

4 Ensaio de Laboratório

É apresentada neste capítulo a metodologia utilizada para as análises físicas, químicas e mineralógicas do solo proveniente da rocha alcalina em estudo. Os procedimentos utilizados para os outros ensaios, citados posteriormente, também serão apresentados aqui.

O objetivo da realização desses ensaios é a caracterização do solo evidenciando os parâmetros que possam ser correlacionados com o grau de intemperismo e dessa forma contribuir para o melhor conhecimento sobre o comportamento do solo. Os trabalhos de amostragem do material estão descritos no capítulo 03 desta dissertação.

A seguir são apresentados os ensaios realizados em laboratório para caracterização do solo.

Propriedades físicas

- Análise granulométrica;
- Limites de Atterberg;
- Massa específica dos grãos;
- Porosimetria de mercúrio.

Propriedades químicas

- Análise química total;
- Análise química parcial;
- Determinação de matéria orgânica, pH e condutividade elétrica.

Propriedades mineralógicas e micromorfológicas

- Microscopia óptica (lupa binocular) na fração areia;
- Difração de raios-X;
- Microscopia eletrônica de varredura – MEV;
- Microscopia óptica em lâminas de solo (micromorfologia).

Além dos ensaios citados acima foram ainda realizados:

- ensaio de curva característica de sucção, pelo método do papel filtro, para determinação da sucção matricial do solo;
- ensaio de compressão diametral (tração a diferentes umidades) - Método Brasileiro;

- ensaio de desagregabilidade, com o objetivo de analisar o comportamento do solo sob a influência da água.

4.1. Caracterização física

Para determinar as propriedades-índice das amostras de solo foram executados os ensaios de caracterização física. O material proveniente de amostras deformadas foi preparado conforme o procedimento da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) e os ensaios foram realizados no Laboratório de Geotecnia e Meio Ambiente da PUC-Rio. As normas utilizadas são citadas a seguir:

- ✓ NBR 6457/1986 – Amostras de Solos – Preparação para Ensaios de Compactação e Caracterização;
- ✓ NBR 6457/1986 – Teor de Umidade Natural;
- ✓ NBR 7181/1984 – Solo – Análise Granulométrica;
- ✓ NBR 6508/1984 – Massa Específica Real dos Grãos;
- ✓ NBR 6459/1984 – Solo – Determinação do Limite de Liquidez;
- ✓ NBR 7180/1984 – Solo – Determinação do Limite de Plasticidade.

Através das amostras indeformadas foram obtidas as seguintes propriedades índices:

- ✓ Peso específico real dos grãos (γ_s), $\gamma_s = \rho_s \cdot g$. Sendo ρ_s a massa específica dos grãos e g a aceleração da gravidade, onde $g = 9,81 \text{ m/s}^2$;
- ✓ Peso específico natural (γ_{nat}), $\gamma_{nat} = \rho_{nat} \cdot g$. Onde a ρ_{nat} é a massa específica natural e g a aceleração da gravidade, sendo $g = 9,81 \text{ m/s}^2$;
- ✓ Peso específico seco (γ_d), $\gamma_d = \gamma_{nat} (1 + w_{nat})$. Sendo w_{nat} a umidade natural do solo;
- ✓ Índice de vazios (e), determinado pela correlação dos índices, $e = (\gamma_s/\gamma_d) - 1$;
- ✓ Porosidade (n , %), determinada pela correlação dos índices, $n = e/(1 + e)$;
- ✓ Grau de saturação (S , %), obtido através da correlação, $S = \rho_s \cdot w_{nat} / e \cdot \rho_w$. Onde ρ_w é a massa específica da água a uma temperatura de 4°C ($\rho_w = 1 \text{ g/cm}^3$).

4.1.1. Análise granulométrica

A análise granulométrica foi realizada conforme a NBR 7181/1984. Como o solo em estudo é constituído de fração grossa e fina realizou-se esse ensaio por meio da granulometria conjunta, isto é, peneiramento e sedimentação. Para a etapa correspondente à sedimentação foram realizados ensaios com defloculante (hexametáfosfato de sódio) e sem defloculante (água destilada).

O ensaio de sedimentação foi executado com 50 g de solo passante na peneira 0,42mm (#40) colocado em 125ml de defloculante (hexametáfosfato de sódio). Esse material ficou em repouso por 24 horas e então foi submetido a dispersão mecânica. Em seguida foi colocado em uma proveta de 1000ml onde o restante do volume foi completado com água destilada para então serem realizadas as devidas leituras. Após as leituras o material foi colocado na peneira 0,075mm (#200) e submetido ao processo de lavagem com movimentos circulares e suaves. Por último, foi levado à estufa para secagem e pesagem. O processo de sedimentação utilizado para o solo sem defloculante, ou seja, com água destilada, foi o mesmo apresentado anteriormente para os solos com defloculante, hexametáfosfato de sódio.

