

Laboratório de ^{14}C .
Técnicas e Aplicações em Estudos
Paleoambientais.

ÍNDICE

	Página
APRESENTAÇÃO.....	1
I. DATAÇÃO POR ^{14}C	3
Histórico e Conceitos Principais.....	3
II. ISÓTOPOS ESTÁVEIS DO CARBONO DA MATÉRIA ORGÂNICA DO SOLO. USO COMO INDICADORES DE TROCAS DE VEGETAÇÃO E CLIMA.....	6
1. Conceitos básicos.....	6
2. Fracionamento isotópico do carbono pelas plantas.....	7
2.1. <i>Fracionamento pelas plantas C_3</i>	7
2.2. <i>Fracionamento pelas plantas C_4</i>	7
2.3. <i>Fracionamento pelas plantas CAM</i>	8
Referências Bibliográficas.....	8
III. DINÂMICA DE VEGETAÇÕES NO SUL DO AMAZONAS NO QUATERNÁRIO RECENTE INDICADA PELOS ISÓTOPOS DO CARBONO (^{12}C , ^{13}C , ^{14}C).....	10
1. Introdução.....	10
2. Área de estudo.....	10
3. Material e Métodos.....	12
3.1. <i>Amostragem e preparo do solo</i>	12
3.2. <i>Análises granulométricas</i>	12
3.3. <i>Determinação do carbono orgânico total</i>	12
3.4. <i>Composição isotópica ($\delta^{13}\text{C}$)</i>	13
3.5. <i>Análise do ^{14}C</i>	13
3.5.1. Fracionamento granulométrico - solo total.....	13
3.5.2. Extração química da humina.....	14
3.5.3. Síntese de benzeno.....	14
3.5.4. Cálculo da idade ^{14}C	15
4. Resultados e Discussão.....	16
4.1. <i>Análise isotópica dos solos</i>	16
4.2. <i>Análise do ^{14}C dos solos</i>	18
4.3. <i>Interpretação paleoclimática</i>	20
5. Conclusões.....	22
Referências Bibliográficas.....	23
IV. DETERMINAÇÕES DAS ATIVIDADES DO ^{14}C DE "FALLOUT" NOS HEMISFÉRIOS NORTE E SUL.....	26
1. Introdução.....	26
2. Estudos da atividade do ^{14}C do "fallout".....	26
2.1. <i>Estudos da atividade do D^{14}C em anéis de crescimento anuais de árvores</i>	28
3. Dendrocronologia.....	29
3.1. <i>Histórico, princípios e aplicações</i>	29
3.2. <i>Princípios e aplicações da densitometria de raios-X em anéis de crescimento de árvores</i>	31
4. Isótopos estáveis em anéis de crescimento de árvores.....	31
5. Metodologia.....	32
5.1. <i>Coleta e preparo das amostras para exames dendrocronológicos</i>	32
5.1.1. Amostragem não destrutiva.....	32
5.1.2. Amostragem destrutiva.....	33
5.2. <i>Análise macro e microscópica e mensuração dos anéis de crescimento</i>	35
5.3. <i>Análise densitométrica das amostras de madeira</i>	36
5.4. <i>Preparo químico das amostras de madeira para análises de ^{14}C e $\delta^{13}\text{C}$</i>	37
Referências Bibliográficas.....	39

APRESENTAÇÃO

O laboratório de ^{14}C do CENA/USP foi implantado no início de 1990 após intercomparações de resultados com laboratórios do exterior. Em 1992 também participou com sucesso de uma intercomparação laboratorial internacional de resultados, coordenada pela Agência Internacional de Energia Atômica de Viena, com mais 68 participantes. Desde o início das atividades foram analisadas cerca de 800 amostras que incluem conchas, corais, carbonatos de água subterrânea, carvões, madeiras, ossos, sedimentos, solos, turfas, etc, sendo cerca de 70% destinadas aos projetos de pesquisas do laboratório. Características analíticas dos equipamentos de contagem como eficiência, nível de radiação de fundo, etc, foram mantidas constantes durante todos os anos até o presente.

A principal linha de pesquisa consiste na aplicação dos isótopos do carbono dos solos (^{12}C , ^{13}C , ^{14}C) nos estudos de reconstrução paleoambiental (vegetação e clima) desde a região sul do Brasil até a Amazônia. Resultados das pesquisas efetuadas até o momento indicaram o predomínio de plantas de ciclo fotossintético C_4 (gramíneas) desde aproximadamente 11000 anos atrás até cerca de 6000-4000 anos em Londrina, Paraná e Piracicaba e Jaguariúna, São Paulo, cuja vegetação de cobertura atual é de floresta natural. Tais trocas foram relacionadas a provável presença de um período climático mais seco do que o atual desde o final do Pleistoceno até o Holoceno médio. Posteriormente observou-se o predomínio de vegetação C_3 (floresta) que se mantém no presente, provavelmente devido ao retorno de um período mais úmido. Na região Amazônica (no estado de Rondônia e em Humaitá, sul do estado do Amazonas) os dados isotópicos do solo indicaram o predomínio de vegetação C_3 desde 17000 anos atrás até aproximadamente 9000-8000 anos, que relacionou-se com a presença de um clima úmido. A partir de aproximadamente 8000 até 3000 anos verificou-se o predomínio de vegetação C_4 , sugerindo a presença de um clima seco. Após esse período os dados indicaram o predomínio de vegetação C_3 e conseqüente retorno a um clima mais úmido e similar ao encontrado atualmente na região norte do Brasil. Estes dados apresentaram-se concordantes com informações paleoclimáticas obtidas por outras técnicas na região central e norte (Amazônia). Em algumas localidades circunvizinhas às estudadas, não foram observadas a influência de gramíneas C_4 no mesmo período, sugerindo escala local nos processos de expansão e regressão dos ecossistemas floresta-campo.

As pesquisas futuras do laboratório incluem o uso dos isótopos do carbono dos solos e das plantas em estudos de reconstrução paleoambiental no Quaternário recente, na Amazônia e na região Nordeste, enfatizando-se também a caracterização isotópica ($\delta^{13}\text{C}$) e botânica das plantas e a composição isotópica (^{13}C , ^{14}C) do CO_2 do solo. Pretende-se também desenvolver estudos paleoclimáticos em ambientes lacustres e terrestres empregando técnicas como a palinologia e a antracologia; estudos da relação cronológica entre a humina e os carvões de latossolos, visando informações sobre seu desenvolvimento e formação; estudos das variações de $\delta^{13}\text{C}$ e da atividade do ^{14}C em anéis de crescimento de *Araucaria angustifolia*,

desde o início do século até o presente nas regiões sul e sudeste do Brasil, com o objetivo de verificar eventuais mudanças climáticas.

Este texto apresenta-se em 4 capítulos. O primeiro e o segundo referem-se aos conceitos básicos das técnicas de datação por ^{14}C e dos isótopos estáveis ^{12}C e ^{13}C do solo, com ênfase aos estudos paleoambientais. No terceiro e quarto capítulos encontram-se duas aplicações na área de reconstrução paleoambiental (vegetação e clima), cujos trabalhos estão sendo desenvolvidos em distintas regiões do Brasil.

I. DATAÇÃO POR ^{14}C

Pessenda, L.C.R.; Lisi, C.S.; Gouveia, S.E.M.

Histórico e Conceitos Principais

Desde 1950, quando o método de datação por ^{14}C foi colocado em prática, tornou-se a principal ferramenta para a determinação cronológica de episódios originados a aproximadamente 40000-50000 anos passados, nas áreas de arqueologia, geologia, paleobotânica, paleoclimatologia, etc.

A invenção do método é creditada a W.F. Libby (1908-1980) em 1949, pelo qual recebeu em 1960 o Prêmio Nobel em Química (1) .

O método tem por base a contínua produção do carbono radioativo (^{14}C) na alta atmosfera, pela interação de nêutrons cósmicos com átomos de nitrogênio (^{14}N) através da reação [$^{14}\text{N} (n, p) ^{14}\text{C}$]. O ^{14}C é então oxidado a $^{14}\text{CO}_2$ e entra no ciclo global do carbono (Figura 1).

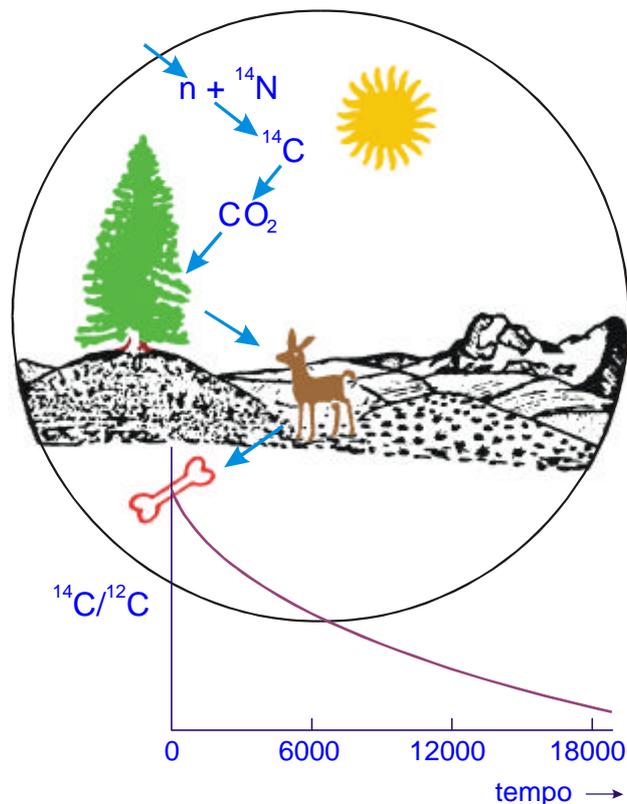


Figura 1 - Diagrama indicando a formação natural do ^{14}C na alta atmosfera, sua incorporação nos seres vivos (vegetais e animais) e o decaimento radioativo após a morte dos mesmos.

Plantas assimilam ^{14}C durante a fotossíntese e animais comem plantas. Assim, todos os seres terrestres vivos mantêm sua entrada de ^{14}C durante a vida. O $^{14}\text{CO}_2$, como o CO_2 , dissolve-se nos oceanos e está disponível ao plâncton, corais, moluscos e peixes, de modo que todos os seres durante sua vida reabastecem-se continuamente do ^{14}C .

Na morte das plantas ou animais a entrada do ^{14}C cessa. O tempo da morte pode ser estabelecido pela determinação do ^{14}C residual. O ^{14}C decai com uma meia-vida de 5730 anos a ^{14}N .

Por convenção internacional utiliza-se até hoje o valor da meia-vida de 5568 anos determinado na década de 50, que sabidamente apresenta um erro da ordem de 3%.

A idade ^{14}C convencional é calculada com base em 95% da atividade normalizada a -25‰ para o fracionamento isotópico do padrão, Ácido Oxálico distribuído pela NIST (ex NBS), e reportada em anos AP (Antes do Presente), sendo Presente o ano de 1950 (2):

$$A_{\text{on}} = 0,95 A_{\text{ox}} \left[1 - \frac{2(\delta^{13}\text{C}_{\text{ox}} + 25)}{1000} \right] \quad [1]$$

onde,

A_{on} = atividade normalizada do padrão ácido oxálico (cpm)

A_{ox} = atividade líquida do padrão ácido oxálico (cpm)

$\delta^{13}\text{C}_{\text{ox}}$ = $\delta^{13}\text{C}$ do CO_2 obtido na síntese do ácido oxálico

A atividade normalizada da amostra é calculada através da equação:

$$A_n = A_a \left[1 - \frac{2(\delta^{13}\text{C}_a + 25)}{1000} \right] \quad [2]$$

onde,

A_n = atividade normalizada da amostra (cpm)

A_a = atividade líquida da amostra (cpm)

$\delta^{13}\text{C}_a$ = fracionamento isotópico da amostra em relação ao padrão PDB

O tempo decorrido em anos AP é dado pela relação (2):

$$t = -8033 \ln \frac{A_n}{A_{\text{on}}} \quad [3]$$

A atividade de ^{14}C de uma amostra é determinada empregando-se contadores proporcionais gasosos, espectrômetros de cintilação líquida de baixo nível de radiação de fundo

e/ou a técnica de AMS (Accelerator Mass Spectrometry), que é utilizada para amostras com concentração inferior a 0,1g de carbono.

A idade ^{14}C é baseada primariamente assumindo a constância da concentração do ^{14}C (relacionado ao ^{12}C) no passado. Entretanto, observaram-se variações na razão $^{14}\text{C}/^{12}\text{C}$ do dióxido de carbono na atmosfera devido a variações no campo magnético terrestre (3), e na atividade solar (4). Estas variações foram estudadas e estabelecidas, datando-se amostras de anéis de crescimento de árvores por dendrocronologia (5).

Outro aspecto importante a ser considerado na determinação da idade ^{14}C convencional, é a correção por fracionamento isotópico. Ao absorverem o CO_2 atmosférico para realizar o processo de fotossíntese, as plantas o fazem de forma discriminatória em relação aos isótopos ^{12}C e ^{13}C , que introduz erros no cálculo da idade ^{14}C (2). O cálculo deste fracionamento é feito empregando-se a equação a seguir, sendo o resultado expresso na unidade $\delta^{13}\text{C}$:

$$\delta^{13}\text{C} (\text{‰}) = \frac{R_{\text{amostra}} - R_{\text{padrão}}}{R_{\text{padrão}}} \times 1000 \quad [4]$$

onde $R = ^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$.

O valor de $\delta^{13}\text{C}$ é expresso por mil (‰) e representa a proporção da razão $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ de uma amostra em relação a do padrão PDB (Belemnitella Americana da Formação Pee Dee). Amostras orgânicas ou inorgânicas que encontram-se incorporadas ao ciclo global do carbono, devem ser corrigidas para -25‰.

II. ISÓTOPOS ESTÁVEIS DO CARBONO DA MATÉRIA ORGÂNICA DO SOLO. USO COMO INDICADORES DE TROCAS DE VEGETAÇÃO E CLIMA

Pessenda, L.C.R.; Gouveia, S.E.M.; Lisi, C.S.

