



## USO DE TOMÓGRAFOS DE RAIOS-X EM RESOLUÇÃO NANOMÉTRICA E MICROMÉTRICA PARA INVESTIGAR, EM DUAS E TRÊS DIMENSÕES, O ESPAÇO POROSO E A ÁGUA NO INTERIOR DE AMOSTRAS DE SOLO

C.L. Tseng<sup>1</sup>, C.P. Fernandes<sup>2</sup>, A.C. Moreira<sup>3</sup>, R.H. Gounella<sup>4</sup>, C.P.M. Vaz<sup>5</sup>, S. Crestana<sup>6</sup>

- (1) Universidade de São Paulo, USP, Avenida Trabalhador São-carlense, 400, 13566-590, São Carlos, SP, chienlt86@gmail.com
- (2) Universidade Federal de Santa Catarina, UFSC, Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas-EMC, 88040-900, Florianópolis, SC, celso@lmpt.ufsc.br
- (3) Universidade Federal de Santa Catarina, UFSC, Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas-EMC, 88040-900, Florianópolis, SC, anderson@lmpt.ufsc.br
- (4) Universidade Federal de São Carlos, UFSCar, Rodovia Washington Luís, km 235, 13565-905, São Carlos, SP, rodrigorhg@gmail.com
- (5) Embrapa Instrumentação, Rua Quinze de Novembro, 1452, Centro, 13560-970, São Carlos, SP, carlos.vaz@embrapa.br
- (6) Embrapa Instrumentação, Rua Quinze de Novembro, 1452, Centro, 13560-970, São Carlos, SP, silvio.crestana@embrapa.br

**Resumo:** O uso da tomografia de raios-X tem se mostrado uma técnica muito útil em estudos de solos, de modo não-destrutivo, na escala milimétrica. Um dos interesses do estudo mostrado nesse trabalho é investigar a matriz sólida de amostras de solo, não-invasivamente, caracterizando-a do ponto de vista de seus microporos e ao mesmo tempo, quando umedecidas, procurar visualizar a distribuição de água no interior dos poros, bi e tridimensionalmente. Também de grande importância é a compreensão dos mecanismos físico-químicos determinantes na retenção de água e movimento de solutos no interior dos poros dos solos. Mais recentemente, com o advento de tomógrafos comerciais de alta resolução, tem sido possível obter imagens não-destrutivas, em laboratório, na escala micrométrica. Além disso, de modo inédito, foram obtidas as primeiras imagens do interior de agregados do solo, em escala nanométrica, fazendo-se uso de um tomógrafo de Raios-X em resolução nanométrica.

**Palavras-chave:** microtomografia, nanotomografia, porosidade, retenção de água, raios-X.

### **USE OF AN X-RAY NANOTOMOGRAPH AND MICROTOMOGRAPHY TO INVESTIGATE, IN TWO AND THREE DIMENSIONS, THE POROUS SPACE AND THE WATER WITHIN SOIL SAMPLES**

**Abstract:** X-ray tomography has been shown a very useful technique for studying soils, non-destructively, at millimeter scale. One of the interests of the study showed in this work is to investigate the solid matrix of soil samples, non-invasively, characterizing them from the point of view of its micropores and, at the same time, after wetted, try to visualize the distribution of water within the pores, bi and tri-dimensionally. Also, of great importance, is the comprehension of the physico-chemical mechanisms associated to the water retention and movement of solutes within the soil pores. More recently, with the advent of high resolution commercial tomographs, it has been possible to obtain non-destructives images, in laboratory, at micrometer scale. Moreover, in a pioneering way, the first images of the interior of soil aggregates were performed employing an X-ray tomography at nanometer resolution.

**Keywords:** microtomography, nanotomography, porosity, water retention, X-ray.

### **1. Introdução**

O solo é um material complexo, pois é composto da interação de partículas minerais, materiais orgânicos, água e ar e, simultaneamente, são estabelecidas no seu interior atividades físicas, químicas e biológicas, as quais propiciam o desenvolvimento da vida vegetal e animal. Entender o comportamento da água e de solutos no interior do espaço poroso é uma fronteira do conhecimento. Neste contexto, o uso de técnicas e métodos de imagem não-destrutivos, minimamente invasivos, é de grande valia. Destaca-se, nesse objetivo, a micro e a nanotomografia computadorizada de raios-x como instrumentações avançadas que permitem a medição de diversas propriedades físicas do solo.