4.1.2. Limites de Atterberg

Visando caracterizar a interação do solo com a água, os ensaios de limite de liquidez e de plasticidade foram realizados segundo a NBR 6459/1984 – Solo – Determinação do Limite de Liquidez e a NBR 7180/1984 – Solo – Determinação do Limite de Plasticidade.

Através dos dados obtidos por meio desses ensaios e também de análise granulométrica foram determinados:

- ✓ Índice de plasticidade (IP , %), obtido através da diferença entre o limite de liquidez (LL , %) e o limite de plasticidade (LP , %):

$$IP = LL - LP$$

- ✓ Índice de atividade das argilas (I_a), proposto por Skempton:

$$I_a = \frac{IP}{\% < 2\mu m}, \text{ onde } \% < 2\mu m \text{ corresponde à fração argila.}$$

De acordo com sua atividade os solos são classificados como:

$la < 0,75 \rightarrow$ inativa

$0,75 < la < 1,25 \rightarrow$ atividade normal

$la > 1,25 \rightarrow$ ativo

4.1.3.

Massa específica dos grãos

Para a determinação da massa específica dos grãos foi realizado o ensaio segundo a NBR 6508/1984 – Massa Específica Real dos Grãos, utilizando amostras deformadas do solo. Foi misturado com água destilada 25g do material destorroado e passado na peneira 0,42mm (#40) e deixado em repouso por 24 horas. Em seguida foi realizada a deaeração da mistura através da aplicação de vácuo até que não fossem mais detectadas bolhas de ar.

4.2.

Porosimetria de mercúrio

Quando um líquido é colocado em contato com uma superfície sólida e não ocorrerem reações químicas ou dissolução do sólido pelo líquido, esse líquido irá penetrar no sólido conforme o seu ângulo de contato. Quando esse ângulo entre o sólido e o líquido é superior a 90° , como é o caso do mercúrio, o líquido não molha o sólido, ou seja, não há formação de superfície sólido-líquido ficando o mesmo na forma de uma gota. Isso significa que, caso o mercúrio seja colocado em contato com um material poroso, não haverá intrusão se não houver uma força externa com intensidade superior a do mercúrio (Gouvea, 2007).

Dessa forma, o mercúrio é utilizado para a determinação da porosidade de um material, pois é um líquido não molhante para a maioria das substâncias sólidas e seu ângulo de contato é elevado para os diferentes materiais. Possui uma tensão superficial alta (485 mN/m^2) e também baixa reatividade química, em temperatura ambiente, com a maioria dos materiais.

De acordo com Diamond (1969), a base do método de intrusão de mercúrio foi inicialmente introduzida por Washburn (1921) e subsequentemente aplicada por Ritter e Drake (1945), entre outros pesquisadores. Admitindo os poros de forma cilíndrica, a relação entre a pressão e o menor diâmetro de poro que pode ser intrudido pelo mercúrio foi proposta por Washburn (1921) pela equação (4-1):

$$D = \frac{-4\gamma \cos \theta}{P}, \quad (4-1)$$

onde: D , γ , θ e P são respectivamente diâmetro do poro, tensão superficial do mercúrio, ângulo de contato (mercúrio e superfície) e força externa aplicada.

Através da equação (4-1) tem-se a relação entre o tamanho do poro e a pressão necessária para que o mercúrio seja introduzido, portanto quanto menor o poro maior será a pressão necessária para que o mercúrio penetre no solo.

Dessa forma, se uma amostra de um sólido poroso for colocada num recipiente provido de um capilar e for aplicado vácuo sobre a mesma, com o recipiente e capilar preenchidos com mercúrio, à medida que a pressão aumenta sobre o mercúrio esse irá penetrar nos poros da amostra reduzindo então o nível capilar.

Ao se registrar a redução do nível capilar, assim como o da pressão aplicada no líquido, obtém-se uma curva porosimétrica que apresenta o volume dos poros do material, que foi penetrado pelo mercúrio, a uma determinada pressão. A representação típica de uma curva de porosimetria de mercúrio pode ser dada através da curva volume $dV/d \log D$ x diâmetro dos poros, que apresenta os intervalos de diâmetros dos poros que estão presentes com maior frequência na estrutura do solo. Outras curvas semelhantes também podem ser obtidas relacionando-se as pressões aplicadas.