1. Conceitos básicos

O carbono tem dois isótopos de ocorrência natural, ^{12}C e ^{13}C . Aproximadamente 98,89% de todo o carbono na natureza é ^{12}C e 1,11% é ^{13}C . A razão desses dois isótopos ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$) em materiais naturais varia em relação aos valores descritos, como resultado do fracionamento isotópico durante processos físicos, químicos e biológicos. Esta variação isotópica é relativamente pequena na vegetação e matéria orgânica do solo (MOS), com os materiais mais enriquecidos (com maior concentração em ^{13}C) diferindo dos menos enriquecidos (com menor concentração em ^{13}C) por aproximadamente 2‰ ou 20 partes por mil (‰).

Para utilizar estas pequenas variações isotópicas, a razão $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ da MOS deve ser medida com alta precisão. Usualmente são feitas análises em amostras gasosas em espectrômetro de massa equipado com três coletores (6).

As razões dos isótopos do carbono são usualmente expressas empregando a notação delta (δ) e calculadas de acordo com a equação 4, como descrito no capítulo anterior.

Com respeito ao sistema planta-solo, a razão $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ do carbono orgânico do solo contém informação referente a presença ou ausência de espécies de plantas com os ciclos fotossintéticos C_3 (baixa $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$) e C_4 (alta $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$) em comunidades de plantas passadas, e sua contribuição relativa a produtividade primária da comunidade através do tempo. Como estes ciclos fotossintéticos são fisiologicamente e ecologicamente distintos, quaisquer trocas na relação C_3 - C_4 implica alteração de estrutura e função dos ecossistemas. Medidas isotópicas do carbono orgânico do solo tem sido utilizadas para documentar efeitos de práticas do uso da terra sobre a estrutura do ecossistema (7), para quantificar taxas e modelos de dinâmica de vegetação em ecossistemas naturais (8, 9, 10), e refinar o entendimento das interações entre vegetação e clima (8, 11, 12). Pelo fato de que a matéria orgânica do solo é constituída de múltiplos reservatórios com taxas de movimentação ("turnover") desde 10 a milhares de anos, estes estudos são possíveis sobre muitas escalas de tempo. Portanto, a matéria orgânica do solo é frequentemente preservada em paleosolos por milhares de anos ou mais, favorecendo o uso desta metodologia em estudos paleoecológicos (8, 12, 13, 14).

2. Fracionamento isotópico do carbono pelas plantas

A discriminação isotópica das plantas com respeito ao CO₂ durante o processo de fotossíntese, deve-se às propriedades bioquímicas das enzimas primárias que fixam carbono e ao processo de difusão que controla a entrada de CO₂ às folhas (15). Entretanto, a extensão dessa discriminação é variável pela existência de três tipos diferentes de ciclos fotossintéticos (C₃, C₄ e CAM, metabolismo do ácido crassuláceo) entre as plantas terrestres (15), cada uma com seu próprio processo de discriminação. Estas diferenças isotópicas naturais permitem que o carbono derivado de cada ciclo fotossintético seja localizado no reservatório da matéria orgânica do solo. Devido a pequena troca no valor de $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$ das plantas durante sua decomposição, o $\delta^{13}\text{C}$ do carbono orgânico do solo integra a contribuição relativa dos diferentes ciclos fotossintéticos para o reservatório do carbono orgânico do solo. Como resultado, o $\delta^{13}\text{C}$ do carbono orgânico do solo pode ser utilizado para documentar troca de vegetação em solos modernos e paleosolos.

2.1. Fracionamento pelas plantas C₃

Plantas com ciclo fotossintético C₃ reduzem o CO₂ a fosfoglicerato, um composto com 3 carbonos, via enzima ribulose bifosfato carboxilase/oxigenase (6). Aproximadamente 85% de todas as espécies de plantas possuem o ciclo C₃ (16), e espécies C₃ são dominantes na maioria dos ecossistemas das regiões boreais aos trópicos. Plantas com ciclo C₃ têm valores de $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$ de aproximadamente -32‰ a -22‰, com uma média de -27‰ (17).

2.2. Fracionamento pelas plantas C₄

Em contraste às espécies C₃, as espécies C₄ compreendem só 5% de todas as espécies de plantas (16). Pertencem a somente 18 famílias de plantas e são restritas a distribuição geográfica. Cerca de metade de todas as espécies C₄ são gramíneas de origem tropical e subtropical (18), e todas áreas de vegetação C₄ (pastagens, savanas, pântanos salinos) são dominados por gramíneas (16, 19). Aproximadamente 17% da superfície terrestre é coberta por plantas C₄, e elas são responsáveis por 20-30% da fotossíntese total do globo (20). A distribuição geográfica (21) e a produtividade relativa de gramíneas C₄ estão fortemente correlacionadas com temperatura, embora a distribuição sazonal e quantidade de precipitação também parece ter alguma importância (20).

As plantas C₄ reduzem o CO₂ a ácido aspártico ou málico, compostos por 4 carbonos, via enzima carboxilase fosfoenolpiruvato (PEP). Plantas com ciclo C₄ discriminam menos contra ¹³CO₂ durante a fotossíntese e, portanto, tem valores de $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$ maiores do que plantas C₃. Plantas C₄ apresentam valores de $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$ de aproximadamente -17‰ a -9‰, com uma média de -13‰ (17). Assim, os intervalos de valores não se superpõem e os dois grupos diferem em média de cerca de 14‰.

2.3. Fracionamento pelas plantas CAM

As espécies CAM compreendem aproximadamente 10% de todas as espécies de plantas e ocorrem dentro de no mínimo 30 famílias de plantas (ex. Cactaceae, Euphorbiaceae, Bromeliaceae) e são usualmente plantas suculentas (22).

Plantas CAM apresentam valores de $\delta^{13}\text{C}$ no intervalo de -28‰ a -10‰, dependendo das condições ambientais (17).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BERGER, R. Willard Frank Libby 1908-1980. In: GRONINGEN CONFERENCE ON ^{14}C AND ARCHAEOLOGY, Groningen, **Proceedings**. Groningen, 1983. p.13 (PACT Publication, 8).
2. STUIVER, M.; POLACH, H.A. Discussion: Reporting of ^{14}C data. **Radiocarbon**, v.19, n.3, p.355-363, 1977.
3. BUCHA, V. Influence of the earth's magnetic field on radiocarbon dating. In: OLSSON, Radiocarbon variations and absolute chronology. I.U. (Ed.). Stockholm: Almqvist and Wiksell, 1970. p.501-510.
4. JONG, A.F.M. de; MOOK, W.G. Medium-term atmospheric ^{14}C variations. **Radiocarbon**, v.22, p.267-272, 1980.
5. OLSSON, I.U. ^{14}C in extractives from wood. **Radiocarbon**, v.22, p.515-524, 1980.
6. BOUTTON, T.W. Stable carbon isotope ratios of soil organic matter and their use as indicators of vegetation and climate change. In BOUTTON, T.W.; YAMASAKI, S.I. (Ed.). **Mass spectrometry of soils**. New York: Marcel Dekker, 1996. p.47-82.
7. MARTIN, A.; MARIOTTI, A.; BALESSENT, J.; LAVALLE, P.; VUATTOUX, R. Estimate of organic matter turnover rate in a savanna soil by ^{13}C natural abundance measurements. **Soil Biology and Biochemistry**, v.22, p.517-523, 1990.
8. BOUTTON, T.W.; NORDT, L.C.; ARCHER, S.R.; MIDWOOD, A.J.; CASAR, I. Stable carbon isotope ratios of soil organic matter and their potential use as indicators of paleoclimate. In: SYMPOSIUM ON ISOTOPE TECHNIQUE IN THE STUDY OF PAST AND CURRENT ENVIRONMENTAL CHANGES IN THE HYDROSPHERE AND THE ATMOSPHERE, Vienna, 1993. **Proceedings**. Vienna: IAEA, 1993. p.445-459.
9. DZUREC, R.S.; BOUTTON, T.W.; CALDWELL, M.M.; SMITH, B.N. Carbon isotope ratios of soil organic matter and their use in assessing community composition change in Curley Valley, Utah. **Oecologia**, v.66, p.17-24, 1985.
10. McPHERSON, G.R.; BOUTTON, T.W.; MIDWOOD, A. J. Stable carbon isotope analysis of soil organic matter illustrates vegetation change at the grassland/woodland boundary in southeastern Arizona, USA. **Oecologia**, v.93, p.95-101, 1993.

11. GUILLET, B., FAIVRE, P., MARIOTTI, A.; KHOBZI, J. The ^{14}C dates and $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ratios of soil organic matter as a means of studying the past vegetation in intertropical regions: Examples from Columbia (South America). **Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology**, v.65, p.51-58, 1988.
12. BOUTTON, T.W.; ARCHER, NORDT, L.C. Climate, CO_2 and plant abundance. **Nature**, v.372, p.625-626, 1994.
13. NORDT, L.C.; BOUTTON, T.W.; HALLMARK, C.T.; WATERS, M.R. Late Quaternary vegetation and climate changes in Central Texas based on the isotopic composition of organic carbon. **Quaternary Research**, v.41, p.109-120, 1994.
14. CERLING, T.E.; QUADE, J.; WANG, Y.; BOWMAN, J.R. Carbon isotopes in soils and paleosols as ecology and palaeoecology indicators. **Nature**, v.341, p.138-139, 1989.
15. FARQUHAR, G.D.; EHLERINGER, J.R.; HUBICK, K.T. Carbon isotope discrimination and photosynthesis. **Ann. Review of Plant Phys. and Plant Mol. Biology**, v.40, p.503-537, 1989
16. EHLERINGER, J.R.; SAGE, R.F.; FLANAGAN, L.B.; PEARCY, R.W. Climate change and the evolution of C_4 photosynthesis. **Trends in Ecology and Evolution**, v.6, p.95-99, 1991.
17. BOUTTON, T.W. Stable carbon isotopes ratios of natural materials. II. Atmospheric, terrestrial, marine and freshwater environmental. In: COLEMAN, D.C.; FRY, B. (Ed.). **Carbon isotopes techniques**. New York: Academic Press, 1991. p.155-171.
18. SMITH, B.N.; MARTIN, G.E.; BOUTTON, T.W. **Stable isotopes**. New York: Academic Press, 1979. 231p.
19. OSMOND, C.B.; WINTER, K.; ZIEGLER, H. **Physiological plant ecology II**. Water relations and carbon assimilation. New York: Springer-Verlag, 1982. 479p.
20. LLOYD, J.; FARQUHAR, G.D. ^{13}C discrimination during CO_2 assimilation by the terrestrial biosphere. **Oecologia**, v.99, p.201-215, 1994.
21. TEERI, J.A.; STOWE, L.G. Climatic patterns and the distribution of C_4 grasses in North America. **Oecologia**, v.23, p.1-12, 1976.
22. BENDER, M.M.; ROUHANI, I.; VINES, M.; BLACK JR, C.C. $^{13}\text{C}/^{14}\text{C}$ ratio change in crassulacean acid metabolism plants. **Plant Physiology**, v.52, p.427-430, 1973.
23. BALESSENT, J.; MARIOTTI, A. Measurement of soil organic matter turnover using ^{13}C natural abundance. In: BOUTTON, T.W.; YAMASAKI, S.I. (Ed.). **Mass spectrometry of soils**. New York: Marcel Dekker, 1986. p.83-111.

III. DINÂMICA DE VEGETAÇÕES NO SUL DO AMAZONAS NO QUATERNÁRIO RECENTE INDICADA PELOS ISÓTOPOS DO CARBONO (^{12}C , ^{13}C , ^{14}C)

Gouveia, S.E.M. & Pessenda, L.C.R.

1. Introdução

Os trabalhos publicados nas últimas décadas, baseados em argumentos palinológicos (1, 2, 3, 4), geomorfológicos (5), sedimentológicos (6, 7) e isotópicos (8, 9, 10, 11, 12, 13), indicam a ocorrência de variações paleoclimáticas na bacia amazônica e em outras áreas do Brasil e da América do Sul, durante o Quaternário. Paleoclimas mais secos que o atual provavelmente dominaram algumas áreas da bacia amazônica, favorecendo a substituição da floresta tropical por vegetação do tipo cerrado.

Nas proximidades da cidade de Humaitá, sul do estado do Amazonas, encontra-se a vegetação denominada campos (savanas) de Humaitá, que modifica-se gradativamente para floresta de terra-firme no sentido de Humaitá para Manaus.

Este capítulo apresenta dados isotópicos ($\delta^{13}\text{C}$ e ^{14}C) obtidos em uma transecção de aproximadamente 50 km, o qual inclui três comunidades de plantas distintas: campo de Humaitá, transição campo-floresta e floresta de terra-firme.

Com o objetivo de fornecer informações a respeito de prováveis mudanças de paleovegetações, com inferências paleoclimáticas, ocorridas na região tropical nos últimos 10000 anos, utilizou-se os isótopos estáveis do carbono da matéria orgânica do solo (MOS), para a caracterização dos processos de expansão/regressão ou de equilíbrio deste ecossistema, e a datação por ^{14}C da MOS para estabelecer-se a cronologia.

2. Área de estudo

As amostras de solo foram coletadas na Área de Reserva do Exército - 54° BIS - Batalhão de Infantaria da Selva, cuja sede localiza-se na BR 319, a 8 km do município de Humaitá (AM).

A sede do município de Humaitá localiza-se à margem esquerda do rio Madeira, limita-se ao sul com o estado de Rondônia (Figura 1) e dista, em linha reta, 586 km de Manaus, capital do estado (14).