Cnudde & Boone (2013) destacam algumas vantagens e limitações dos micros CTs como: permitir a visualização e a análise tridimensional de objetos opacos, ser uma técnica não destrutiva mas também ainda depender

dos operadores na aquisição de imagem e a presença de ruídos e artefatos nas imagens. Acredita-se que no futuro próximo uma série de limitações poderão ser reduzidas na medida em que as tecnologias e pesquisas progredam. Quanto à trabalhos relacionados ao uso de nanotomografia de raios-X, em laboratório, são bastante escassos no âmbito global (HELLIWELL et al., 2013).

Pires et al. (2010) apresentam uma boa revisão das principais publicações, iniciativas e realizações brasileiras no campo da tomografia aplicada à solos, nos primeiros 25 anos de tomografia de solos no Brasil. A Embrapa Instrumentação tem liderado a construção e uso de tomógrafos dedicados a solos. Macedo (1997) em trabalho pioneiro apresenta a construção de um microtomógrafo de raios-X, de primeira geração, obtendo as primeiras imagens de meios porosos em resolução micrométrica. Wildenschild et al. (2002), mostraram as vantagens e limitações de vários sistemas de tomógrafo em diferentes tamanhos de amostra. Recentemente, Vaz et al. (2011) realizaram estudos utilizando microtomógrafo de raios-X – Skyscan (Bélgica), contribuindo na quantificação de porosidade e sua distribuição para dois solos brasileiros. O tempo de processamento e a qualidade de imagem ainda constituem algumas limitações (SLEUTEL et al., 2007; CNUDDÉ & BOONE, 2013). No entanto, aproveitando-se das oportunidades que os equipamentos de microtomografia de raios-X propiciam várias pesquisas tem sido desenvolvidas, com contribuições de vanguarda, no Brasil. Paulo Lasso (2011) utilizou a microtomografia para caracterizar resíduos da construção civil e de demolição reciclados visando utiliza-los para uso agrícola. Pesquisadores da Universidade Federal de Santa Catarina tem se destacado no uso da microtomografia em estudos não-destrutivos de meios porosos, principalmente meios rochosos (FERNANDES et al., 2012). Zubeldia (2013) na Universidade de Brasília, utilizou imagens tomográficas, em escala micrométrica e autômatos celulares bidimensionais para gerar meios porosos artificiais. Tseng (2013) utilizando-se de dois tomógrafos comerciais diferentes avaliou várias amostras de solo sob diversos manejos agrícolas. Utilizando-se das imagens tomográficas foi capaz de estabelecer correlações com a qualidade do solo e possíveis impactos ambientais das atividades agrícolas. Mais recentemente, com o advento de impressoras 3D, tornou-se possível reproduzir a matriz sólida do solo, a partir de imagens tomográficas obtidas de amostras de solo real. Portanto, a associação dos equipamentos de tomografia com as impressoras 3D abrem enormes possibilidades de realização de pesquisas e ensaios não destrutivos de meios porosos incluindo modelagem e simulação conforme pioneiramente demonstrado por Ozelim (2014).

O objetivo desse estudo foi realizar um ensaio preliminar da aplicação de micro e nanotomografia de raios-X para visualização de solo seco e umedecido. Finalmente, espera-se com esse trabalho proporcionar novas oportunidades para estudos qualitativos e quantitativos de solo por meio de tecnologias não invasivas, em multiescala, do nanômetro ao micrômetro.

## 2. Material e Métodos

### 2.1. Tomógrafos de raios-X em resolução nanométrica e micrométrica na obtenção de imagens tomográficas

A aquisição das projeções e a reconstrução das respectivas imagens bidimensionais foram obtidas a partir da utilização de três equipamentos: 1) Nanotomógrafo de Xradia modelo Ultra XRM-L200; 2) Microtomógrafo de Xradia modelo Versa XRM-500 ambos pertencentes ao Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas (LMPT) da Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Florianópolis e 3) Microtomógrafo de raios-x Skyscan, modelo 1172, da Embrapa Instrumentação Agropecuária - São Carlos. Para realizar os primeiros ensaios com solos foram conduzidos experimentos em multiescala abrangendo uma faixa de resolução ampla, que variou do micrômetro ao nanômetro.

### 2.2. Preparação de amostras de solo

#### 2.2.1. Microtomografia

Preparou-se a amostra seca a partir de um bloco de solo natural, donde foi inserido um anel acrílico pré-confeccionado, com o diâmetro interno de 8 mm por 12 mm de altura aproximadamente. Em seguida, esse anel de solo foi colocado na estufa para secar à 80° Celsius durante 48 horas. Depois disso a amostra foi introduzida em uma solução de KI (Iodeto de potássio) a 1%, durante 48 horas. E por fim, embrulhou-se a amostra com o Parafilm®, procurando vedá-la de forma a minimizar o processo de evaporação ou vazamento da solução durante o experimento.

