com o tratamento padrão, todos apresentaram resultados satisfatórios em relação a coloração, mesmo com diferenças na tonalidade nos tratamentos com resina epóxi.

Em relação ao corte, como explicado no item **4.1.4** os tratamentos com epóxi apresentaram aspecto flexível, porém com excessão da EP/ACE, os demais que apresentaram fraturas ou perda da resina remaneceste das fatias, contudo isso não impossibilitou o corte do bloco rígido em fatias menores.

Os solventes também foram avaliados isoladamente e o odor foi novamente qualificado. Novamente, o estireno foi o que apresentou odor mais forte. A acetona e álcool apresentam odor característico, porém com o uso da capela de exaustão ficou praticamente imperceptível (Tabela 12).

Tabela 12. Parâmetros qualitativos avaliados nos solventes.

Solventes	AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DE QUALIDADE DOS SOLVENTES	
	Odor	Solubilidade do pigmento
Estireno	Forte	Alta solubilidade
Acetona	Muito fraco	Média solubilidade
Álcool	Muito fraco	Baixa solubilidade

A solubilidade do pigmento Tinopal OB foi mais satisfatória com o estireno, porém isto pode ser ajustado com redução da quantidade, a partir de testes para determinar uma quatidade ideal em soluções com outros solventes. O maior problema com a redução da missibilidade do pigmento é a presença de grânulos do mesmo que podem ser observados nas lâminas e isto pode atrapalhar a avaliação da mesma.

4.5 Análise de componentes principais (ACP)

A partir da desta análise foi possível avaliar a melhor opção de solução impregnadora, levando em consideração as características qualitativas das resinas + diluentes de acordo com os parâmetros indicados para o rocesso de impregnação: custo, cor, tempo de secagem, resistência ao corte (Rigidez), número de reimpregnações, odor e solubilidade do pigmento (Tabela 11 e 12).

A partir da ACP pode-ser observar a formação de dois componentes principais: F1 = Tempo de secagem, custo, cor e rigidez ao corte; F2 = Solubilidade do pigmento, odor e reimpregnação. Dessa forma, os tratamentos com resina epóxi apresentaram bons resultados em relação ao custo dos materiais, tempo de cura, odor e reimpregnação (número de vezes comparadas com base na solução padrão) (Figura 30) indicando que esse tratamento é adequado e rápido para a confecção de blocos, no entanto, apesar dos resultados positivos da ACP a qualidade em relação confecção de lâminas delgadas de solo não foi satisfatória devido às avaliações dos artefatos das lâminas, os tratamentos com resina epóxi não se mostraram convincentes.

Além disso, a redução do uso do estireno na solução impregnante, nos tratamentos EP/ACE e EP/ÁLC comparados à solução padrão, indicam uma menor exposição à toxicidade no processo de impregnação de amostras de solo (Figura 30). Porém, ressalta-se que o tratamento EP/EST não apresentou bons resultados, além de cura,

tempo de cura e solubilidade do pigmento, pois o mesmo apresentou problemas graves de impregnação citados anteriormente, além do deficiente resultado final das lâminas delgadas (Figura 30).