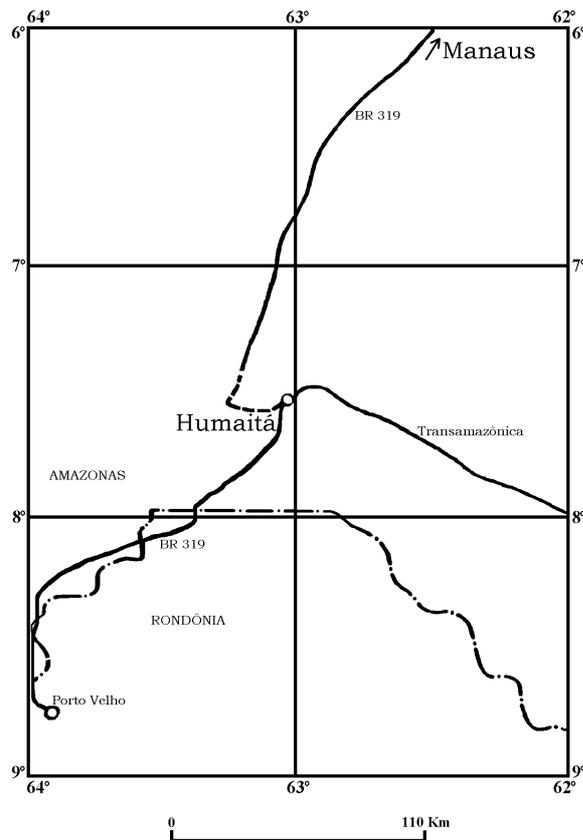


Figura 1 - Localização da área de estudo.

Em Humaitá a vegetação predominante é da Floresta Tropical Densa e/ou Aberta, ocorrendo também os campos de Humaitá quando a vegetação florestal se interrompe.

Tabela 1 - Caracterização geral da área de estudo (Humaitá-AM)

Localização geográfica	7°31'S; 63°2'O
Altitude	90cm
Clima (sistema Köppen)	Tropical chuvoso (Grupo A)
Temperatura média do mês mais frio	>18°C
Precipitação anual	1800 a 3500mm
Precipitação na estação seca	<50mm/mês
Umidade relativa do ar anual	80 a 85%

Os solos dessa região possuem baixa fertilidade natural e se situam em áreas de relevo plano e suave ondulado. Caracterizam-se pela presença de plintita e/ou concreções, são imperfeitamente drenados e apresentam excesso de água durante um período do ano, o que ocorre, em geral, na época de maior precipitação pluviométrica na região (14).

Ao longo da BR 319 encontra-se um dos campos de Humaitá, que modifica-se gradativamente para floresta de terra-firme no sentido de Humaitá para Manaus. Os termos campo de Humaitá e floresta de terra-firme, para simplificação da redação, serão descritos como campo e floresta.

O primeiro ponto de coleta na região de campo (C1) encontra-se aproximadamente a 5 quilômetros de Humaitá na BR 319, sentido Humaitá-Manaus. O segundo ponto na região de campo (C2) e os pontos sob vegetação característica de transição campo-floresta natural (Tr) e floresta (F1 e F2) encontram-se na BR 319 a 17, 18, 20 e 50 quilômetros de Humaitá, respectivamente. Para simplificar o texto e as figuras, considerou-se que os pontos de coleta encontram-se nos km 5, 17, 18, 20 e 50 do ecossistema estudado, respectivamente.

Os solos sob vegetação de campo foram classificados como Hidromórfico Gleyzado (km 5) e Litossolo (km 17). Os solos sob a transição (km 18) e sob a floresta no km 20 foram classificados como Cambissolo Álico e o da floresta no km 50 como Ferralítico Amarelo-Vermelho. O primeiro perfil sob campo denominou-se de Gley C1, o seguinte, igualmente sob campo, de Litossolo C2, o solo na transição campo-floresta de Cambissolo Tr, o primeiro solo sob floresta de Cambissolo F1 e o segundo solo sob floresta de Ferralítico F2.

3. Material e Métodos

3.1. Amostragem e preparo do solo

Nos locais de amostragem foram feitas trincheiras de aproximadamente 100 cm x 200 cm x 200 cm de profundidade, de onde foram coletadas amostras de solo a cada 10 cm, sendo aproximadamente 10 kg por camada, no sentido das camadas inferiores para as superiores, acondicionadas em sacos plásticos e identificadas.

As amostras foram passadas em peneiras de malha grossa para o destorroamento e, durante o peneiramento, retirou-se restos de raízes, vegetação, insetos, etc. Após secagem, as amostras foram passadas em peneiras de 2 mm, obtendo-se desta forma a terra fina seca ao ar (TFSA).

3.2. Análises granulométricas

As análises granulométricas do solo foram realizadas no Laboratório de Análises de Solos do Departamento de Ciência do Solo - ESALQ/USP, através do método do densímetro (15).

3.3. Determinação do carbono orgânico total

Partindo-se de 1 a 5 g de TFSA moída e peneirada a 0,200 mm, foi determinado o carbono orgânico total, que será reportado como carbono total, no Laboratório de Isótopos

Ambientais, Universidade de Waterloo - Canadá. Os resultados apresentados referem-se a média de três determinações, com precisão de 1 a 2%.

3.4. Composição isotópica ($\delta^{13}\text{C}$)

Foram enviados aproximadamente 20 g de TFSA, peneirada a 0,200 mm ao Laboratório de Isótopos Ambientais, Universidade de Waterloo - Canadá, para a determinação isotópica ($\delta^{13}\text{C}$). Os resultados estão expressos pela unidade relativa "δ", determinada em relação ao padrão internacional PDB. Os resultados apresentados referem-se a média de três determinações, com precisão de 0,2%.

3.5. Análise do ^{14}C

3.5.1. Fracionamento granulométrico - solo total (10, 11)

Partindo-se de aproximadamente 2000 g de TFSA submeteu-se a amostra a um fracionamento granulométrico utilizando-se um agitador automático contendo sucessivamente peneiras de 1 mm, 0,50 mm e 0,200 mm, durante 30 minutos, obtendo-se quatro frações, onde foram realizadas catações de resíduos orgânicos como raízes e insetos, com ajuda de uma pinça.

Em seguida realizou-se a flotação das respectivas frações para a eliminação de resíduos orgânicos vegetais, constituídos principalmente por pequenas raízes, em recipientes contendo 2 L de solução de HCl 0,01M (16). O processo se repetiu até observar-se a ausência de qualquer resíduo no sobrenadante.

Fez-se a desagregação das frações maiores que 0,200 mm em frascos plásticos de 1 L contendo água destilada na proporção de 1:3, efetuando-se uma agitação rotativa com auxílio de esferas de vidro, por 2 horas. Obteve-se a fração menor que 0,200 mm por peneiramento úmido com água destilada. Submeteu-se a fração maior que 0,200 mm ao ultrassom durante 15 minutos para desagregação e novamente peneiramento.

Após a sedimentação, descartou-se o sobrenadante e colocou-se o resíduo em bandejas de alumínio para secar em estufa a 40°C durante 48 horas. Após a secagem, as amostras foram desagregadas em almofariz de porcelana e acondicionadas em sacos plásticos.

Este procedimento baseia-se em trabalhos realizados (17, 18) com algumas adaptações para maior praticidade no processo.

Posteriormente efetuou-se a síntese do benzeno e a análise do ^{14}C (19) no Laboratório de ^{14}C do Centro de Energia Nuclear na Agricultura (CENA), através da técnica de espectrometria de cintilação líquida.

3.5.2. Extração química da humina (10, 11)

A partir de 2000 g de solo na fração menor do que 0,200 mm, obtida pelo fracionamento granulométrico, iniciou-se o pré-tratamento com 10 L de HCl 0,5M a 80°C por 4 horas, onde foram eliminados materiais leves em via de humificação. Procedeu-se a lavagem do solo com água destilada em recipientes de 10 L, para eliminar-se o ácido do tratamento e compostos não humificados, até atingir um pH em torno de 4. Submeteu-se o resíduo a uma mistura de 10 L de solução de pirofosfato de sódio e hidróxido de sódio 0,1M, pH 13, seguindo-se com sucessivas extrações até o sobrenadante apresentar-se com tonalidade clara.

O resíduo foi submetido a repetidas lavagens com água destilada até atingir o pH 4, iniciando-se a hidrólise ácida com 10 L de solução HCl 3M por um período de 12 horas a 100°C, com o objetivo de eliminar-se resíduos orgânicos (açúcares, proteínas, gorduras e contaminação com CO₂ atmosférico).

Lavou-se o resíduo com água destilada até atingir o pH 4, que posteriormente foi seco em bandejas de alumínio a 40°C, desagregado em almofariz de porcelana e acondicionado em sacos plásticos para posterior síntese do benzeno.

Devido a baixa concentração de carbono das amostras da fração humina, os rendimentos da síntese benzênica muitas vezes apresentam-se inferiores a 1 mL, provocando significativa diluição com benzeno espectrográfico, com prejuízo à precisão e exatidão do método. Para evitar-se tais problemas, alíquotas de CO₂ foram coletadas após a combustão das amostras de humina, acondicionadas em recipientes especiais de vidro e enviadas ao Laboratório Isotrace em Toronto, Canadá, para análise de ¹⁴C por AMS (Accelerator Mass Spectrometry).

3.5.3. Síntese de benzeno (19)

Em um sistema fechado sob vácuo, acondicionou-se homogeneamente cerca de 70 g de solo em um tubo de quartzo contendo óxido de cobre e cromato de chumbo aquecidos a 650°C, reagentes utilizados para completar a reação de formação do CO₂ e minimizar a presença de compostos de enxofre e nitrogênio. Com auxílio de um fluxo de oxigênio purificado, iniciou-se a queima da amostra a uma temperatura de 700°C por um período de aproximadamente 60 minutos. Reteve-se o vapor de água liberado em um recipiente de vidro ("trap") envolto com garrafa térmica, na qual adicionou-se gelo seco e álcool etílico (-72°C). O CO₂ produzido foi coletado em um "trap" resfriado com nitrogênio líquido (-180°C), armazenado em dois tanques de vidro com capacidade de 10 litros. Através do manômetro foi registrada a pressão do gás produzido e uma alíquota da amostra foi recolhida para análise de ¹³C em espectrômetro de massa. Para a formação do carbeto de lítio (LiC₂), manteve-se o CO₂ produzido em contato com o lítio metálico (3g/LCO₂) previamente aquecido em câmara de reação (600 a 700°C). Ao término da reação, resfriou-se a câmara à temperatura ambiente e adicionou-se água destilada, ocorrendo a hidrólise do carbeto e a produção do acetileno (C₂H₂). Seguiu-se a etapa de purificação e remoção da umidade do gás em coluna de ascarite e

pentóxido de fósforo, e a leitura da pressão foi registrada. A formação de benzeno ocorreu pela trimerização do acetileno em contato com um catalisador a 90°C por 2 horas, efetuando-se sua coleta em um "trap" resfriado a -180°C sob vácuo. O benzeno sintetizado foi transferido para frascos especiais de vidro de baixo teor de potássio, pré-selecionados por massa e diâmetro, determinando-se a massa de benzeno em uma balança analítica num volume de 3 mL (2,637 g), ao qual foram adicionados 0,5 mL de solução cintiladora contendo 43,75 g de PPO e 2,59 g de POPOP por litro de tolueno.

Antes de se iniciar a detecção de ^{14}C , manteve-se a amostra em ambiente escuro por cerca de 3 a 4 horas para eliminar o efeito de fosforescência.

Quando o rendimento de síntese da amostra apresentou-se inferior a 3 mL, completou-se o volume com benzeno espectrográfico mineral, levando-se em consideração esta diluição no cálculo final.

3.5.4. Cálculo da idade ^{14}C

As amostras foram contadas no espectrômetro de cintilação líquida de baixo nível de radiação de fundo, Tri-Carb Packard 1550, por um período de 3000 minutos, em intervalos de 100 minutos. Os dados foram submetidos a um tratamento estatístico, de maneira que os valores superiores a 3 desvios padrão (3σ) relativos à distribuição normal foram descartados. Os dados selecionados foram submetidos a procedimento matemático específico (19), corrigindo-se a idade ^{14}C convencional para o fracionamento isotópico.

Os resultados de ^{14}C são reportados como porcentagem de carbono moderno (pcm) e, por convenção, as datações obtidas pelo método de ^{14}C natural são referenciadas como idade ^{14}C convencional em anos AP (Antes do Presente), sendo presente o ano de 1950.

4. Resultados e Discussão

Os solos estudados apresentaram textura médio-argilosa e principalmente argilosa, com pouca variação em seus teores ao longo dos perfis (20).

Observou-se um decréscimo na concentração do carbono total com o aumento da profundidade em todos os solos estudados e uma maior concentração de carbono nos solos sob vegetação de floresta (Figura 2). Tais tendências também foram observadas em latossolos e podzólicos de outras regiões da Amazônia (9, 21).

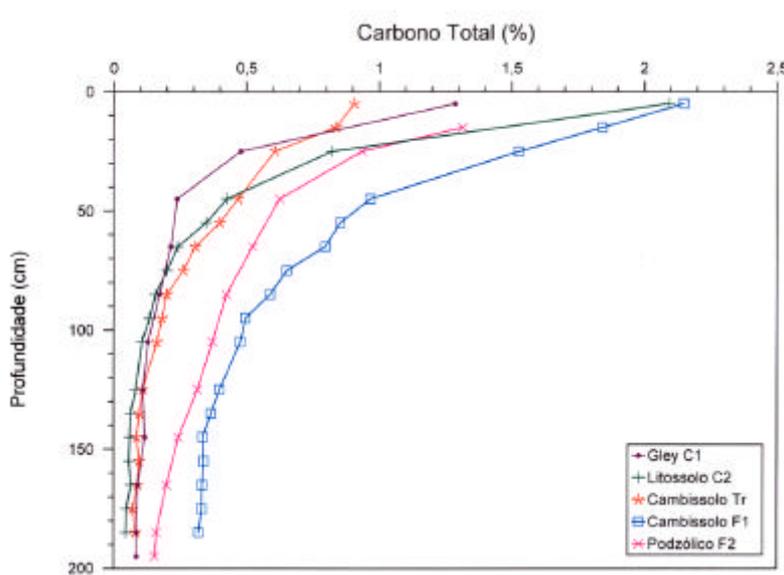


Figura 2 - Variação do carbono total em relação a profundidade dos solos de Humaitá.

4.1. Análise isotópica dos solos

A composição isotópica ($\delta^{13}\text{C}$) da matéria orgânica é apresentada em relação a profundidade dos solos na Tabela 2 e Figura 3.