#### 2.2.2. Nanotomografia

Visando-se adquirir imagens no interior do nanotomógrafo Xradia Ultra XRM-L200 foi necessário que a amostra passasse por uma preparação prévia. Com esse fim, partindo-se de uma amostra de solo seco ao ar, procedeu-se à segmentação da mesma até atingir dimensões micrométricas, resultando em um agregado de solo. Em seguida o agregado foi submetido três vezes a um processo de ablação a laser até atingir o formato de “escada”, que é considerada a forma mecânica mais resistente que a do simples cilindro.

### 3. Resultados e Discussão

#### 3.1 Microtomografia de solos secos e umedecido

Inicialmente, foi realizado um experimento em multiescala para obter imagens de diferentes resoluções (Figura 1), com o intuito de verificar o potencial dos equipamentos para os fins desse trabalho, assim como escolher a resolução mais adequada, considerando equipamento, qualidade da imagem e tempo de aquisição.

Dessa forma, as duas resoluções que melhor representaram a morfologia do interior do solo foram de  $2\mu\text{m}$ , obtida na UFSC, e  $5\mu\text{m}$  na Embrapa – Instrumentação. Levando-se em consideração o tempo de aquisição das imagens e a logística de transporte das amostras, foi adotada a resolução de  $5\mu\text{m}$  como ideal para as aquisições.

Observou-se na microtomografia que, a presença de água pura (Figura 1) no solo não é visualmente tão evidente quanto à solução de iodeto de potássio (KI, 1%) (Figura 1). Portanto, pode-se dizer que foi mais vantajosa a inserção da solução de KI no solo visando-se melhorar o contraste da imagem, distinguindo as diferentes fases em contato com a matriz sólida do solo. Embora ainda outros estudos se façam necessários, pode-se antecipar que esses resultados são muito promissores para estudos qualitativos e quantitativos no que se refere ao espaço poroso e sua ocupação com água e solutos.

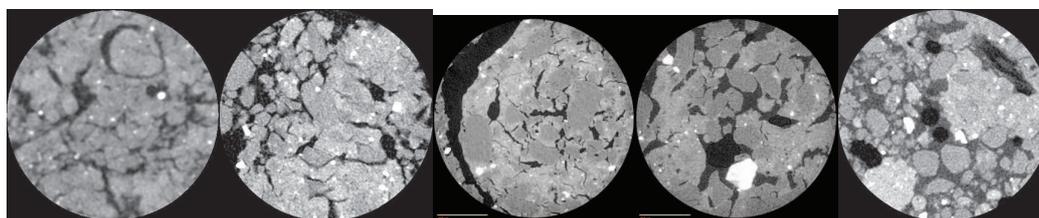


Figura 1. Análise morfológica de amostras de solo seco em multiescala:  $24\mu\text{m}$ ;  $5\mu\text{m}$  e  $2\mu\text{m}$  e solo umedecido com água e solução de KI a 1%.

#### 3.2 Nanotomografia de um solo seco

Embora o método de preparação de amostra utilizado para o nanotomógrafo possivelmente tenha causado perturbações na mesma, foi possível obter imagens tomográficas com resolução de 64 nanômetros, mostrando a presença de espaços vazios no interior de agregados ou estruturas sólidas (Figura 2). Pode-se considerar como um resultado promissor, pois certamente envolvem fenômenos que ainda não foram explorados nessa escala de experimentação, minimamente invasivas. Procura-se, no momento, preparar agregados do solo, o mais naturalmente possível, de modo a investigá-los utilizando-se da nanotomografia.

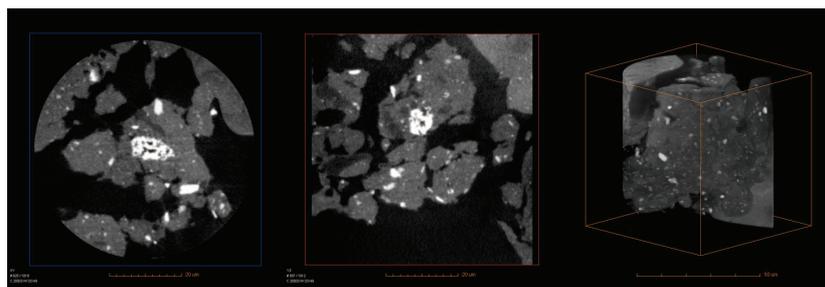


Figura 2. Análise morfológica em planos diferentes de uma nanotomografia de solo com resolução espacial de 64nm e reconstrução 3D.