Ritter e Drake (1945), afirmam que o conhecimento do volume total de poros é menos importante que o conhecimento da fração representativa do volume total de poros, isto é, da distribuição dos tamanhos de poros significativos.

Para a execução do ensaio foram encaminhadas três amostras de solo ao Laboratório da Fundação de Apoio à Física e à Química da Universidade de São Carlos. Essas amostras foram devidamente embaladas e protegidas de impactos mecânicos.

No laboratório da Universidade de São Carlos as amostras foram cortadas, por meio de uma serra de aço, em formato cilíndrico com dimensões de 15 mm de diâmetro e 25 mm de altura. Em seguida ocorreu o processo de secagem das mesmas submetendo-as a uma temperatura de 40°C, por 24 horas, eliminando assim todo o excesso de água. Após essa etapa as amostras foram colocadas no porosímetro e submetidas ao ensaio. A tensão superficial e ângulo de contato utilizados foram respectivamente 485 mN/m² e 130° para todas as amostras ensaiadas.

O equipamento utilizado foi o Micromeritics Poresizer 9320, Figura 4-1. Este equipamento investiga poros de diâmetro a partir de 0,7mm a uma pressão aplicada de aproximadamente 0,0017 MPa (0,17 atm) até poros de 0,000006mm ou 60 Angström de diâmetro a uma pressão aplicada de 212 MPa (2000 atm).



Figura 4-1 – Micromeritics Pore Sizer 9320 - Laboratório de Fundação de Apoio à Física e à Química da Universidade de São Carlos.

O ensaio consistiu em submeter cada amostra, disposta num porta-amostra e pesada em seguida, a uma aplicação de vácuo em uma câmara de baixa pressão para que todo o espaço vazio presente na microestrutura do solo fosse ocupado pelo mercúrio, quando aplicado. Em seguida foram aplicadas manualmente pressões pneumáticas que variavam de 0,5 psi a 25 psi. Novamente o conjunto (amostra + porta-amostra + mercúrio) foi pesado e submetido à etapa de intrusão do mercúrio através da aplicação de pressões, na câmara hidráulica e automática de alta pressão, que variavam de 25psi a 30000psi. Por último, as pressões foram reduzidas automaticamente até a pressão de 25 psi ocorrendo então a etapa denominada extrusão.

Após o processamento das informações, foram adquiridos os dados relacionados às pressões aplicadas, diâmetro dos poros e volume de mercúrio intrudido e, com base nesses valores, foram plotadas as curvas.

4.3. Caracterização química

Nesse trabalho foram realizadas as análises química total e química parcial que envolve o ataque sulfúrico e complexo sortivo, assim como a condutividade elétrica, determinação de pH e matéria orgânica. Esses dados contribuirão para uma análise mais consistente do material correlacionando-os entre si e também com outras propriedades investigadas.

4.3.1. Análise química total

Este ensaio tem o propósito de quantificar o teor dos compostos químicos do solo abrangendo tanto os minerais primários quanto os secundários. Ele foi realizado no Laboratório de Fluorescência de Raios-X do Departamento de Geologia da UFRJ utilizando o método da pastilha fundida com fluxo (tetra/metaborato de lítio) em um equipamento (espectrômetro de FRX) modelo PW 2400, marca Philips. Através desta análise foram obtidos os teores de alumínio (Al_2O_3), sílica (SiO_2), potássio (K_2O), titânio (TiO_2), ferro (Fe_2O_3) e zircônio (ZrO_2) nas amostras ensaiadas (solo e rocha).

Nessa análise também foi especificado nas amostras de solo e rocha o índice de perda ao fogo que, acredita-se, poder estar diretamente relacionado com o grau de intemperismo do solo, ou seja, quanto maior o índice de perda ao fogo maior será o grau de intemperismo do material estudado. Para a execução desse ensaio, solo (destorroado passante na peneira 0,42mm - #40) e rocha (pulverizada) foram pesados e em seguida levados a mufla a uma temperatura de 950°C por 30 minutos. Após esse processo foram pesados novamente calculando assim a perda de massa denominada perda ao fogo.

4.3.2. Análise química parcial

Através das análises químicas parciais foram realizados os ensaios de ataque sulfúrico e complexo sortivo. Esses ensaios foram executados no Centro Nacional de Pesquisas de Solos (CNPS / EMBRAPA) de acordo com o Manual de Métodos de Análises de Solo (CNPS/ EMBRAPA 1997).