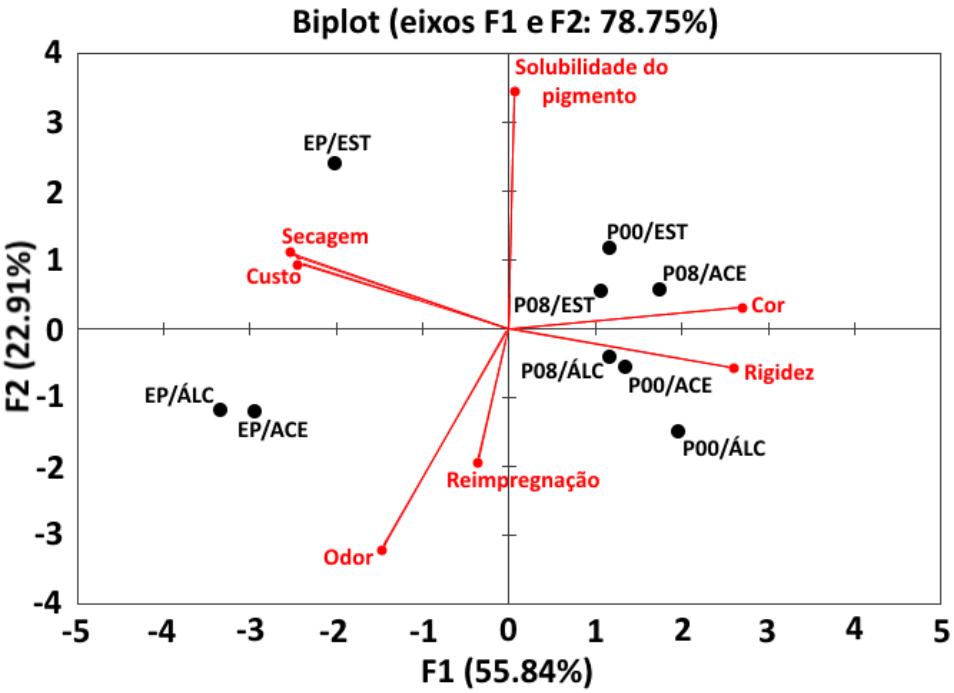

Figura 30. Análise dos componentes principais das soluções impregnadoras de solo. P00/EST: Poliéster Arazyn 1.0#00/Estireno; P00/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#00/Acetona; P00/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.00/Álcool; P08/EST: Poliéster Arazyn 1.0#08/Estireno; P08/ACE: Poliéster Arazyn 1.0#08/Acetona; P08/ÁLC: Poliéster Arazyn 1.08/Álcool; EP/EST: Epóxi+endurecedor/Estireno; EP/ACE: Epóxi+endurecedor/Acetona; EP/ÁLC: Epóxi+endurecedor/Álcool.

A resina poliéster apresentou bons resultados referente à cor, corte e em alguns casos, reimpregnação. Entretanto a junção desses parâmetros qualitativos com as avaliações dos blocos e lâminas, não mostrou que todos os tratamentos foram adequados. Dentre eles, o melhor resultado foi o tratamento com P08/ACE, que apesar de não subtituir o uso de estireno por completo, devido à presença na própria resina, demonstra um grande avanço devido a redução na quantidade de estireno (Figura 30).

5. CONCLUSÃO

A resina poliéster arazyn 1.0#08 com acetona apresenta resultados satisfatórios na impregnação de solos, na confecção de blocos polidos e lâminas delgadas, para todos os tipos de solo estudados (LVd, LVAd e RQo). Porém, não é capaz de substituir totalmente o estireno nestes processos, contudo promove uma redução significativa da utilização do estireno devido a possibilidade de utilização da acetona. Além disto, a maior limitação observada foi a baixa eficiência no processo de reimpregnação nos LVAd e LVd.

O tratamento com resina epóxi e acetona como solvente pode ser considerado uma alternativa para trabalhos que analisam apenas blocos polidos, uma vez que apresentou resultados positivos, em todas as texturas de solo que foram impregnadas (LVd, LVAd e RQo). No entanto, há a limitação da qualidade das lâminas delgadas, pois nenhum tratamento com resina époxi obteve resultados satisfatórios. Dessa forma, a resina epóxi possibilita a substituição do estireno no processo de impregnação de solos na confecção de blocos polidos de solo e com isso uma diminuição da exposição à toxicidade do estireno durante o processo.

Com base nos resultados deste trabalho, a substituição parcial do estireno no processo de impregnação de solos indica um avanço na diminuição do risco à toxicidade, embora ainda não tenha sido possível elimina-lo por completo reduzindo ao máximo a toxicidade. Portanto, mantém-se a necessidade da continuação dos testes com outras resinas na tentativa de eliminar o estireno do processo da confecção tanto de blocos polidos quanto de lâminas delgadas de solo.

REFERÊNCIAS

AHRENS W.; H. WEYLAND. **Die Herstellung von Diinnschliffen aus lockerem Material fur petrographische Untersuchungen**. Zbl. Miner.Geol.Paläont., p. 370-375, 1928.

ALEXANDER, F. E. S.; R. M. JACKSON. Preparation **of Sections for Study of Soil Micro-organisms.** Soil Zoology, Easter School in Agricultural Science, Nottingham Univ., v. 2, p. 433-440, 1955.