A matéria orgânica dos solos sob vegetação de campo (Gley C1 e Litossolo C2) apresentou nas camadas superficiais valores de $\delta^{13}\text{C}$ em torno de -15‰ , o que caracteriza o tipo de vegetação predominante na área, ou seja, gramíneas do tipo C_4 . Entre as camadas 10-30 cm a MOS apresentou um enriquecimento isotópico em ^{13}C (-13‰) e, a partir de 30 cm até as camadas mais profundas, observou-se um empobrecimento significativo em ^{13}C , atingindo os valores de $-24,7\text{‰}$ para o Gley C1 e $-22,5\text{‰}$ para o Litossolo C2, caracterizando provavelmente a predominância de MOS proveniente de vegetação do tipo C_3 .

O valor isotópico da camada 0-10 cm ($-18,4\text{‰}$), encontrado para o Cambissolo Tr, caracterizou perfeitamente a vegetação da superfície onde encontra-se uma mistura de plantas C_3 e C_4 . Entre as camadas 10-30 cm houve um enriquecimento isotópico atingindo valores típicos de MOS derivada de plantas C_4 ($-15,3\text{‰}$). Entre as camadas 50-110 cm os valores foram novamente característicos de mistura de plantas C_3 e C_4 ($-19,0$ a $-20,6\text{‰}$). A partir da

camada 120-130 cm até as mais profundas, os valores de -22,1 a -25,8‰ caracterizaram, como no caso dos solos sob campo, a provável predominância de plantas C₃.

Tabela 2 - Análises de $\delta^{13}\text{C}$ das amostras de solos de Humaitá.

Profundidade (cm)	$\delta^{13}\text{C}$ (‰)				
	C1	C2	Tr	F1	F2
0 - 10	-15,5	-15,0	-18,4	-26,7	-
10 - 20	-	-13,4	-15,4	-23,5	-30,6
20 - 30	-13,4	-13,1	-15,3	-21,5	-29,4
40 - 50	-14,7	-14,4	-17,1	-18,4	-27,9
50 - 60	-	-15,6	-19,0	-18,6	-
60 - 70	-16,8	-16,8	-18,6	-18,7	-26,9
70 - 80	-	-17,5	-18,9	-19,7	-
80 - 90	-18,9	-18,8	-20,0	-20,3	-26,2
90 - 100	-	-19,9	-19,8	-20,4	-
100 - 110	-21,0	-21,3	-20,6	-20,6	-26,2
120 - 130	-23,8	-22,3	-22,1	-20,6	-25,7
130 - 140	-	-24,1	-22,7	-22,4	-
140 - 150	-23,1	-26,4	-23,1	-20,7	-25,5
150 - 160	-	-22,8	-25,8	-21,3	-
160 - 170	-23,8	-22,6	-23,1	-21,9	-25,4
170 - 180	-	-22,3	-	-22,6	-
180 - 190	-24,5	-22,5	-24,5	-23,1	-25,2
190 - 200	-24,7	-	-	-	-24,8

C1 - campo km 5; C2 - campo km 17; Tr - transição campo-floresta km 18;

F1 - floresta km 20; F2 - floresta km 50

Nas camadas entre 0 e 20 cm do Cambissolo F1, os valores de $\delta^{13}\text{C}$ foram característicos de predominância de plantas C₃ (-26,7 a -23,5‰). Entre as camadas 20-130 cm e 140-170 cm observou-se um enriquecimento isotópico com característica de uma provável mistura de plantas C₃ e C₄ (-21,9 a -18,4‰). Na camada 130-140 cm (-22,4‰), assim como entre 170-190 cm (-22,6 a -23,1‰), os valores apresentaram-se mais empobrecidos isotopicamente, caracterizando uma maior influência de plantas C₃.

Os valores obtidos para os pontos F1 e Tr entre as camadas 100 a 40 cm apresentaram-se mais empobrecidos do que os obtidos para C1 e C2 (Figura 3), fato que pode estar relacionado à entrada de matéria orgânica da floresta recente. Provavelmente no máximo desenvolvimento do campo, os valores destes pontos eram mais próximos.

Os valores de $\delta^{13}\text{C}$ do solo Podzólico F2 apresentaram-se característicos de plantas C₃ em todo o perfil, sendo as camadas mais profundas (-24,8‰) mais enriquecidas que as superficiais (-30,6‰). Este enriquecimento isotópico, induzido pela mineralização da MOS e processos associados com a formação do húmus nos solos (22), foi também observado em outros solos sob floresta (10, 11, 21, 23, 24, 25).

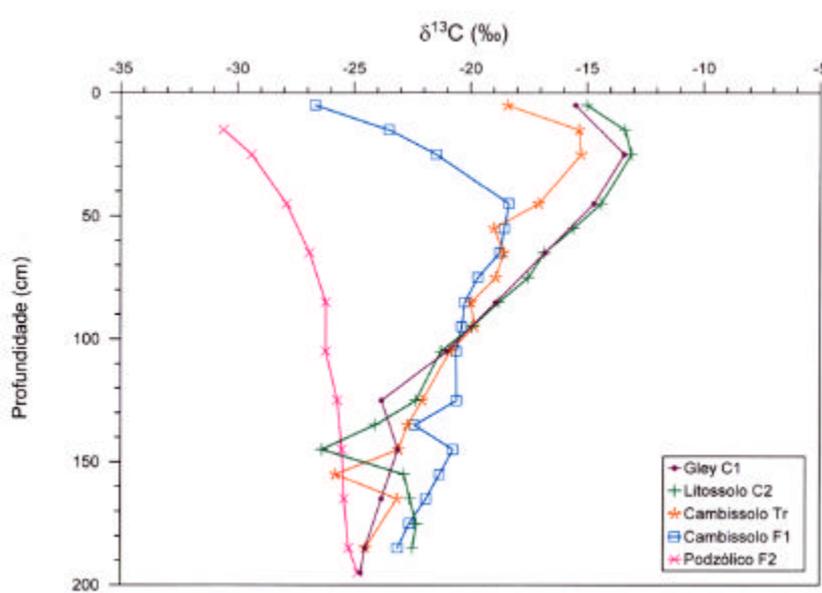


Figura 3 - Variação do $\delta^{13}\text{C}$ da MOS em relação à profundidade dos solos de Humaitá.

4.2. Análise do ^{14}C dos solos

Na Tabela 3 apresentam-se os resultados das porcentagens de carbono moderno (pcm) e respectivas datações ^{14}C das amostras de solo.

As datações ^{14}C evidenciaram um crescimento regular da idade da MOS com o aumento da profundidade dos solos. Nas camadas mais superficiais, a MOS foi mais jovem. A 1 m de profundidade, a idade variou entre 3500 e 6500 anos AP, atingindo 12080 anos AP a cerca de 2 m de profundidade. Resultados similares foram obtidos em latossolos de regiões sub-tropicais e tropicais do Brasil (10, 11, 21, 25).

Nas camadas de 0 a 10 cm, valores de porcentagem de carbono moderno superiores a 100% indicaram a presença do ^{14}C de “fallout”, ou seja, carbono que foi incorporado ao solo após as explosões nucleares na década de 1960 (vide mais detalhes no capítulo seguinte). No caso do Cambissolo F1 observou-se a presença do carbono de “fallout” até a camada 20-30 cm.

As idades da fração humina do Cambissolo Tr e F1 apresentaram-se mais antigas do que aquelas encontradas para as mesmas profundidades nas amostras de solo total. Trabalhos desenvolvidos em latossolos de várias regiões do Brasil (10, 21, 25) mostraram resultados similares, evidenciando que a fração humina do solo apresenta-se mais antiga do que o solo total. Provavelmente este fato relacione-se à presença dos ácidos fúlvicos e húmicos do solo total, que rejuvenescem a MOS e são extraídos durante o preparo da fração humina.

Tabela 3 - Determinação das idades ^{14}C das amostras de solo de Humaitá.

Profundidade (cm)	Idade ^{14}C (Anos AP)	
	Solo Total (S.T.)*	Humina (Hum.)**
Gley C1		
0 - 10	Moderno*	-
20 - 30	680 ± 60	-
90 - 100	6440 ± 110	-
Litossolo C2		
0 - 10	Moderno*	-
20 - 30	640 ± 60	-
90 - 100	-	5570 ± 240
140 - 150	-	10790 ± 80
180 - 190	-	12080 ± 90
Cambissolo Álico Tr		
0 - 10	Moderno*	-
20 - 30	310 ± 60	-
90 - 100	3570 ± 130	5960 ± 260
Cambissolo Álico F1		
0 - 10	Moderno*	-
20 - 30	Moderno*	-
90 - 100	2360 ± 60	5040 ± 530
180 - 190	6130 ± 90	8170 ± 430
Podzólico Vermelho-Amarelo F2		
10 - 20	Moderno*	-
20 - 30	360 ± 60	-
90 - 100	4760 ± 70	-

* datações feitas pela técnica de Cintilação Líquida no Laboratório de ^{14}C do CENA/USP

** datações feitas pela técnica de AMS no Canadá

* valores de porcentagem de carbono moderno superiores a 100%

- amostras não analisadas

C1 - campo km 5; C2 - campo km 17; Tr - transição campo-floresta km 18;

F1 - floresta km 20; F2 - floresta km 50

Observou-se também que as amostras de solo sob vegetação de campo apresentaram-se mais antigas do que as amostras de solo sob floresta para as mesmas profundidades. Provavelmente este aspecto esteja relacionado ao fato de que nas florestas a quantidade de biomassa em decomposição como folhas, frutos, cascas, raízes, etc., é significativamente maior do que nas áreas de campo, ocorrendo assim maior entrada de matéria orgânica recente, por meio da atividade biológica e lixiviação, que irá incorporar-se à MOS com conseqüente rejuvenescimento de todo o perfil. A presença do carbono de "fallout" em camada mais profunda no solo sob floresta anteriormente descrita confirma a hipótese descrita.

4.3. Interpretação paleoclimática

A transição campo-floresta da região de Humaitá e os resultados de $\delta^{13}\text{C}$ e ^{14}C das amostras de solo em relação à profundidade, são apresentados na Figura 4.

Nas camadas mais profundas, entre 200 e 120 cm, os valores de $\delta^{13}\text{C}$ (-26‰ a -22‰) de todos os solos estudados, com exceção do Cambissolo F1, caracterizaram a presença de MOS proveniente predominantemente de plantas do tipo C_3 . Estes resultados sugerem que pelo menos de 12000 a aproximadamente 8000 anos AP, toda a área estudada foi coberta por vegetação de floresta, com provável presença de gramíneas do km 5 ao km 20.

Entre 160 e 120 cm em todos os solos, com exceção do Podzólico F2 sob vegetação de floresta, verificou-se a ocorrência de quatro “picos”, ou seja, valores de $\delta^{13}\text{C}$ mais empobrecidos (-25,8‰, -26,4‰, -22,4‰ e -23,8‰). Em análises de plantas de campos e florestas das regiões de Rondônia e Humaitá (20, 21), valores médios de $\delta^{13}\text{C}$ significativamente mais empobrecidos (cerca de até 20%) foram obtidos em áreas de vegetação mais densa. Com base nessa premissa, os valores obtidos naquele intervalo poderão indicar a presença de uma vegetação predominantemente C_3 , provavelmente mais desenvolvida e com uma biomassa mais abundante do que o estágio anterior, cujo período situa-se em torno de 10800 anos AP.

Pesquisas paleoambientais realizadas na América do Sul (26, 27, 28, 29), indicaram que o clímax do desenvolvimento da floresta tropical ocorreu entre 10000-9500 e 8000 anos AP. Estes dados encontram-se em concordância com o presente trabalho, indicando provavelmente a presença de um clima úmido na região de Humaitá naquela época.

Entre as camadas 110 e 40 cm, com exceção do solo Podzólico F2, os valores de $\delta^{13}\text{C}$ apresentaram-se mais enriquecidos (-21,3‰ a -14,4‰). Para os solos sob floresta no km 20, e sob a transição no km 18, os valores de $\delta^{13}\text{C}$ indicaram a presença de uma mistura de plantas C_3 e C_4 (-20,6‰ a -17,1‰), enquanto para os solos do km 17 e km 5 os valores de -21,3‰ a -16,8‰ indicaram a presença de uma mistura de plantas e posteriormente a predominância de plantas C_4 (-14,7‰). Esses dados indicam uma regressão da floresta no Holoceno Médio, anterior a 6000 anos AP, provavelmente em função da presença de um período climático mais seco que atingiu aquela região do Amazonas.