Como é a fração argila que torna o solo mais ou menos ativo, foi realizado o ensaio de ataque sulfúrico que decompõe somente os minerais secundários (argilominerais, oxi- hidróxidos de ferro e alumínio) e assim foram determinados,

em porcentagem, os teores de óxido de silício (SiO_2), alumínio (Al_2O_3), ferro (Fe_2O_3) e titânio (TiO_2). Dessa forma, foram calculados os índices de intemperismo, K_i e K_r , que correlacionam a composição química presente no solo contribuindo para caracterizar o grau de intemperização do mesmo. Esses índices são obtidos através das equações (4-2) e (4-3), respectivamente:

$$K_i = \frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3} \quad (4-2)$$

$$K_r = \frac{\text{SiO}_2}{(\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3)} \quad (4-3)$$

Como esses índices estão diretamente relacionados ao grau de alteração do solo, quanto maiores os seus valores, menor será o grau de intemperização e para valores menores, maior o grau.

Os cátions trocáveis presentes nas amostras de solo são determinados pelo ensaio de complexo sortivo, onde foram obtidas as quantidades de Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ e Na^+ que quando somadas entre si obtêm-se a soma de bases de cada amostra de solo. Através desses resultados é possível encontrar a capacidade de troca catiônica do solo T (CTC), quando o valor encontrado na soma de bases é acrescido do valor do Al^{3+} e H^+ . O valor T (CTC) indica qual é a atividade das partículas, já que as mesmas apresentam cargas elétricas positivas e/ou negativas induzindo a retenção de cátions e/ou ânions dependendo da diferença entre elas. A substituição isomórfica, que é a substituição de um cátion por outro na estrutura do argilomineral nas folhas de tetraedro de silício e octaedro de alumínio, é responsável pelas cargas negativas no solo que, em geral, estão mais presentes que as positivas.

4.3.3. pH, matéria orgânica e condutividade elétrica

Os ensaios para a determinação do pH e condutividade elétrica também colaboram na análise comportamental do material de origem alcalina em estudo, pois indicam, respectivamente, o índice de acidez do solo e a capacidade do mesmo em conduzir corrente elétrica. Esses ensaios foram realizados no Centro Nacional de Pesquisas de Solos (CNPS / EMBRAPA) conforme o Manual de Métodos de Análises de Solo (CNPS/ EMBRAPA, 1997).

Para especificar a quantidade de matéria orgânica presente no solo foi determinado o teor de carbono orgânico por oxidação da matéria orgânica com bicromato de potássio 0,4N. O valor obtido por meio desse processo foi

multiplicado por 1,7 resultando na porcentagem de matéria orgânica de cada amostra de solo. Esse procedimento foi executado no Centro Nacional de Pesquisas de Solos (CNPS / EMBRAPA) conforme o Manual de Métodos de Análises de Solo (CNPS/ EMBRAPA, 1997).

O teor de matéria orgânica também foi obtido no Laboratório de Geotecnia e Meio Ambiente da PUC-Rio. O procedimento consistiu em determinar a umidade inicial do material, eliminando a água livre presente no solo, deixando-o na estufa por um período de 24 horas ou até peso constante a uma temperatura de 110°C. Em seguida, o solo foi colocado na mufla a uma temperatura de 400°C por um período de 04 horas. Com a diferença de peso do material, antes e depois de submetido à temperatura de 400°C, foi determinada a porcentagem de matéria orgânica presente no material.

4.4. Caracterização mineralógica

O estudo da mineralogia colabora significativamente para a classificação dos solos, pois possibilita a discriminação dos minerais presentes que indicarão as diferenças no comportamento do material devido ao grau de alterabilidade. A interação entre as análises mineralógicas e outros ensaios é muito importante, já que a caracterização do material se torna difícil quando são executados ensaios que focam uma mesma análise, isto é, que não abrangem o comportamento do material em termos físicos, químicos, mineralógicos, entre outros. Essas análises proporcionam uma identificação mais concreta dos constituintes do solo, pois evidenciam o seu comportamento.

4.4.1. Observação em lupa binocular

A análise através da lupa binocular auxilia na identificação da composição dos constituintes do material, assim como na forma e grau de alteração dos grãos. Essa análise indica o grau de intemperismo do solo pela presença dos minerais intemperizáveis, ou seja, quanto mais alterado estiver o material maior é a quantidade de minerais pouco resistentes.

O material das três amostras de solo (02, 03 e 04) submetido ao peneiramento foi preparado utilizando a classificação MIT. De acordo com esse critério o material retido na peneira #200 é composto por pedregulhos e areias (grossa, média e fina). As imagens foram adquiridas no Laboratório de

Geociências da UERJ – FFP e a preparação e análise dessas amostras foram realizadas no Laboratório de Geotecnia e Meio Ambiente da PUC-Rio.