BOND, G. G., et al. **Mortality among workers engaged in the development or manufacture of styrene-based products - an update**. Scandinavian Journal of Work, Environment & Health, v, 18, n. 3, p. 145-154, Jun, 1992.

BOURBEAU, G. A.; K. C. BERGER. **Thin sections of soils and friable materials prepared by impregnation with plastic "Castolite"**. Soil Science Society of America, Proceedings. v. 12. p. 409–412, 1947.

BOURNE, L. B.; MILNER, F. J. M. **Polyester resin hazards**. British Journal of Industrial Medicine, v. 20, p. 100, Agu, 1962.

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

BULLOCK, P., *et al.* **Handbook for Soil Thin Section Description**. Waine Research Publications - Wolverhampton (U.K.). p 152, 1985.

CASTRO, S. S., *et al.* **Micromorfologia do solo: bases e aplicações**. Tópicos em ciência do solo, n. 3, p. 107–164, 2003.

CASTRO, S. S. **Micromorfologia bases para descrição de lâminas delgadas**. 2 . ed. Campinas/Goiânia, 2008.

CATARINO, F. M. S. **Caracterização Da Exposição E Eventuais Efeitos Para a Saúde Da Exposição Profissional Ao Estireno Nos Ortoprotésicos**. [s.l.] Escola Superior de Tecnologia da Saúde de Lisboa, 2012.

CATT, J.; ROBINSON, P. **The Preparation of Thin Sections of Clays**. Geological Magazine, 98(6), p. 511-514, 1961.

DALRYMP, *et al.* **Análise da capacidade de reprodução de detalhes expressa por diferentes materiais de modelagem**. Arquivos em Odontologia, v. 43, n. 4, 2007.

DEBYSER, J. **Note sur un procede de preparation des plaques minces dans Ies sediments fins actuel**. Rev. Inst. franc. Petrole, v. 12, p. 489-492, 1957.

DONG et al., **Study on Tribological Properties of Multi-walled Carbon Nanotubes/Epoxy Resin Nanocomposites**. Tribology Letters, v. 20, p. 251–254. 2005. DOI: 10.1007/s11249-005-8637-8

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUARIA - EMBRAPA. **Manual de Métodos de Análise de Solo**, 3 ed. Brasília - DF, p. 528, 2017.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa do Solo. **Sistema brasileiro de classificação de solos**. 5. ed. Rio de Janeiro, Embrapa Solos, 2018.

EMERY, K. O.; R. E. STEVENSON. **Laminated beach sand. Journal of Sedimentary Petrology**, v. 20, p. 220-223, 1950.

EXLEY, C. S. **A method of impregnating friable rock for the cutting of thin sections**. Mineralogical Magazine, v. 31, p. 347-349, 1956.

FICHA DE INFORMAÇÃO TOXICOLÓGICA (FiT). **Estireno**. Divisão de Toxicologia Humana e Saúde Ambiental. p 2, 2016.

FILIZOLA, H. F. **Coleta e Impregnação de Amostras de Solo para Análise Micromorfológica**. Embrapa: Comunicado Técnico, p. 1–4, 2004.

FITZPATRICK, E.A**. Micromorphology of Soils**. Chapman and Hall. London and New York, p. 15, 1984.

FOWLER, J. W.; J. SHIRLEY. **A method of making thin sections from friable materials and its use in the examination of shales from the Coal Measures**. Geological Magazine, v. 84, p. 354-359, 1947.

GOEMANN, H. B. Ein **Sediment-Hartungsverfahren mit Dioxan und Paraffin**. Senckenbergiana, v. 19, p. 77-80, 1937.

HAGERMAN, T.; L. NYSTROM. **Impregnering av porosa material med plats for mikro-andersokningar**. Geoi. Foren. Stockh. Forh, 74, 212-217, 1952.

HEPPLE, S.; A. BURGES. **Sectioning of Soil. Nature**, v. 177, p. 1186, 1956.

HOLMES, A. **Petrographic Methods and Calculations**. London, 1921.

INSTITUTO AGRONÔMICO (IAC). **Solos do Estado de Sâo Paulo. Latossolos.** Disponível em: http://www.iac.sp.gov.br/solossp/pdf/Latossolos.pdf. Acesso em: 19 jun. 2019.