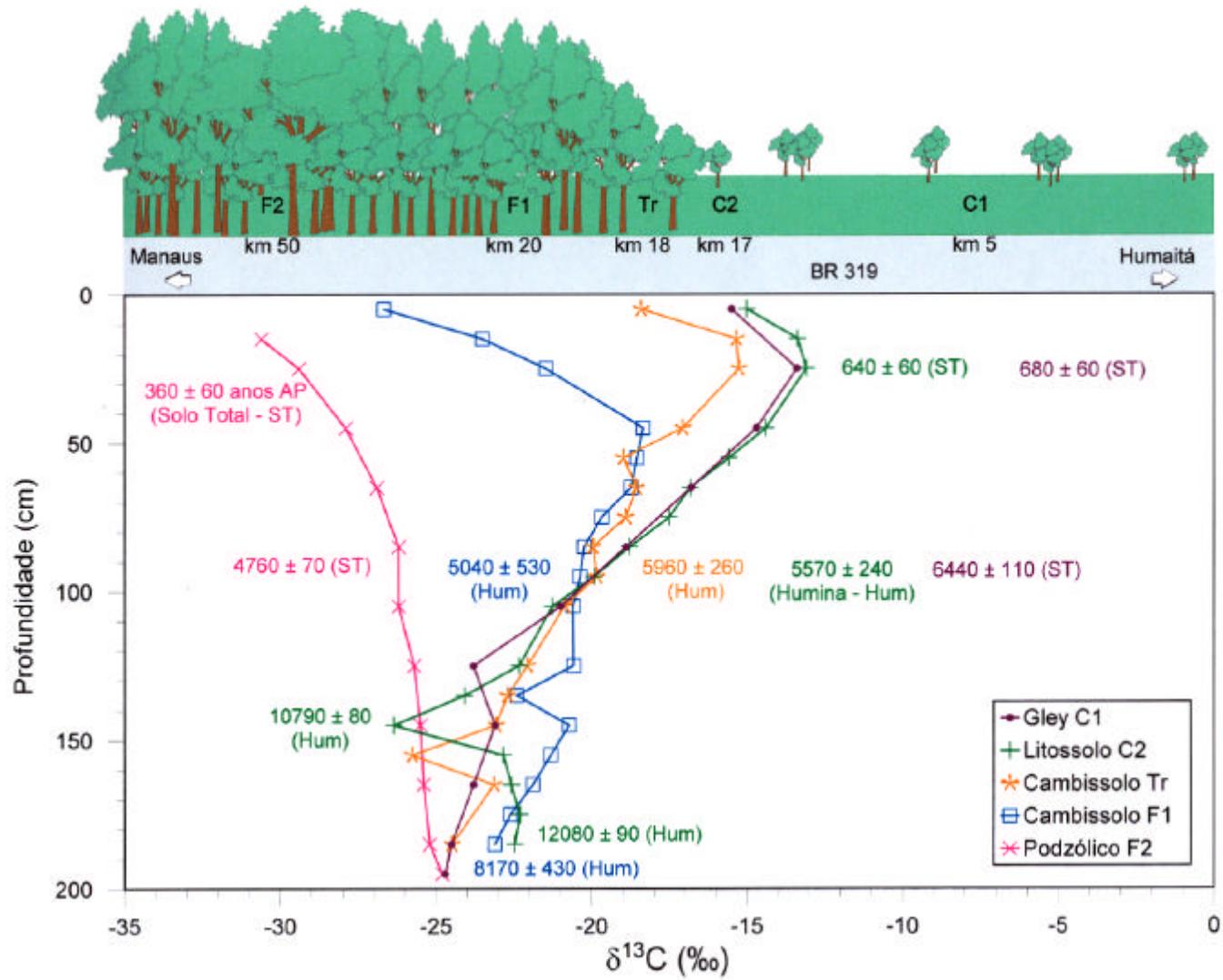


Figura 4 - Datações ^{14}C e composição isotópica da matéria orgânica dos solos de Humaitá.

O período seco do Holoceno Médio, por volta de 7000 anos AP, indicado na região de Humaitá (Figura 4), encontra-se em concordância com outros estudos que também documentaram a ocorrência de períodos secos entre 7000-4000 anos AP em diversas áreas da Amazônia (7, 9, 10, 12, 21, 28, 29, 30, 31, 32).

A regressão da floresta, provavelmente ao redor de 7000 anos AP, ocorreu até pelo menos o km 20, ali constituindo uma região de contato com o campo. Esta hipótese baseia-se no fato de que o valor da camada 40-50 cm no solo sob floresta (-18,4%) foi idêntico ao obtido para a camada superficial do solo sob a vegetação de transição. Há pelo menos 680 anos AP, a floresta teria apresentado uma tendência de expansão sobre o campo, visto que atualmente o contato entre a floresta e o campo encontra-se no km 18.

Nas camadas mais superficiais os valores isotópicos caracterizaram perfeitamente as vegetações de cobertura atuais.

5. Conclusões

Os dados obtidos indicaram que há aproximadamente entre 12000 e 8000 anos AP, a floresta ocupou a área de campo até pelo menos o km 5 do ecossistema estudado, regrediu posteriormente antes de 7000 anos AP até pelo menos o km 20 e ali constituiu uma região de transição/contato com o campo. Esta regressão da floresta e expansão do campo, deveu-se provavelmente à presença de um clima mais seco do que o atual, que atingiu a região sul do estado do Amazonas por volta de 7000 anos AP. Mais recentemente, há pelo menos 680 anos AP, a floresta apresentou uma tendência de expansão sobre o campo, visto que atualmente o contato entre a floresta e o campo encontra-se no km 18 do ecossistema estudado.

As mudanças de vegetação e provavelmente climáticas descritas neste trabalho, apresentaram-se concordantes com outras pesquisas desenvolvidas na bacia amazônica. Entretanto, a intensificação de estudos paleoecológicos faz-se necessária para a melhor compreensão da história vegetacional e climática daquela região.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ABSY, M.L.; VAN DER HAMMEN, T. Some palaeoecological data from Rondonia, southern part of the Amazon Basin. **Acta Amazônica**, v.6, n.3, p.293-299, 1976.
2. ABSY, M.L. Palynology of Amazonia: the history of the forests as revealed by the palynological record. In PRANCE, G.T.; LOVEJOY, T.E. (Ed.). **Amazonia**. New York: Pergamon Press, 1985. p.72-82 (Key Environments).
3. LEDRU, M.P. Modifications de la végétation du Brésil Central entre la dernière époque glaciaire et l'interglaciaire actuel. **Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Série 2**, v.314, n.2, p.117-123, 1992.
4. LEDRU, M.P. Late Quaternary and climatic changes in Central Brazil. **Quaternary Research**, v.39, p.90-98, 1993.
5. SERVANT, M.; FONTES, J.C.; RIEU, M.; SALIÈGE, J.F. Phases climatiques arides holocènes dans le sud-ouest de l'Amazonie (Bolivie). **Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Série 2**, v.292, p.1295-1297, 1981.
6. SUGUIO, K.; ABSY, M.L.; FLEXOR, J.M.; LEDRU, M.P.; MARTIN, L.; SIFEDDINE, A.; SOUBIÈS, F.; TURCQ, B.; YBERT, J.-P. The evolution of the continental and coastal environments during the last climatic cycle in Brazil (120 Ky. B.P. to Present). **Boletim IG-USP, Série Científica**, v.24, p.27-41, 1993.
7. TURCQ, B.; SUGUIO, K.; MARTIN, L.; FLEXOR, J.M. Registros milenares nos sedimentos dos lagos da serra de Carajás. **Ciência Hoje**, v.16, n.93, p.31-35, 1993.
8. VICTORIA, R.L.; FERNANDES, F.; MARTINELLI, L.A.; PICCOLO, M.C.; CAMARGO, P.B.; TRUMBORE, S. Past vegetation changes in the Brazilian pantanal arboreal-grassy savanna ecotone by using carbon isotopes in the soil organic matter. **Global Change Biology**, v.1, p.165-171, 1995.
9. DESJARDINS, T.; CARNEIRO FILHO, A.; MARIOTTI, A.; CHAUVEL, A.; GIRARDIN, C. Changes of the forest-savanna boundary in Brazilian Amazonia during the Holocene as revealed by soil organic carbon isotope ratios. **Oecologia**, v.108, p.749-756, 1996.
10. PESSENDA, L.C.R.; VALENCIA, E.P.E.; CAMARGO, P.B.; TELLES, E.C.C.; MARTINELLI, C.A.; CERRI, C.C.; ARAVENA, R.; ROZANSKI, K. Natural radiocarbon measurements in Brazilian soils developed on basic rocks. **Radiocarbon**, v.38, n.2, p.203-208, 1996a.
11. PESSENDA, L.C.R.; ARAVENA, R.; MELFI, A.J.; TELLES, E.C.C.; BOULET, R.; VALENCIA, E.P.E.; TOMAZELLO, M. The use of carbon isotopes (^{13}C , ^{14}C) in soil to evaluate vegetation changes during the Holocene in central Brazil. **Radiocarbon**, v.38, n.2, p.191-201, 1996b.
12. PESSENDA, L.C.R.; GOMES, B.M.; RIBEIRO, A.; GOUVEIA, S.E.M.; BOULET, R.; CRUZ, M.V.L.; ROVERATTI, R.; PESSIN, G. Avaliação de mudanças de vegetação na Amazônia ocidental durante o Holoceno com emprego dos isótopos do carbono do solo. In:

- CONGRESSO BRASILEIRO DE GEOLOGIA, 39., Salvador, 1996. **Anais**. Salvador: SBG-BA, 1996. p.539-544.
13. PESSENDA, L.C.R.; GOUVEIA, S.E.M.; GOMES, B.M.; ARAVENA, R.; BOULET, R.; RIBEIRO, A.S. Studies of palaeovegetation changes in the central Amazon by carbon isotopes of soil organic matter. In: SYMPOSIUM ON ISOTOPE TECHNIQUES IN THE STUDY OF PAST AND CURRENT ENVIRONMENTAL CHANGES IN THE HYDROSPHERE THE ATMOSPHERE. Vienna, 1997. **Proceedings**. Vienna: IAEA, 1998. SM-349/46, p.645-652.
 14. BRASIL. Ministério das Minas e Energia. **Projeto RADAMBRASIL: Folha SB 20 Purus**. Rio de Janeiro, 1978. 566p. (Levantamento de Recursos Naturais, 17).
 15. KIEHL, E.J. **Manual de edafologia; relações solo/planta**. São Paulo: Agronômica Ceres, 1979.
 16. MARTEL, Y.A.; PAUL, E.A. The use of radiocarbon dating of organic matter in the study of soil genesis. **Soil Science of America Proceedings**, v.38, p.501-506, 1974.
 17. FELLER, C. Une methode de fractionnement granulometrique de la matiere organique des sols. Application aux sols tropicaux, à textures grossières très pauvres en humus. **Cahiers ORSTOM, Serie Pédologie**, v.17, n.4, p.339-346, 1979.
 18. BRUCKERT, S.; KILBERTUS, G. Fractionnement et analyse des complexes organo-minéraux de sols bruns et de chernozems. **Plant and Soil**, v.57, p.271-295, 1980.
 19. PESSENDA, L.C.R.; CAMARGO, P.B. Datação radiocarbônica de amostras de interesse arqueológico e geológico por espectrometria de cintilação líquida de baixa radiação de fundo. **Química Nova**, v.14, n.2, p.98-103, 1991.
 20. GOUVEIA, S.E.M. Estudos das alterações de paleovegetações na Amazônia Central, utilizando a datação radiocarbônica e razão $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ da matéria orgânica do solo. Piracicaba, 1996. 75p. Dissertação (Mestrado) - CENA/USP.
 21. GOMES, B.M. Estudo paleoambiental no estado de Rondônia utilizando datação por ^{14}C e razão $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ da matéria orgânica do solo. Piracicaba, 1995. 106p. Dissertação (Mestrado) - Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo.
 22. BALESSENT, J.; MARIOTTI, A.; GUILLET, B. Natural ^{13}C abundance as a tracer for studies of soil organic matter dynamics. **Soil Biology and Biochemistry**, v.19, n.1, p.25-30, 1987.
 23. VOLKOFF, B.; CERRI C.C. Carbon isotopic fractionation in subtropical Brazilian grassland soils. Comparison with tropical forest soils. **Plant Soil**, v.102, p.27-31, 1987.
 24. DESJARDINS, T.; VOLKOFF, B.; ANDREUX, F.; CERRI, C.C. Distribution du carbone total et de l'isotope ^{13}C dans des sols ferralitiques du Brésil. **Science du Sol**, v.29, n.3, p.175-187, 1991.

25. VALENCIA, E.P.E. Datação por ^{14}C e Razão $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ de solos sob climas tropical e subtropical do Brasil. Piracicaba, 1993. 91p. Dissertação (Mestrado) - Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo.
26. HAMMEN, T. van der Palaeoecology of the neotropics: an overview of the state of affairs. **Boletim IG-USP, Publicação Especial**, v.8, p. 35-55, 1991.
27. SERVANT, M.; MALEY, J.; TURCQ, B.; ABSY, M.L.; BRENAC, P.; FOURNIER, M.; LEDRU, M.P. Tropical forest changes during the Late Quaternary in African and South American lowlands. **Global and Planetary Change**, v.7, p.25-40, 1993.
28. ABSY, M.L.; CLEEF, A.; FOURNIER, M.; MARTIN, L.; SERVANT, M.; SIFEDDINE, A.; SILVA, M.F.; SOUBIÈS, F.; SUGUIO, K.; TURCQ, B.; HAMMEN, T. van der Mise en évidence de quatre phases d'ouverture de la forêt dense dans le sud-est de l'Amazonie au cours des 60000 dernières années. Première comparaison avec d'autres régions tropicales. **Comptes Rendus de l'Academie des Sciences, Serie 2**, v.312, p. 673-678, 1991.
29. SIFEDDINE, A.; FRÖHLICH, F.; FOURNIER, M.; MARTIN, L.; SERVANT, M.; SOUBIÈS, F.; TURCQ, B.; SUGUIO, K.; VOLKMER-RIBEIRO, C. La sédimentation lacustre indicateur de changements des paléoenvironnements au cours des 30000 dernières années (Carajas, Amazonie, Brésil). **Comptes Rendus de l'Academie des Sciences, Serie 2**, v.318, p.1645-1652, 1994.
30. SERVANT, M.; FONTES, J.C. Les lacs quaternaires des hauts plateaux des Andes boliviennes. Premières interprétations paléoclimatiques. **Cahiers ORSTOM, Serie Géologie**, v.10, n.1, p.9-23, 1978.
31. SERVANT, M.; FOURNIER, M.; SOUBIÈS, F.; SUGUIO, K.; TURCQ, B. Sécheresse holocène au Brésil (18-20° latitude Sud). Implications paléométéorologiques. **Comptes Rendus de l'Academie des Sciences. Serie 2**, v.309, p.153-156, 1989.
32. LUCAS, Y.; SOUBIÈS, F.; CHAUVEL, A.; DESJARDINS, T. Estudos do solo revelam alterações climáticas da Amazônia. **Ciência Hoje**, v.16, n.93, p.36-39, 1993.

IV. DETERMINAÇÕES DAS ATIVIDADES DO ^{14}C DE "FALLOUT" NOS HEMISFÉRIOS NORTE E SUL

Lisi, C.S. & Pessenda, L.C.R.

1. Introdução

Os testes nucleares realizados nos anos 50 e 60, ocasionaram uma produção excessiva de vários radionuclídeos e de ^{14}C na atmosfera devido a reações dos nêutrons liberados com o nitrogênio, conforme a reação [$^{14}\text{N} (n,p) ^{14}\text{C}$]. Esta ação antropogênica recebeu o nome de efeito "fallout" ou poeira radioativa. Determinações da atividade do ^{14}C na atmosfera (1) indicaram que aos 2×10^{30} átomos de ^{14}C existentes antes dos testes nucleares foram adicionados 6×10^{28} átomos.