4.4.2. Difração de raios-X

A difração de raios-X é uma análise essencial para a identificação dos argilominerais. Segundo Mitchell (1993), o tipo de argilomineral presente no solo é um parâmetro importante, pois controla as características superficiais da partícula, assim como o seu tamanho, forma, resistência, expansibilidade e plasticidade.

Esse ensaio consiste na utilização de um aparelho (difratômetro) onde há incidência de raios-X sobre uma amostra de rocha ou solo. Através desse processo são obtidos os registros gráficos (difratogramas) onde são apresentados os picos que representam as distâncias interplanares entre as bases formadas pelos planos cristalinos do mineral. Esses picos correspondem a vários ângulos de um goniômetro, onde através desses ângulos o espaçamento cristalográfico dos minerais pode ser calculado por meio da Lei de Bragg, equação (4-4):

$$n.\lambda = 2.d.\text{sen}(\theta) \quad (4-4)$$

onde: n é um número inteiro, positivo e diferente de zero; λ é o comprimento de onda do feixe de raios-X; d é a distância interplanar basal do mineral; e θ é o ângulo de incidência do feixe de raios-X

Na preparação das amostras foi procedida a secagem ao ar do solo e depois realizou-se o destorroamento e o peneiramento do mesmo na peneira 0,42mm (#40). Após a preparação as amostras foram encaminhadas ao DCMM – Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia da PUC-Rio onde foram submetidas às análises.

Com o objetivo de uma melhor determinação dos constituintes da fração argila foi realizado o ensaio em lâminas orientadas pelo método do gotejo. Esse ensaio consistiu em misturar o material proveniente do peneiramento na peneira 0,42mm (#40) ao defloculante (hexametáfosfato de sódio) e deixá-lo em repouso por 24 horas. A solução então foi colocada no dispersor e agitada por um período de 10 minutos e em seguida colocada numa proveta com capacidade de 1000 ml que foi completada com água destilada. O material ficou em repouso por 24 horas e após esse período foram retirados os primeiros 20 cm de líquido de

cada proveta. Essas provetas foram completadas novamente com água destilada até 1000 ml e agitadas manualmente para melhor dispersão das partículas permanecendo em repouso por mais 24 horas.

Esse processo foi realizado repetidas vezes até que a água estivesse completamente límpida sem suspensão de partículas. Toda água proveniente dos primeiros 20 cm de líquido, retirados das provetas, foi colocada em beckers que foram levados a estufa onde permaneceram até completa evaporação. Do material resultante de todo o processo foram confeccionadas as lâminas através do método do gotejo para a realização das análises posteriores.

O método em si é relativamente simples, pois consiste em preparar uma pasta bem diluída com o material proveniente da sedimentação e dispô-lo em uma lâmina de vidro gotejando-o com o auxílio de uma pipeta. Esse método provém um melhor resultado, pois na sua realização não foi imposta uma orientação das partículas. Como as argilas são formadas por partículas lamelares, com a evaporação da água essas partículas sedimentam orientadamente, isto é, tem uma orientação preferencial paralelas umas as outras intensificando seus picos diagnósticos.

Foram preparadas três lâminas de cada amostra, sendo elas, natural, aquecida e glicolada, para uma melhor análise do comportamento do mineral presente no solo. As lâminas naturais após a secagem ao ar foram submetidas diretamente à difração de raios-X sem nenhum tratamento específico. As lâminas aquecidas foram colocadas na mufla a uma temperatura de 550Cº por um período de 04 horas e em seguida foi realizado o ensaio. As lâminas glicoladas foram submetidas a uma atmosfera de etilenoglicol por um período de 24 horas e em seguida levadas para a realização do ensaio. Os tratamentos por meio de aquecimento e glicolagem foram realizados nas lâminas, pois alguns minerais comportam-se de forma diferenciada quando submetidos ao tratamento térmico e outros são identificados por adsorverem entre as camadas basais o etilenoglicol que promove a expansão das mesmas. Todo esse processo de preparação das lâminas foi realizado no Laboratório de Geotecnia e Meio Ambiente da PUC-Rio.

As análises foram realizadas em um difratômetro da Siemens, modelo D-5000, Figura 4-2, com as seguintes características:

- tubo de raios-X de cobre ($K\alpha_1=1,5406$ Angström);
- filtro monocromado de grafite;
- passo: $0,02^\circ 2$ theta/1seg.;
- detector de cintilação;

- corrente elétrica de 30mA;
- tensão de 40kV.



Figura 4-2 – Difratômetro de raios-X.