### 4. Considerações finais

Conforme os resultados mostrados, pode-se concluir que, a micro e nanotomografia de raios-x são ferramentas com grande potencial para estudos de poros e água nos seus interiores. Como continuidade dos estudos busca-se quantificar as imagens tomográficas visando-se correlacionar a porosidade com a retenção da água no solo. Além disso, no caso da tomografia em resolução nanométrica de raios-x, pretende-se explorá-lo para investigar o interior de agregados do solo a partir do desenvolvimento de método de preparação que não traga perturbações ao mesmo, como o caso da ablação a laser empregada nesse trabalho.

## Agradecimentos

À Embrapa Instrumentação – São Carlos e ao Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas (LMPT) da Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Florianópolis pela concessão de equipamentos e apoio técnico. Aos técnicos do Laboratório de Técnicas Nucleares, Paulo Renato Orlandi Lasso e Luis Francisco Mattêo Ferraz pelo apoio técnico, aos revisores do artigo pelas sugestões e recomendações e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo suporte financeiro.

## Referências

- CNUUDE, V.; BOONE, M. N. High-resolution X-ray computed tomography in geosciences: A review of the current technology and applications. *Earth-Science Review*, v. 123, p. 1-17, 2013.
- FERNANDES, C. P.; MOREIRA, A.C.; MANTOVANI, I.F.; APPOLONI, C. R.; FERNANDES, J. S.; SOUZA, M. K.; DOS SANTOS, V. S. S. Caracterização do sistema poroso de rochas reservatório com microtomografia computadorizada de raios-X. *Boletim de Geociências da Petrobras(impresso)*, v.20, p.129, 2012.
- HELLIWELL, J. R.; STURROCK, C. J.; GRAYLING, K. M.; TRACY, S. R.; FLAVEL, R. J.; YOUNG, I. M.; WHALLEY, W. R.; MOONEY, S. J. Application of X-ray computed tomography for examining biophysical interations and structural development in soil systems: a review. *European Journal of Soil Science* v.64, p. 279-297, 2013.
- LASSO, P.R.O. Avaliação da utilização de resíduos de construção civil e de demolição reciclados como corretivos de acidez e condicionadores de solo. Tese doutorado em Ciências. Centro Energia Nuclear na Agricultura da Universidade de São Paulo, Piracicaba. 2011,122 p.
- MACEDO, A. Construção e uso de um tomógrafo com resolução micrométrica para aplicações em ciências do solo e do ambiente. Tese. Ciências da Engenharia Ambiental, EESC-Universidade de São Paulo São Carlos. 1997. 129 p.
- OZELIM, L.C. de S.M. Concepção e validação de um modelo matemático-digital para o meio poroso por meio de microtomografia, autômatos celulares e impressões 3D. Tese(Doutorado) em Geotecnia. Universidade e Brasília, Brasília, DF, 2014, 124p.
- PIRES, L.F.; BORGES, J.A.R.; BACCHI, O.O.S.; REICHARDT,K. Twenty-five years of computed tomography in soil physics: a literature review of Brazilian contribution. *Soil & Tillage Research*, v. 110, p.197-210, 2010.
- SLEUTEL, S.; CNUUDE, V.; MASSCHAELE, B; VLASSENBROEK, J.; DIERICK, M.; VAN HOOREBEKE, L.; JACOBS, P.; DE NEVE, S. Comparison of different nano- and micro-focus X-ray computed tomography set-ups for the visualization of the soil microstructure and soil organic matter. *Coumputer & Geosciences* v. 34, p 931-938, 2008.
- TSENG, C.L. Tomografia computadorizada de raios-X aplicada à análise da qualidade ambiental de solo no entorno da Usina Hidrelétrica de Ilha Solteira-SP. Dissertação(Mestrado) em Ciências da Engenharia Ambiental. EESC-Universidade de São Paulo, São Carlos, 2013, 92p.
- VAZ, C. M. P.; De MARIA, I.C.; LASSO, P.O.;TULLER,M. Evaluation of an advanced benchtop micro-computed tomography system for quantify porosities and pore-size distribution of two Brazilian oxisols. *Soil Sci. Soc. Am. J.* v.75, p.832-841, 2011.
- WILDENSCHILD, D; VAZ, C. M. P.; RIVERES, M. L.; RIKARD, D.; CHRISTENSEN, B. S. B. Using X-ray computed tomography in hidrology: systems, resolutions and limitations. *Journal oh Hidrology* v. 267, p. 285-297, 2002.
- ZUBELDIA, E.H. Uso dos autômatos celulares bidimensionais e imagens tomográficas na geração de meios porosos artificiais. Dissertação(Mestrado) em Geotecnia. Universidade de Brasília, Brasília, DF. 2013, 93 p.