Em consequência das alterações da atividade do ^{14}C após os testes nucleares, o método de datação por ^{14}C apresenta como limite mínimo para a determinação da idade o ano de 1950. No entanto, o acréscimo na atividade do ^{14}C atmosférico tem contribuído para os estudos ambientais e climatológicos recentes.

A dendrocronologia determina a idade das árvores pela análise dos anéis de crescimento formados em seu tronco ano a ano e estabelece relações com eventos climáticos ou silviculturais (2). A madeira dos anéis de crescimento anuais das árvores são constituídos principalmente pela celulose produzida a partir da fotossíntese, utilizando o $^{14}\text{CO}_2$ oriundo dos testes nucleares. A determinação da atividade do ^{14}C nos anéis de crescimento anuais das árvores após a década de 50, possibilita observações da variação da atividade de ^{14}C devido ao efeito do "fallout" (3).

Neste capítulo são apresentados estudos da variação da atividade do ^{14}C devido aos testes nucleares, sua interação com a dendrocronologia e as aplicações dos isótopos estáveis nos estudos da variação climática do passado. Em adição, descrevem-se técnicas de análise das amostras de madeira de anéis de crescimento de árvores para fins dendrocronológicos e de estudos sobre a atividade do ^{14}C do "fallout" na atmosfera.

2. Estudos da atividade do ^{14}C do "fallout"

Em estudos relacionados ao monitoramento da atividade do ^{14}C do "fallout" na atmosfera, foram empregados exames de amostras inorgânicas (CO_2 atmosférico) e orgânicas como madeira, conchas, algas e caracóis, produtos de origem agrícola-industrial de safra anual como vinho, entre outros, que refletem a atividade atmosférica e oceânica deste radionuclídeo (4, 5, 6). A datação por ^{14}C tem sido utilizada também para obter informações sobre a origem dos produtos agrícola-industrial, identificando possíveis adulterações que ocorreram. Os trabalhos que se seguem demonstram estas aplicações.

Análises do CO₂ atmosférico (4) possibilitaram observar o efeito dos testes nucleares e compreender os processos de movimentação e mistura das massas de ar de acordo com a latitude e a longitude. Volumes deste gás foram coletados utilizando 2L de soluções de NaOH a 5 N expostas ao ar durante 2 semanas, em estações permanentes localizadas em Wellington, na Nova Zelândia e em seis outros locais do Oceano Pacífico (Tarawa, 1,5°N; Funafuti, 8,5°S; Suva, 18,1°S; Melbourne, 37,8°S; Ilha Campbell, 52,5°S; e Scott Base, 77,9°S), deste 1954 até 1989. As curvas características das variações dos valores de $\Delta^{14}\text{C}$ (‰) são apresentadas na Figura 1. Observa-se que o máximo valor de $\Delta^{14}\text{C}$ para o hemisfério sul ocorreu em 1965. Devido as trocas do ¹⁴CO₂ entre os hemisférios, observam-se diferenças nos valores durante os anos de 64 a 67, sendo que a partir de 1968 estas diferenças desaparecem.

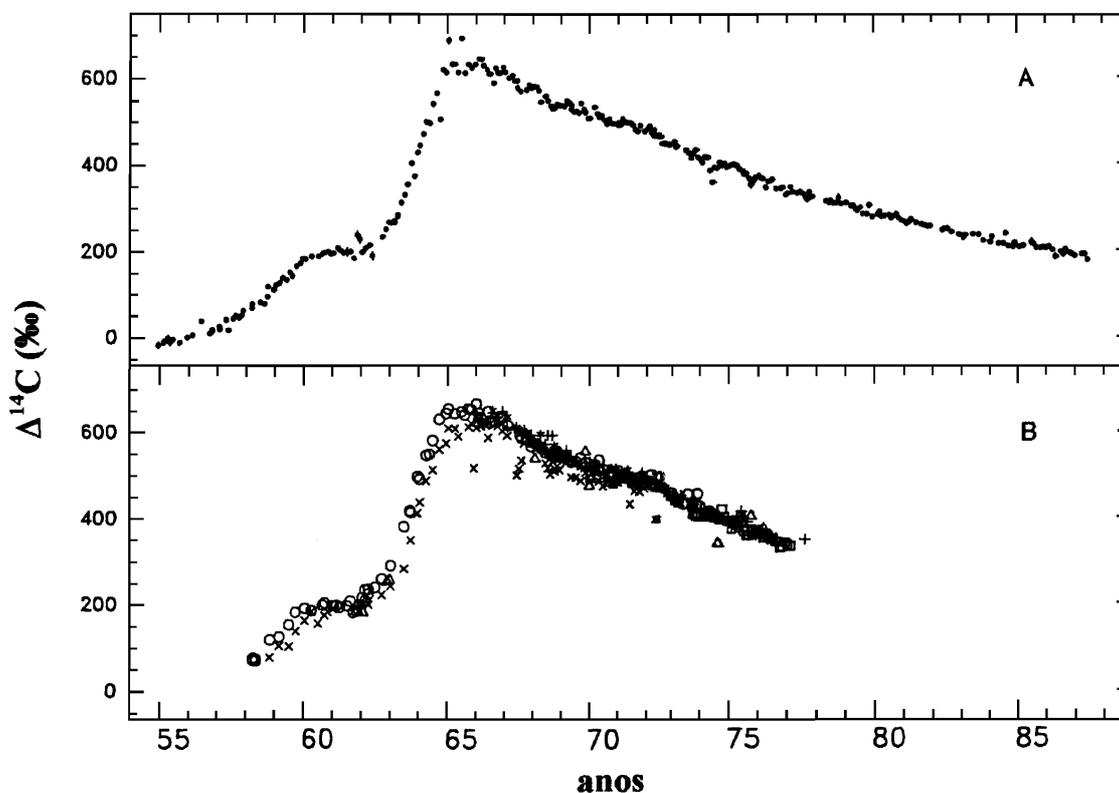


Figura 1 - Valores de $\Delta^{14}\text{C}$ do CO₂ Atmosférico em (A) Wellington, Nova Zelândia e (B) demais estações de amostragem do Oceano Pacífico. Retirada de MANNING et al. (1990). Os símbolos usados em (B) são: + Tarawa, * Funafuti, O Suva, x Melbourne, □ Campbell e Δ Scott Base.

Determinações do efeito dos testes nucleares sobre a atividade de ¹⁴C em amostras de plantas, conchas e caracóis marinhos (5), indicaram que para o período de 1953 a 1957 ocorreram variações na atividade de ¹⁴C, com aumentos na ordem de 4,3% em carne de caracóis, 1% em as conchas e 0,5% em algas marinhas.

Determinações da atividade do ^{14}C em produtos agrícola-industrial foram realizadas através em amostras de vinho e vinagre (6). As amostras de vinho de diferentes regiões da Áustria foram preparadas através de destilação para obtenção de etanol e as de vinagre foram submetidas a extração com éter e subsequente destilação para concentração do ácido acético. Das atividades determinadas para amostras de etanol, obtiveram-se 0,27 Bq/g de carbono para 1960, 0,43 para 1965, 0,36 para 1968 e 0,27 para 1986, valores que caracterizaram a atividade do ^{14}C de origem dos testes nucleares, pois uma amostra produzida com matéria prima correspondente a período anterior aos testes apresentou o valor de 0,22 Bq/g de carbono. Os resultados obtidos para as amostras de ácido acético apresentaram valores de aproximadamente 0,27 Bq/g de carbono.

2.1. Estudos da atividade do $\Delta^{14}\text{C}$ em anéis de crescimento anuais de árvores

A dendrocronologia (item 3) é uma técnica que caracteriza os anéis de crescimento anuais de árvores. Estes anéis registram nas paredes celulósicas de suas células a atividade do ^{14}C .

Estudos comparativos da atividade do ^{14}C presente no CO_2 atmosférico e na madeira dos anéis de crescimento das árvores, foram realizados em amostras do tronco de carvalho, coletadas na região urbana de New York (Central Park) e no Parque Estadual de Bear Mountain, a 100 km ao norte da capital (3). A atividade registrada para a região rural durante o início do século até 1955 manteve-se constante em aproximadamente -20‰, e apresentou acréscimos a partir desta data até 1964, quando alcançou valores de aproximadamente 900‰. A partir de então os valores voltaram a diminuir até 530‰ em 1970, caracterizando através da madeira das árvores a atividade do ^{14}C para o período dos testes nucleares. Tendência semelhante na atividade do ^{14}C foi observado para a região urbana, sendo que os resultados apresentaram desde o início do século até 1950, valores entre -40‰ a -65‰. Alcançou-se o valor máximo de aproximadamente 740‰ em 1964, diminuindo posteriormente até 460‰ em 1970. As menores atividades de ^{14}C verificadas na região urbana foram interpretadas como um efeito de diluição, devido a presença do $^{12}\text{CO}_2$ dos combustíveis fósseis.

A metodologia de datação por ^{14}C necessita de amostras que não apresentem compostos químicos que interfiram na atividade deste radionuclídeo, como resinas e lignina da madeira. Para isso, foram comparados vários métodos de remoção dos compostos da madeira (7). A partir da madeira de *Quercus rubra* (carvalho), coletado em 1972 numa área rural da província de Drente, na Holanda (52° 45' N, 6° 50' L), foram selecionadas amostras referentes a 1962 e 1963 e preparadas por três tratamentos químicos diferentes: (i) tratamento ácido; (ii) tratamento ácido-alcálico-ácido; e (iii) extração de celulose e uma prova sem tratamento (madeira bruta). Os resultados indicaram que o tratamento (iii) foi mais eficiente, pois eliminou as resinas e a lignina tanto da madeira do alburno (camada mais externa da madeira do tronco) como da madeira do cerne (camada mais interna), que normalmente apresenta maior concentração destes compostos. Determinaram também que o tratamento (i) apresentou

diferenças de 4 a 5% em relação a atividade do ^{14}C atmosférico, e o tratamento (ii) foi eficiente para a madeira do alburno por não ter completado o processo de lignificação, mas não para a madeira do cerne, pois não removeu todo o teor de lignina depositada neste tecido. Os valores da atividade do ^{14}C entre 360 a 440‰ para o ano de 1962 e entre 680 a 840‰ para 1963, demonstraram o efeito dos testes nucleares na madeira dos anéis de crescimento das árvores analisadas.

Determinações da atividade do ^{14}C em diferentes latitudes utilizando anéis de crescimento anual de *Pinus lambertiana*, permitiram investigar os processos de movimentação dos gases de carbono na troposfera (8). As amostras foram coletadas em três pontos distintos: (i) no Delta Mackenzie - Canadá (68° N, 130° O), (ii) na Província de Dailing (47° 30' N, 129° 16' L), (iii) e na Província de Mingyin - China (27° 13' N, 100° 20' L) e as análises foram realizadas para o período de 1961 a 1967. A atividade de ^{14}C em 1961 que apresentava-se em 250‰ nos três locais de amostragem, alcançaram valores máximos de 964‰, 909‰, 743‰, em 1964 respectivamente, e diminuíram para 680‰ em 1967 nos três locais de amostragem. Os resultados diferenciados nas atividades de ^{14}C em 1964 foram associados ao efeito da latitude.

3. Dendrocronologia

3.1. Histórico, princípios e aplicações

As primeiras descrições sobre anéis de crescimento foram feitas por Leonardo da Vinci no século XV, ao verificar a relação entre os períodos de chuva e o crescimento das árvores. Em 1737, os naturalistas franceses Duhamel e Buffon observaram características morfológicas semelhantes entre os anéis de crescimento de árvores diferentes, comparando aqueles formados no ano de 1709 (9).

Com o advento do microscópio os estudos anatômicos se desenvolveram de tal forma que em 1855 já se conhecia como os lenhos das árvores se desenvolviam (2).

Com estas observações estavam criados os princípios básicos da dendrocronologia, possibilitando associar os anéis de crescimento anuais de árvores com os eventos ambientais e sua devida datação.

Os anéis de crescimento de coníferas, por exemplo, aparecem em cortes transversais do tronco sob a forma de uma sucessão de zonas claras e zonas escuras. As primeiras correspondem à madeira formada no início do período de crescimento (lenho inicial ou primaveril), com células caracterizadas por paredes celulósicas finas e grandes diâmetros citoplasmáticos. A madeira produzida no final do período de crescimento (lenho tardio ou outonal), é constituída por células com paredes celulósicas espessas e reduzidos diâmetros citoplasmáticos.

A transição entre o lenho inicial e o tardio de um único ano é progressiva, com as dimensões das células variando de maneira quase contínua do início ao fim do período de

crescimento. A passagem do lenho tardio de um ano para o inicial do ano seguinte é abrupta, permitindo a determinação anatômica dos anéis sucessivos e a medição de sua largura (10).

Inúmeras são as aplicações desta ciência. Dentre elas destacam-se os estudos que comprovaram o ciclo das manchas solares, pois foram observados valores das larguras de anéis de crescimento de diferentes espécies arbóreas, que relacionaram-se aos períodos de maior e menor atividade solar. A dendroarqueologia tem auxiliado na datação de peças de madeira encontradas em sítios arqueológicos e de obras de arte. A dendroclimatologia relaciona os anéis de crescimento anual com as condições climáticas, permitindo reconstruções e caracterizações de mudanças na temperatura global e da alternância de períodos secos e úmidos que ocorreram no passado. A dendroecologia possibilita determinar o desenvolvimento das árvores em plantações, definir os processos de manutenção das áreas plantadas para a obtenção da rentabilidade desejada, bem como caracterizar os efeitos do desmatamento sobre o restabelecimento das populações nativas. A Dendrogeologia relaciona as datações de eventos geológicos passados como erupções vulcânicas, terremotos, movimento de dunas, entre outros (11).

Os estudos dendrocronológicos utilizam rotineiramente espécies arbóreas que se desenvolvem em regiões de clima temperado, pois o inverno rigoroso ocasiona a parada de crescimento do lenho dessas árvores, formando anéis de crescimento anuais. No entanto, é particularmente interessante o uso de espécies de regiões de clima sub-tropical e/ou tropical, visto que tratam-se de regiões com a maior biodiversidade atualmente e por serem pouco estudadas.