4.4.3. MEV – Microscópio eletrônico de varredura

A técnica da microscopia eletrônica de varredura (MEV) permite uma observação das amostras ampliadas em muitas vezes com boa resolução de imagens, proporcionando a caracterização morfológica dos constituintes da rocha. Essa técnica acoplada ao analisador de energia dispersiva (EDS) contribui significativamente na identificação da constituição química do mineral, pois permite a análise detalhada do mesmo, assim como suas alterações.

O uso em conjunto do EDS com o MEV é de grande importância na caracterização petrográfica e estudo petrológico na geociências. Enquanto o MEV proporciona nítidas imagens, o EDS permite sua imediata identificação. Além da identificação mineral, o equipamento ainda permite o mapeamento da distribuição de elementos químicos por minerais gerando mapas composicionais dos elementos desejados (Alves, 2006).

O princípio de funcionamento do MEV consiste na incidência de um feixe de elétrons de alta energia na superfície da amostra onde ocorre uma interação e parte do feixe é refletido e coletado pelo detector. As imagens são normalmente obtidas por elétrons secundários (ES) que provém de interações inelásticas entre os elétrons e a amostra ou podem ser adquiridas por elétrons retroespalhados (BSE) que provém de interações elásticas entre os elétrons. As imagens obtidas por elétrons secundários são mais utilizadas no MEV, pois fornecem imagem de maior resolução com impressão tridimensional e fácil

interpretação. Já as imagens por BSE apresentam contraste de composição presente nas amostras analisadas.

Para a realização do ensaio, pequenos torrões de cada amostra de solo (02, 03 e 04) foram colocados na estufa a 40°C por um período mínimo de 72 horas, tempo suficiente para secar as amostras com temperatura que não comprometesse as características dos argilominerais presentes nas amostras.

Em seguida as amostras foram encaminhadas ao laboratório do DCMM – Departamento de Ciências dos Materiais e Metalurgia da PUC-Rio e fixadas sobre um porta amostra metálico onde foram metalizadas com uma fina camada de ouro de forma a torná-las condutoras. As amostras foram dispostas num equipamento da marca Zeiss DSM 960, Figura 4-3, e então foram realizadas as análises.



Figura 4-3 – Microscópio Eletrônico de Varredura.

Ressalta-se aqui, que as amostras foram preparadas em torrões e não em lâminas, como ocorre normalmente, pois a forma de torrões permite uma visão espacial da disposição dos argilominerais presentes na amostra.

4.4.4. Micromorfologia dos solos

A micromorfologia dos solos destina-se a análise microscópica de materiais provenientes de amostras indeformadas em lâminas delgadas. Ela estuda as microorganizações pedológicas, pois permite detalhar o arranjo dos constituintes (esqueleto, plasma e fundo matricial) dos agregados, presentes nos horizontes de solo, suas relações e grau de preservação face as adições ou perdas. Isso gera uma contribuição importante nas deduções dos processos pedológicos envolvidos (Bertolino, 2004).

De acordo com Castro (2002), em resumo, os objetivos fundamentais da micromorfologia dos solos são:

- identificar, nas diferentes frações, os constituintes dos solos;
- definir as relações existentes entre os constituintes (tipos de organização, hierarquia e cronologia das organizações);
- formular hipóteses ou demonstrações com relação à dinâmica genética e evolutiva dos solos, buscando esclarecer controvérsias sobre origem, evolução e comportamento do mesmo.

Esses estudos são realizados através de equipamentos ópticos e vêm avançando expressivamente na análise qualitativa e quantitativa da estrutura do solo e de sua porosidade, principalmente com o surgimento da análise de imagens por meio digital.

O ensaio consiste na análise de lâminas delgadas de solo de amostras indeformadas. Para a confecção dessas lâminas foram moldados cuidadosamente blocos em dimensões de 11 x 5,5 x 3,5 cm (caixa tipo Kubiena) e transportados para o Laboratório de Laminação do Departamento de Geologia da UFRJ. No laboratório os blocos foram secos ao ar e impregnados a vácuo com uma mistura de resina do tipo epóxi, solvente (álcool etílico) na proporção de 5:2:1 e endurecedor. A essa mistura de impregnação foi adicionado o azul de metileno (corante) que colabora significativamente na caracterização e estimativa da porosidade, pois penetra nos poros do solo identificando-os. As amostras quando necessário foram re-impregnadas. Após esse processo as lâminas delgadas, dimensões de 6 x 2,5 cm, foram confeccionadas e depois analisadas através do microscópio petrográfico no Laboratório de Microscopia Óptica do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF, Rio de Janeiro, com o objetivo de examinar o arranjo espacial dos constituintes do solo, assim como a sua porosidade.