INTERNATIONAL AGENCY FOR RESEARCH ON CANCER (IARC). **Monographs on the evaluation of the carcinogenic risk of chemicals to humans**. Some traditional herbal medicines, some mycotoxins, Naphthalene and Styrene, v. 82, 2002.

JOHANNSEN, A. **Manual of Petrographic Methods**. New York, 1918.

KAWAI K.; OYAMA. M. **A method of preparing thin sections of soils with the polyester resin "Polylite"**. Soil Science and Plant Nutrition, p. 18-21, 1962.

KEYES, M. G. **Making thin sections of rocks**. American Journal of Science, p. 538,
1925.

KER, J.C., *et al.* **Pedologia: Fundamentos**. Sociedade Brasileira de Ciências do Solo. Viçosa, MG, 2012.

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

LEGGETTE, M.; **The preparation of thin sections of friable rock.** The Journal of Geology, v. 36, n. 6, p. 549-557, 1928.

LOOS, et al. **The effect of acetone addition on the properties of epoxy**. Polímeros, São Carlos, v. 18, n. 1, p. 76-80, Mar. 2008. DOI: 10.1590/S0104 14282008000100015.

MARTINS, E. de S., *et al.* **Técnicas de Coleta e Preparação de Amostras para Pedologia com Otimização do Processo de Impregnação**. Embrapa Cerrados, Planaltina, DF, 2002.

MOUSAVI, *et al.* **Modification of Phenol Novolac Epoxy Resin and Unsaturated Polyester Using Sasobit and Silica Nanoparticles**. Polymers from Renewable Resources, v. 8, n. 3, 2017.

MORATA, T. C.; CAMPO, P. **Ototoxic effects of styrene alone or in concert with other agents: A review**. Noise & health, v. 4, n. 14, p. 15–24, 2002.

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

PAULA, N. de., *et al.* **Seções delgadas de solos: método de impregnação com resina plástica araldite**. Universidade de São Paulo, Publ. espec. São Paulo, n.9, 1991.

POILLUCCI, R. A.; HANSEN, C. J. **Reducing use of styrene monomer in unsaturated polyester resins**. The Toxics Use Reduction Institute. University of Massachusetts Lowell. Jun, 2013.

REED, F. S.; MERGNER, J. L. **Preparation of rock thin sections**. American mineralogist, 1953.

ROSS, C. S. **Methods of Preparation of Sedimentary Materials for Study**. Economic Geology, v. 21, p. 454-468, 1926.

SCHWARZ, A. **Ein Verfahren zum Harten nicht verfestigter Sedimente**. Natur und Museum, v. 59, p. 204-207, 1929.

SILBERMINZ, V. A. **O prigotvlenii mikroskopiceskikh, preparatov iz r'ikl'ikh osadocn'ikh porod**. Trans. Inst. econ. Miner., Moscow, v. 5, p. 1-4, 1923.

SINGH, P.; KANWAR, R. S.; THOMPSON, M. L. **Macropore Characterization for Two Tillage Systems Using Resin-Impregnation Technique**. Soil Science Society of America Journal, v. 55, n. 6, p. 1674, 1991.

SOUSA, D. M. G.; LOBATO, E. **Agência de Informação Embrapa Bioma Cerrado. Latossolos.** Disponível em: http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia16/AG01/arvore/AG01_96_10112005101956.html. Acesso em: 19 jun. 2019.

STRAATEN, L. M. J. U. van. **Composition and structure of recente marine sediments in the Netherlands**. Leid. geol. Meded, 1954.

STOOPS, G. **Guidelines for Analysis and Description of Soil and Regolith Thin Sections**. Soil Science Society of America, Madison, p. 184, 2003.

TAYLOR, J. C. M. **Impregnation of Rocks for Sectioning**. Geological Magazine, v. 97, p. 261, 1960.

TIPPKOTTER, R.; RITZ, K. **Evaluation of polyester, epoxy and acrylic resins for suitability in preparation of soil thin sections for in situ biological studies**. Geoderma, v. 69, p. 31-57, 1996.

WORLD HEALTH ORGANIZATION (WHO). **Environmental Health Criteria 26 Styrene**. Geneve. 1983.