As atividades do ^{14}C dos testes nucleares foram utilizadas para verificar se os anéis de crescimento observados em determinadas espécies tropicais apresentavam fases de crescimento anuais (12). As áreas de estudo foram: (i) floresta inundada pelo Rio Amazonas, Manaus (3°06'S e 60°O), sendo analisadas 11 espécies; (ii) savana da Venezuela (5°06'N e 61°01'O), onde coletaram *Tapirira* cf. *guianensis*; (iii) montanhas de floresta tropical da Costa Rica (9°30'N e 83°30'O), *Quercus copeyensis* e *Q. costaricensis*; (iv) floresta de carvalho da Alemanha (51°45'N e 9°30'L), *Quercus robur*. A curva característica de variação da atividade de ^{14}C foi estabelecida analisando-se os anéis anuais de *Quercus robur*. Após as determinações macro e microscópica dos eventuais anéis de crescimento, as porções de madeira respectivas de cada ano foram separadas e datadas. Os resultados indicaram a existência de anéis de crescimento anuais para espécies da floresta Amazônica inundada como a *Rourea* sp (Connaraceae) e *Swartzia laevicarpa* (Caesalpiniaceae), em função da variação de umidade do solo durante o ano. As amostras de *Tapirira* cf. *guianensis* da Venezuela e de *Quercus* da Costa Rica, apresentaram anéis relativamente distintos com zonas de incremento muito finas.

3.2. Princípios e aplicações da densitometria de raios-X em anéis de crescimento de árvores

A identificação dendrocronológica também pode ser realizada pela análise da densidade da madeira dos anéis, uma vez que as células do lenho inicial apresentam densidades inferiores às células do lenho final, quando analisado um corte transversal do tronco de uma árvore no sentido medula-casca (10).

A metodologia de determinação da densidade da madeira dos anéis de crescimento através do exame do raios X produzido a partir da madeira das árvores, foi desenvolvida por Polge (13, 14, 15, 16) na França. Seu princípio compreende radiografar finas secções transversais do tronco das árvores, e analisar o filme radiográfico correspondente a madeira e suas respectivas densidades em um microdensitômetro.

O microdensitômetro é um equipamento que realiza a leitura óptica do filme de raios X através de um feixe de luz calibrado, registrando as variações da densidade em programas de computador. Para a determinação da densidade específica da madeira são utilizados padrões (cunhas de acetato de celulose), cujas escalas de variação da densidade representam àquelas encontradas na própria madeira, determinadas por métodos convencionais.

Este método possibilita obter informações quanto a largura total do anel de crescimento, larguras específicas e médias dos lenhos inicial e tardio, densidade máxima do lenho final, densidade mínima do lenho inicial, densidade média do anel, entre outros. O desenvolvimento dessa metodologia proporcionou avanços significativos em inúmeras áreas da ciência florestal, como na silvicultura (avaliação das práticas de desbaste e fertilização das árvores, da qualidade da madeira - produção de biomassa), na tecnologia de madeira e de produtos florestais (medições e avaliações da qualidade dos produtos).

4. Isótopos estáveis em anéis de crescimento de árvores

Os isótopos estáveis dos elementos químicos H, C e O têm sido utilizados em estudos ambientais através de determinações de suas razões isotópicas em anéis de crescimento das árvores. As determinações das razões isotópicas destes elementos é realizada através da Espectrometria de Massa (17) e sua interpretação possibilita a correlação com a composição isotópica da atmosfera.

O volume das precipitações ocorridas no passado pode ser estimado observando-se a razão isotópica de $^2\text{H}/^1\text{H}$, na celulose dos anéis de crescimento. A razão $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ indica variações de temperatura ocorridas no passado e encontram-se registradas nos anéis de crescimento de árvores (18).

Investigações correlacionando as mudanças climáticas com a composição isotópica do carbono foram realizadas empregando anéis de crescimento *Arthrotaxis selaginoides* D. Don coletadas na Tasmânia (19). As análises dendrocronológicas permitiram a seleção de amostras datadas desde o início do século até a década de 60. Os resultados indicaram uma diferença

de 0,36‰/°C nos valores de $\delta^{13}\text{C}$, que foram atribuídos às mudanças de temperatura do ambiente. Um período mais frio, com diminuição de 1°C na temperatura média foi observado entre 1905 a 1950, outro mais quente com elevação da temperatura também em 1°C foi observado entre 1950 e 1970.

Em investigações sobre os efeitos da poluição no ambiente, pode-se determinar as razões isotópicas do carbono ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$), pois o $^{12}\text{CO}_2$ lançado na atmosfera pelo uso contínuo de combustíveis fósseis, promove uma diluição da concentração de ^{13}C . Stuiver (19) obteve valores da razão isotópica em anéis de crescimento das árvores de -26‰, que foram comparados aos valores observados para a atmosfera após o início do uso dos combustíveis fósseis (-27‰).

5. Metodologia

5.1. Coleta e preparo das amostras para exames dendrocronológicos

Dois métodos de amostragem de madeira podem ser empregados para as análises dendrocronológicas:

5.1.1. Amostragem não destrutiva. Com o auxílio de um trado de aço (Sonda de Pressler) retira-se um cilindro (bagaeta) de madeira através de uma incisão no tronco da árvore a 1,30 m de altura (altura do peito) aproximadamente, no sentido casca-medula (Figura 2). De acordo com o trado utilizado, amostra-se um cilindro de 5 ou 10 mm de diâmetro e até 40 cm de comprimento.

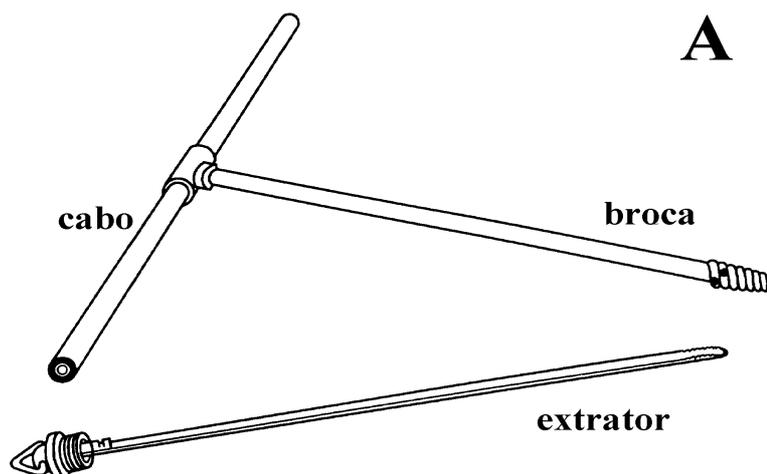




Figura 2 - A - Partes componentes de um trado. B - Procedimento de amostragem.

5.1.2. Amostragem destrutiva. Implica no corte da árvore e seleção de secções transversais do tronco a várias alturas. Para a determinação da idade da árvore são analisados os discos de madeira da base do tronco, com aproximadamente 5 cm de espessura (Figura 3).

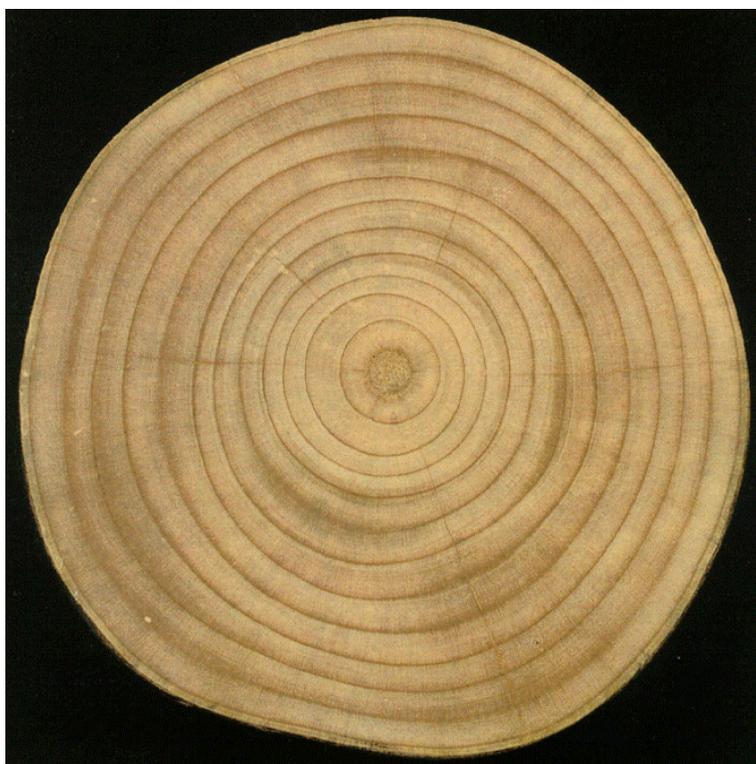


Figura 3 - Seção transversal de um tronco de *Araucaria angustifolia*.

O preparo das amostras de madeira obtidas pelo método não destrutivo segue as etapas: (i) secagem por 2 a 3 dias em condições ambientais; (ii) colagem em suporte de madeira, obedecendo ao sentido vertical das fibras ou as traqueídes (células alongadas) em relação ao suporte; (iii) polimento das superfícies externas com uma seqüência de lixas de diferentes granulações (de 50 a 600 granos); (iv) marcação e mensuração dos anéis de crescimento.

As amostras coletadas pelo método destrutivo são preparadas da seguinte forma: (i) secagem em laboratório até peso constante (mínimo de 5 dias); (ii) polimento das superfícies com lixas de diferentes granulações, com o objetivo de destacar os anéis de crescimento e defeitos da madeira (madeira de reação, nós, anéis perdidos, etc.); (iii) análise e seleção dos melhores raios, com base na morfologia dos anéis de crescimento; (iv) marcação dos anéis de crescimento; (v) separação dos raios relacionados em serra circular nas dimensões de 3,0 cm x 1,0 cm (largura e espessura); (vi) fixação das amostras selecionadas em suportes de madeira; (vii) polimento final da superfície e mensurações dos anéis de crescimento.

As amostras obtidas por ambos os métodos são fixadas sobre suporte de madeira e preparadas para exames de densitometria de raios X, de acordo com as seguintes etapas: (i) remoção de todo o raio uma amostra de 1 mm de espessura, com aproximadamente 5 mm de largura (Figura 4); (ii) manutenção das condições de temperatura e umidade das amostras durante 8 horas, para posteriormente radiografá-las; (iii) revelação do filme de raios X e leitura das densidades dos anéis de crescimento em microdensitômetro. Essa análise auxilia na interpretação das características dos anéis de crescimento e na determinação dos valores de densidade e largura de cada lenho inicial e tardio que compõem o anéis anuais.

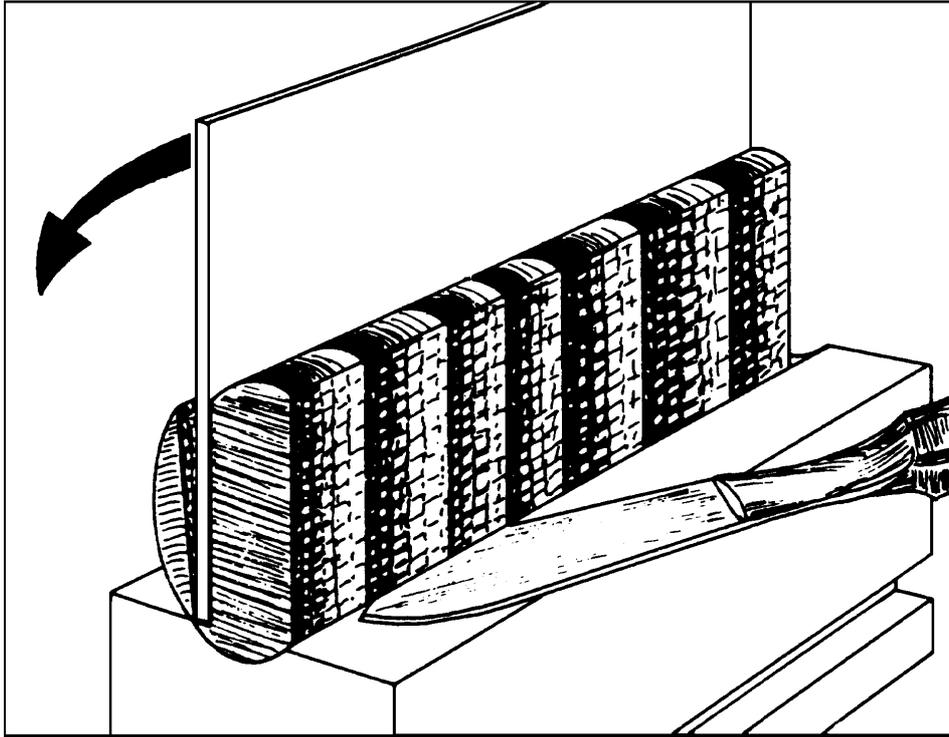


Figura 4 - Procedimento de preparo de um corte de 1 mm de espessura de uma seção transversal do tronco de uma árvore (2).

5.2. Análise macro e microscópica e mensuração dos anéis de crescimento

As amostras de madeira têm suas superfícies transversais preparadas através de polimento para serem examinadas macro e microscopicamente. Estes procedimentos resultam no detalhamento da estrutura da madeira e demarcação dos anéis de crescimento anual, destacando a presença de falsos anéis e, permitindo a observação de outros defeitos do crescimento das árvores, como a madeira de reação, nós, etc.

A mensuração da largura total de cada anel, bem como dos lenhos inicial e tardio que o constituem, é realizada sobre uma mesa móvel que tem seu movimento em extensão calibrado em micrômetros. O movimento é feito por um servomotor, cujo funcionamento é controlado por um computador que registra as marcações e permite seus exames.

Outros exames microscópicos dos anéis de crescimento anual podem ser realizados através da confecção de lâminas permanentes da madeira, obtidas através de cortes histológicos em micrótomo, e examinadas para estudos detalhados da estrutura dos anéis de crescimento. Através da montagem de lâminas realiza-se a dissociação dos elementos e/ou células da madeira. Os elementos celulares são avaliados em uma mesa digitalizadora acoplada a um microcomputador.