4.5. Ensaio de curva característica de sucção

A curva característica de sucção representa a relação entre a variação do teor de umidade e a sucção do solo. De acordo com Marinho (1997) *“a pressão isotrópica da água intersticial, fruto de condições físico-químicas, que faz com que o sistema água/solo absorva ou perca água, dependendo das condições ambientais, aumentando ou reduzindo o grau de saturação”* pode ser definida como sucção. Normalmente ela é dividida em matricial e osmótica, sendo esta

dependente da concentração química do solo e aquela dependente da estrutura e da composição. A sucção matricial é definida como a diferença entre a pressão de ar e a pressão de água nos vazios e desaparece com a saturação do material. A soma da sucção matricial com a osmótica é denominada sucção total e pode ser expressa através da equação (4-5):

$$S_t = S_m + S_{om} , \quad (4-5)$$

onde, S_t = sucção total, S_m = sucção matricial e S_{om} = sucção osmótica

De Campos *et al.* (1992) diz que a sucção mátrica pode ser composta por duas parcelas: sucção capilar e sucção de adsorção, conforme a equação (4-6):

$$S_m = S_c + S_{ad} , \quad (4-6)$$

onde, S_m = sucção matricial, S_c = sucção capilar e S_{ad} = sucção adsorvida

De acordo com De Campos *et al.* (1997) a sucção capilar está diretamente ligada com o nível macroestrutural do solo, isto é, está relacionada com os poros interligados por onde a água flui devido ao gradiente de pressão capilar. Já a sucção de adsorção está ligada à hidratação dos argilominerais, ou seja, possui relação direta com o nível microestrutural.

Dentre as diferentes técnicas e equipamentos utilizados para a determinação da sucção do solo, foi utilizada nessa pesquisa o método do papel filtro (De Campos *et al.*, 1992; Marinho, 1997; Villar 2002, Ramidan, 2003). Nesse método, de acordo com Marinho (1994), o princípio utilizado se baseia em colocar um solo em contato com um material poroso que tenha capacidade de absorver água, isto é, a água do solo passa para o material poroso até o equilíbrio total do conjunto. Nesse estado de equilíbrio tanto o material poroso quanto o solo terão a mesma sucção, mas as umidades serão diferentes. Através da relação entre a umidade e a sucção do material poroso é possível determinar a sucção do solo, a mesma do material poroso (papel filtro), por meio da curva de calibração que é definida por equações de acordo com o papel filtro utilizado.

O ensaio de curva característica de sucção pelo método do papel filtro foi realizado no Laboratório de Geotecnia e Meio Ambiente da PUC-Rio. A moldagem foi realizada por meio da “cravação”, nos blocos de solo, de anéis de metal com dimensões médias de 4,7 cm de diâmetro e 2,0 cm de altura e massa aproximada de 13 g. Paralelamente a esse procedimento, o material proveniente da moldagem foi disposto em cápsulas para a determinação da umidade.

O conjunto (anel + solo) foi envolvido com filme plástico e disposto em uma caixa de isopor para manter a umidade natural do solo até que fossem obtidos os valores das umidades correspondente a cada anel. Com base nesses resultados foram estimadas as quantidades de água, considerando uma faixa de teor de umidade entre o valor residual e de saturação, que deveriam ser acrescidas ou retiradas da amostra.

Após a adição ou retirada de água, sendo esta última pela secagem ao ar, o material foi novamente envolvido em filme plástico e disposto na caixa de isopor para que a umidade fosse totalmente distribuída no interior do corpo de prova de maneira uniforme. Essa etapa foi executada em três dias.

Em seguida, o papel filtro proveniente diretamente da caixa foi colocado cuidadosamente em cada anel (topo e base) e mais uma vez os anéis foram vedados e dispostos em repouso por 08 dias para que assim ocorresse a equalização da sucção nas amostras. Após esse período os papéis-filtro úmidos de cada amostra foram pesados em uma balança com precisão de 0,0001 g e dispostos na estufa por no mínimo 02 horas a uma temperatura entre 100° e 110°C. Logo após, eles foram retirados da estufa e pesados novamente para que fosse determinada a sucção do solo. Os corpos de prova utilizados em todo o processo do ensaio também foram colocados na estufa para a determinação da umidade final do solo.

Com a obtenção dos dados, provenientes desse ensaio, foram plotadas as curvas características de sucção de cada amostra de solo. Com base nos pontos dessas curvas foi observada a necessidade de refazer o ensaio outras vezes para que as curvas obtidas se tornassem mais adequadas.

4.6. Ensaio de tração – Método Brasileiro

O ensaio de compressão diametral ou Método Brasileiro foi desenvolvido em 1950 para analisar a resistência à tração do concreto. Mais tarde, o mesmo método foi utilizado para solos e rochas (Krishnayya & Eisenstein, 1974; Maciel, 1991; Aluko & Koolen, 2000; Favaretti, 1995; Vilar, 2002; Ramidan, 2003).