ANEXOS

ANEXO A

CLASSIFICAÇÃO

LATOSSOLO (LVd):

- Classificação atual: – **LATOSSOLO VERMELHO Distrófico típico**, textura argilosa-muito argilosa, profundo, relevo suave ondulado.
- Classificação anterior: LATOSSOLO VERMELHO ESCURO-orto.
- Localização, Município, Estado e Coordenadas: Rodovia Luiz de Queiroz, trecho entre Piracicaba e o distrito de Tupi - lado direito. Piracicaba, SP. Coordenadas 22° 43' 42,52" S e 47° 33' 10,53" W.
- Situação, Declive e Cobertura vegetal sobre o perfil: Barranco localizado em área de empréstimo no terço médio superior da vertente, com relevo regional suave ondulado cultivado com pastagem.

Altitude – 590 metros.
Litologia – cobertura laterítica
Formação geológica – não especificada.
Cronologia – cenozóica.
Material originário – produtos derivados das rochas supracitadas.
Pedregosidade – não pedregoso.
Rochosidade – não rochoso.
Relevo local – plano.
Relevo regional – suave ondulado.
Erosão – não aparente.
Drenagem – acentuadamente a bem drenado.
Vegetação primária – floresta tropical subcaducifólia.
Uso atual – uso regional com plantio de cana
Próximo ao perfil existe cultivo de olerícolas.
Clima – cwa, da classificação de köppen.

Descrição morfológica	
Ap	0 - 30 cm, vermelho-escuro (2,5 YR 3/6, seco), bruno-avermelhado-escuro (2,5 YR 3/3, úmido); argiloso; moderada médios blocos subangular; dura, friável, plástica e pegajosa; transição gradual e plana.
AB	30 - 70 cm, vermelho (2,5 YR 4/6, seco), vermelho-escuro-acinzentado (2,5 YR 3/2, úmido); argiloso; forte médio blocos subangulares; dura, muito friável, plástica e pegajosa; transição gradual e plana.
BA	70 - 100 cm, vermelho-escuro (2,5 YR 4/6, seco) vermelho-escuro-acinzentado (2,5 YR 3/2, úmido); muito argiloso; moderado grandes blocos subangulares; ligeiramente dura, friável, plástica e pegajosa; transição gradual e plana.
Bw	100 - 180 cm +, vermelho-escuro (2,5 YR 3/6, seco) vermelho-escuro-acinzentado (2,5 YR 3/3, úmido); muito argiloso; moderado média blocos subangulares; macia, muito friável, plástica e pegajosa.
Raizes	Muitas nos horizontes Ap, AB; comuns no BA; raras nos demais horizontes.

ANEXO B

LATOSSOLO (LVAd):

- Classificação atual: **LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO Distrófico típico**, textura média, profundo, relevo suave ondulado.
- Classificação anterior: LATOSSOLO VERMELHO-AMARELO.
- Localização, Município, Estado e Coordenadas: *Campus* ESALQ, nas proximidades do aeroporto. Piracicaba, SP. Coordenadas 22°43'02,53" S e 47°36' 59,54" W.
- Situação, Declive e Cobertura vegetal sobre o perfil: Trincheira aberta no terço médio superior da vertente, com relevo regional suave ondulado. Área experimental da ESALQ.

Altitude: 585 metros.
Litologia: Arenito.
Formação Geológica: Rio Claro.
Cronologia: Neocenozóico Quaternário.
Material originário: Produtos derivados da decomposição das rochas supracitadas.
Pedregosidade: Não pedregoso.
Rochosidade: Não rochoso.
Relevo local: Plano.
Relevo regional: Suave ondulado.
Erosão: Não aparente.
Drenagem: Fortemente drenado.
Vegetação primária: Floresta tropical subcaducifólia.
Clima: Cwa, da classificação de Köppen.

Descrição morfológica	
Ap	0 - 20 cm, bruno-avermelhado-escuro (5 YR 3/4, seco), bruno-avermelhado-escuro (5 YR 3/2, úmido); média; moderada média granular; ligeiramente dura, friável, ligeiramente pegajoso e não plástico; transição clara e plana.
AB	20 - 34 cm, vermelho-amarelado (5 YR 5/6, seco), bruno-avermelhado-escuro (5 YR 3/3, úmido); média; moderada média blocos subangulares; dura, muito friável, ligeiramente pegajoso e não plástico; transição gradual e plana.
BA	34 - 80 cm, vermelho-amarelado (5 YR 4/6, seco), bruno-avermelhado-escuro (5 YR 3/4, úmido); média; moderadamente e forte média blocos subangulares; macia, muito friável, ligeiramente plástico e não pegajoso; transição clara e plana.
Bw	80 - 150 cm +, vermelho-amarelado (5 YR 3/6, seco), bruno-avermelhado-escuro (5 YR 3/4, úmido); média; moderada médio e grandes blocos subangulares; macia, muito friável, ligeiramente plástico e ligeiramente pegajoso.
Raizes	Poucas nos horizontes Ap, AB.