5.3. Análise densitométrica das amostras de madeira

Os filmes de raios X obtidos a partir das amostras de madeira (conforme descrito na página 34) são analisadas em um microdensitômetro (Figura 5). Esse equipamento registra as variações de densidade ótica do filme de raios X, que por sua vez, representa as densidades dos anéis de crescimento da amostra de madeira (Figura 6). Seu funcionamento baseia-se na passagem de um feixe de luz através da radiografia do raio X da madeira e de outro feixe por uma cunha óptica de vidro retangular, com densidade variável linearmente de uma extremidade a outra. Após comparação automática dos feixes de luz, estes são dirigidos alternadamente para um único fotomultiplicador, que registra a intensidade de luz e a converte para padrão numérico com o auxílio do computador do equipamento.

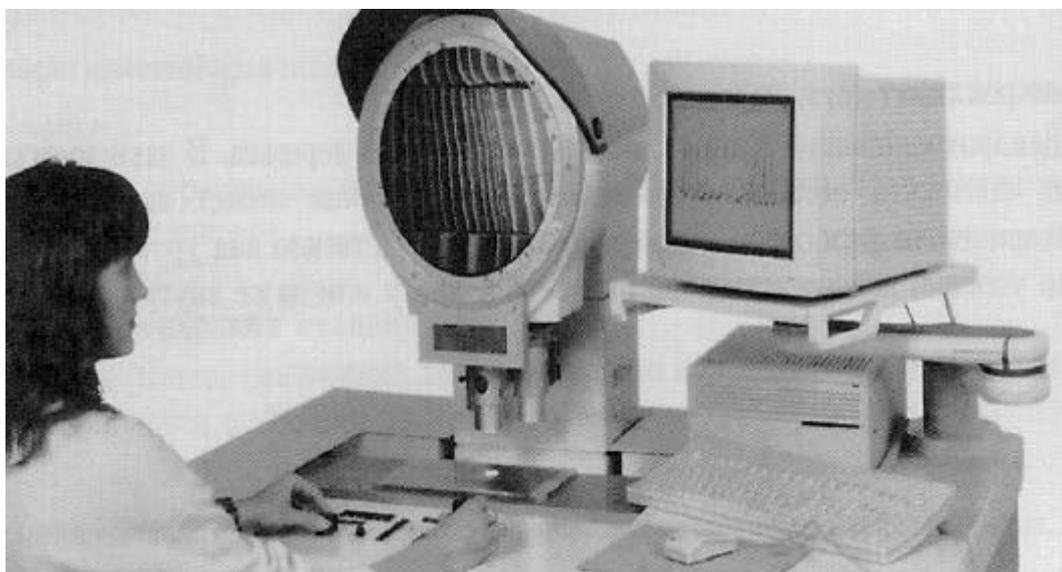


Figura 5 - Microdensitômetro.

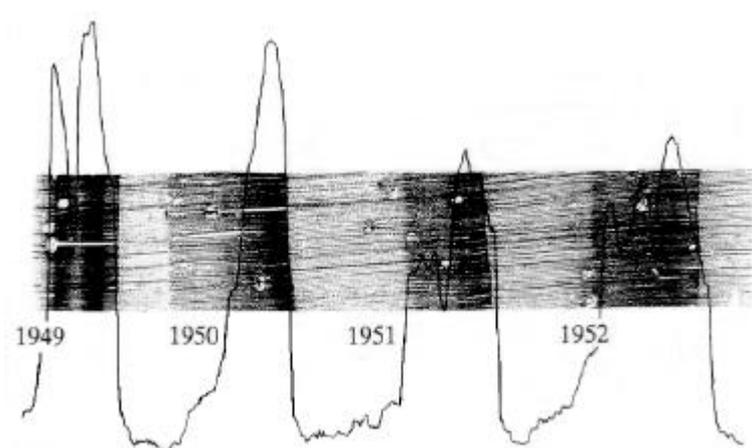


Figura 6 - Microseção e densitograma correspondente de *Pinus sylvestris* proveniente da Alemanha (2).

Em programas específicos são processados os registros obtidos na análise densitométrica, determinando os valores de densidade (média, mínima e máxima) do anel de crescimento, bem como, dos lenhos inicial e tardio. Determina-se também a largura total do anel, a largura dos lenhos inicial e tardio e suas respectivas porcentagens para cada anel de crescimento.

5.4. Preparo químico das amostras de madeira para análises de ^{14}C e $\delta^{13}\text{C}$

Realizados os estudos dendrocronológicos, a madeira dos anéis de crescimento é separada em porções de aproximadamente 20 g a partir de cada anel pela divisão da amostra em frações representativas de cada ano de crescimento da árvore.

A madeira é então submetida a um tratamento específico para a eliminação de materiais adsorvidos como poeira, resinas e da lignina.

Emprega-se rotineiramente o método de purificação ácido-alcalino-ácido (AAA), citado por Olsson & Possnert (20). Este método consiste na eliminação física de contaminantes com utensílios metálicos, seguida de três etapas: (i) tratamento ácido com solução de HCl a 4% a temperatura de 80°C durante 2 horas; (ii) tratamento com solução de NaOH a 2% a 80°C durante 2 horas; (iii) e repetição do tratamento ácido durante 1 hora. Após cada etapa, o excesso de HCl ou NaOH é removido com água destilada/deionizada até ajustar o pH em 7, garantindo a eliminação de possíveis contaminantes.

Para estudos relacionados a determinações das atividades de ^{14}C emprega-se a extração da celulose através da metodologia descrita por Green (21), onde a madeira de um anel de crescimento é moída e peneirada a frações inferiores a 0,250 mm e acondicionada em sacos de papel de filtro com capacidade para aproximadamente 5 gramas. O tratamento físico/químico obedece as seguintes etapas: remoção de resinas e glicídeos em extrator SOXHLET (conjunto de balão-extrator-condensador sobre aquecedor), utilizando 200 mL de solução 2:1 de álcool/tolueno a temperatura de ebulição durante 6 a 8 horas; 200 mL de solução de álcool 96°C concentrado a temperatura de ebulição durante 6 a 8 horas; transfere-se a amostra para béquer, extraindo-se com água quente em três etapas de 1 hora; extração de lignina em banho-maria a 80°C com 6 etapas sucessivas de 45 minutos, utilizando 3 mL de solução de NaClO_2 e 2 mL de solução de ácido acético 1:5.

Na Figura 7 observam-se resultados obtidos por Lisi et al. (22) no Brasil, onde apresentam-se as atividades de ^{14}C medidas na celulose dos anéis de crescimento anuais de espécies subtropicais (*A. angustifolia*) de Camanducaia (MG) e Arapotí (PR) e tropical (*Parkia* sp), coletada na região de Humaitá, sul do estado do Amazonas. Observa-se que antes e no final da década de 1950 a atividade de ^{14}C apresentou-se baixa, ou seja, cerca de 0‰. Após o

início dos testes nucleares no hemisfério norte, no final da década de 1950/início da década de 1960, verificou-se um aumento significativo nas atividades, atingindo um valor máximo ao redor de 700‰ no ano de 1965. Após a interrupção dos testes observa-se uma diminuição da atividade de ^{14}C , devido ao decaimento radioativo e à diluição pelo CO_2 de combustíveis fósseis, atingindo cerca de 100‰ no ano de 1997. Na mesma figura apresentam-se os resultados obtidos nos hemisférios sul e norte das atividades de ^{14}C obtidas do CO_2 atmosférico. Visualiza-se que foram nos anos de 1963/64 onde encontrou-se a máxima concentração de $^{14}\text{CO}_2$ no hemisfério norte, superiores aos do hemisfério sul, onde atingiram-se os maiores valores nos anos de 1965/66.

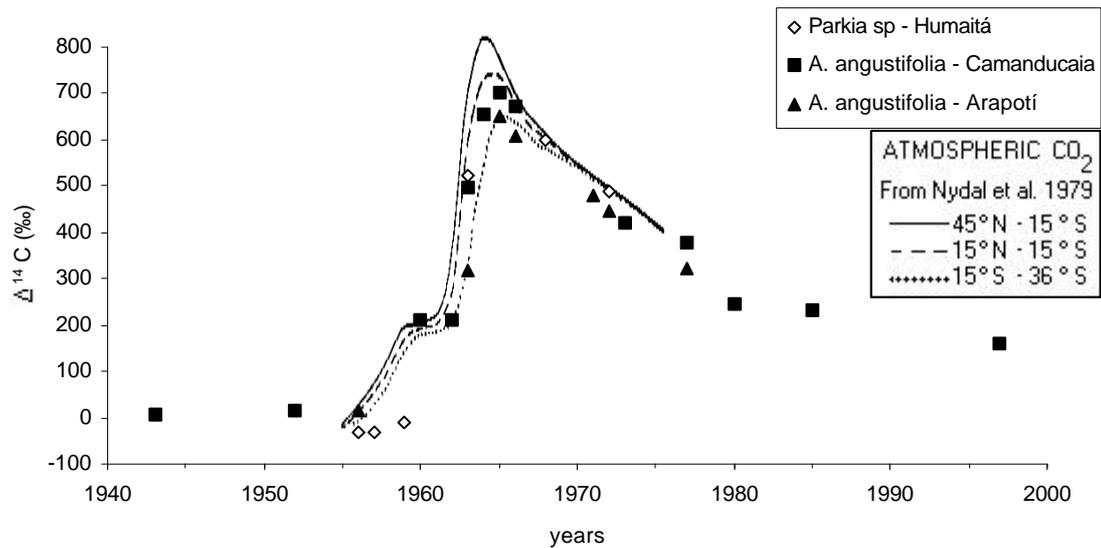


Figura 7 - Atividade de ^{14}C em anéis de crescimento anuais das espécies subtropicais (*A. angustifolia*) e tropical (*Parkia* sp) antes (final da década de 1950) durante e após (final da década de 1960) aos testes nucleares ocorridos no hemisfério norte. Verifica-se também curvas de “fallout” obtidas de amostras de CO_2 atmosférico nos hemisfério norte e sul.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. FAIRHALL, A.W.; YOUNG, J.A. Radiocarbon in the environment. **Advances in Chemistry series**, v.93, p.401-418, 1970.
2. SCHWEINGRUBER, F.H. **Tree rings: basics and applications of dendrochronology**. Dordrech: D. REIDEL, 1988. 273p.
3. CAIN, W.F.; SUESS, H.E. Carbon 14 in tree rings. **Journal of geophysical research**, v.81, n.21, p.3688-3694, 1976.
4. MANNING, M.R.; LOWE, D.C; MALHUIS, W.H.; SPARKS, R.J.; WALLACE, G.; BRENNINKMEIJER, C.A.M.; MCGILL, R.C. The use of radiocarbon measurements in atmospheric studies. **Radiocarbon**, v.32, n.1, p.37-58, 1990.
5. De VRIES, H. Atomic bomb effect: variation of radiocarbon in plants, shells, and snails in the past 4 years. **Science**, v.128, p.250-251, 1958.
6. SCHÖNHOFER, F. ^{14}C in austrian wine and vivegar. **Radiocarbon**, v.34, n.3, p.768-771, 1992.

7. TANS, P.P.; JONG, A.F.M.; MOOK, W.G. Chemical pretreatment and radial flow of ^{14}C in tree rings. **Nature**, v.271, p.234-235, 1978.
8. DAI, K.; FAN, C.Y. Bomb produced ^{14}C content in tree rings grown at different latitudes. **Radiocarbon**, v.28, n.2^A, p.346-349, 1986.
9. FRITTS, H.C. **Tree rings and climate**. London: Academic Press, 1976. 100p.
10. AMARAL, A.C.B. Implantação da metodologia de densitometria de raios-X em madeira. 1994. 143p. Dissertação (Mestrado) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo.
11. SEITZ, R.A.; KANNINEN, M. Tree ring analysis of *Araucaria angustifolia* in southern Brazil: Preliminary results. **IAWA Bulletin**, v.10, n.2, p.170-174, 1989.
12. WORBES, M.; JUNK, W.J. Dating tropical trees by means of ^{14}C from bomb tests. **Ecology**, v.70, n.2, p.503-507, 1989.
13. POLGE, H. Une nouvelle méthode de détermination de la texture du bois: l'analyse densitométrique de clichés radiographiques. **Annales des Sciences Forestières**, v.20, p.533-580, 1963.
14. POLGE, H. Delimitation de l'aubier et du bois du coeur par analyse densitométrique de clichés radiographiques. **Annales des Sciences Forestières**, v.21, p.607-623, 1964.
15. POLGE, H. Study of wood density variations by densitometric analyses of X-ray negatives of samples taken with a pressler auger. In: MEETING OF IUFRO, Melbourne, 1965. Section 41.
16. POLGE, H. Fifteen years of wood radiation densitometry. **Wood Science Technology**, v.12, p.187-196, 1978.
17. CRAIG, H. Carbon-13 variations in sequoia rings and the atmosphere. **Science**, v.119, p.141-143, 1954.
18. LEAVITT, S.W. Isotopes and trace elements in tree rings. In: INTERNATIONAL DENDROCHRONOLOGICAL SYMPOSIUM. Ystad, 1990. **Proceedings**. Ystad, 1990. p.182-190.
19. PEARMAN, G.I.; FRANCEY, R.J.; FRASER, P.J.B. Climate implications of stable carbon isotopes in tree rings. **Nature**, v.260, p.771-772, 1976.
20. OLSSON, I.U.; POSSNERT, G. ^{14}C activity in different sections and chemical fractions of oak tree rings, AD 1938-1981. **Radiocarbon**, v.34, n.3, p.757-767, 1992.
21. GREEN, J.W. Wood cellulose. In: WHISTLE, R.L. (Ed.) **Methods in carbohydrate chemistry**. New York: Academic Press, 1963, v.3, p.9-24.
22. LISI, C.S.; PESSENDA, L.C.R.; TOMAZELLO, M.; ROZANSKI, K. Determination of ^{14}C "fallout" activity in annual three rings of subtropical (*A. angustifolia*) and tropical (*Parkia* sp) Brazilian species. **Three Rings Research** (em revisão).