De acordo com Krishnayya e Eisenstein (1974), o ensaio brasileiro já foi utilizado para a determinação da resistência à tração em diferentes tipos de materiais. Eles afirmam que esse ensaio tem muitas vantagens em relação a outros métodos utilizados para a avaliação do mesmo parâmetro, tais vantagens são: facilidade na preparação e manuseio da amostra, o equipamento

necessário para a execução do ensaio é semelhante ao utilizado para o ensaio da compressão simples, a ruptura é relativamente insensível às condições de superfície e planos de compactação da amostra e tem início na região de tração considerada relativamente uniforme, os resultados são mais consistentes do que os obtidos em outros tipos de ensaio e, para materiais frágeis, o ensaio está apto a fornecer boas medidas de resistência uniaxial.

Teoricamente, o método consiste na aplicação da carga em corpos cilíndricos, perpendicular aos eixos verticais de simetria, na qual a tensão exercida é a resistência à tração e pode ser expressa utilizando-se a relação expressa pela equação (4-7):

$$\sigma_t = \frac{2P}{\pi dh}, \quad (4-7)$$

onde: P = carga máxima do ensaio de compressão diametral; d = é o diâmetro da amostra; h = altura ou espessura da amostra.

Segundo Krishnayya & Eisenstein (1974), a relação citada acima não é rigorosamente adequada para materiais que possuem módulos de elasticidade diferentes, na tração e na compressão, como é o caso dos solos.

Nesse caso não há diferenças significativas, pois o objetivo principal desse trabalho não é a determinação precisa do valor da resistência à tração, mas uma avaliação qualitativa dos resultados de forma a correlacionar a resistência à tração do solo obtida aqui, com o teor de umidade das amostras de solo e, conseqüentemente, a sucção correspondente obtida nas curvas características de sucção.

Dessa forma, os ensaios foram realizados em amostras de diâmetro de 7,15 cm e espessura/altura de 2,0 cm, adotando o mesmo procedimento utilizado por Maciel (1991). Destaca-se aqui, que na amostra 02 a maioria dos corpos de prova foi moldada com dimensões inferiores as demais amostras (diâmetro de 5,05 cm e espessura/altura de 2,0 cm) devido a pouca quantidade de material. Os corpos de prova foram moldados cuidadosamente nos blocos indeformados e do material proveniente da moldagem foram determinadas suas respectivas umidades. Em seguida, as amostras foram colocadas na prensa e então aplicada a carga com velocidade controlada de 2 mm/min (Maciel, 1991) onde as leituras da carga aplicada foram realizadas por uma célula de carga acoplada a um sistema de aquisição de dados. Após o rompimento da amostra a mesma foi pesada e levada à estufa por um período de 24 horas para que a umidade fosse determinada.

4.7. Ensaio de desagregabilidade

Este ensaio tem por objetivo a análise do comportamento das amostras de solo sob a influência da água. A metodologia aqui adotada é a mesma utilizada por Ramidan (2003), Brant (2005), Oliveira (2006), entre outros.

O ensaio consistiu na moldagem de corpos de prova de forma cúbica com dimensões de 6,0 cm de lado, provenientes de blocos indeformados, correspondentes as amostras de solo 02, 03 e 04. Após a moldagem eles foram dispostos em duas bandejas com água, cada uma com um corpo de prova de cada amostra, onde foi aplicado o seguinte procedimento:

Na primeira bandeja, cada corpo de prova foi colocado sobre uma pedra porosa com papel filtro sobreposto, inicialmente sob o mesmo nível d'água correspondente à altura da base das amostras. O conjunto permaneceu nessas condições por um período de 30 minutos e em seguida o nível d'água foi elevado até atingir $1/3$ da altura total da amostra onde foi mantido por 15 minutos.

Após isso, a amostra foi imersa por mais $1/3$ de sua altura total de forma que $2/3$ de sua altura estivessem submersos e então mantidos por mais 15 minutos. Por último, o nível d'água foi aumentado de mais $1/3$ totalizando $3/3$ da altura da amostra, isto é, imersão total da mesma. Os corpos de prova ficaram submetidos a essas condições até 24 horas após o início do ensaio.

Na segunda badeja, as três amostras também foram dispostas sobre suas respectivas pedras porosas cobertas por papel filtro e em seguida submersas totalmente por um período de 24 horas, onde foram registrados os comportamentos das amostras nos períodos correspondentes a 15, 30 e 60 minutos.