ANEXO C

NEOSSOLO (RQo):

- Classificação atual: **NEOSSOLO QUARTZARÊNICO órtico típico,** textura arenosa, profundo, relevo suave.
- Classificação anterior: AREIA QUARTZOSA.
- Localização, Município, Estado e Coordenadas: Rodovia Carlos Mauro (SP – 191), cerca de 1 km do trevo desta rodovia com a Rodovia Geraldo de Barros (SP – 304); São Pedro, SP. Coordenadas 22° 33' 43,63" S e 47° 53' 33,33" W.
- Situação, Declive, e Cobertura vegetal sobre o perfil: Barranco situado a esquerda da Rodovia em direção a Rio Claro, em relevo local plano e regional suave ondulado.

Altitude: 548 metros.
Litologia: Arenito.
Formação geológica: Botucatu.
Cronologia: Jura-cretáceo.
Material originário: Produtos derivados das rochas supracitadas.
Pedregosidade: Não pedregoso.
Rochosidade: Não rochoso.
Relevo local: Suave ondulado.
Relevo regional: Suave ondulado.
Erosão: Não aparente.
Drnagem: Excessivamente drenado.
Vegetação primária: Floresta tropical subcaducifólia.
Uso atual: Pastagem
Clima: Cwa, da classificação de Köppen

Descrição morfológica	
2C1	25 - 58 cm, bruno (7,5 YR 4/3, seco), bruno-escuro (7,5 YR 3/3, úmido); arenoso; grão simples muito pequeno granular; macia, friável, não plástico e não pegajoso; transição gradual e plana.
2C2	58 - 125 cm, bruno (7,5 YR 5/4, seco), bruno-escuro (7,5 YR 4/3, úmido); arenoso; grão simples muito pequeno granular; macia, friável, não plástico e não pegajoso; transição difusa e plana.
2C3	125 cm +, bruno (7,5 YR 5/6, seco), bruno-escuro (7,5 YR 4/6, úmido); arenoso; grão simples muito pequeno granular; macia, friável, não plástico e não pegajoso; transição abrupta e plana.
Raizes	Muitas finas no A; poucas no C; muitas finas/poucas médias e raras grossas no 2ª. Comuns finas no 2C1 e poucas finas 2c2Poucas nos horizontes Ap, AB.

ANEXO D

Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos (FISPQ) e maiores informações sobre os produtos utilizados nesta pesquisa podem ser verificadas através dos fornecedores, apresentados na lista abaixo:

1) Resina poliéster Arazyn 1. # 00, Resina poliéster Arazyn 1.0 # 08, monômero de estireno e catalisador Butanox M-50 (peróxido de metil etil cetona)

Fornecedor	**REDELEASE PRODUTOS PARA INDUSTRIAS LTDA.** **Rua Mario Junqueira da Silva, 1318 KM 98,5 Anhanguera - Jd Eulina- Campinas - SP – CEP- 13063-000** **Tel (19) 3743-7333 / Fax (19) 3743-7333** **https://www.redelease.com.br/institucional/**

2) Resina Epoxiglass 1504 e Endurecedor 1601

Fornecedor	**EPOXIGLASS- IND. E COM. DE PRODUTOS QUÍMICOS LTDA.** **Rua Manoel da Nóbrega, 1346 – Pq. 7 de setembro** **Diadema – SP – CEP: 09910-720** **Tel: (011) 4053-2500 FAX: (11) 4053-2505** **http://www.epoxiglass.com.br/**

3) Acetona P.A. e Álcool Etílico (Marca SYNTH)

Fornecedor	**MPL – MATERIAIS PARA LABORATÓRIO** **Av. Água Santa, 566 – Areião – Piracicaba/SP** **CEP: 13414-034** **http://www.mpllaboratorios.com.br/**