

TÉCNICA PARA DESAGREGAÇÃO DE ROCHAS SEDIMENTARES PARA RECUPERAR RESTOS DE VERTEBRADOS DAS FORMAÇÕES ADAMANTINA E MARÍLIA (GRUPO BAURU, CRETÁCEO SUPERIOR)

Emerson Ferreira de OLIVEIRA
Anizio Marcio de FARIA
Carlos Roberto dos Anjos CANDEIRO

RESUMO

Acumulações de fósseis vertebrados encontradas no Grupo Bauru (Neocretáceo) da região do Triângulo Mineiro tradicionalmente têm sido coletadas por meio de métodos de campo tradicionais. Entretanto, a falta de protocolos específicos para a coleta de micro e macrovertebrados tem resultado, por vezes, em conjuntos de dados e interpretações equivocados. A fim de recuperar os fósseis com maior eficácia, utilizou-se no presente estudo um método que envolveu a coleta de rochas, a triagem, a desagregação química, e posterior lavagem. Este método foi aplicado a rochas sedimentares das formações Adamantina e Marília contendo fragmentos fósseis. Os resultados demonstraram que o tratamento químico pode contribuir para uma melhor desagregação da rocha sem danificar as características dos fósseis. A metodologia proposta é passível de aplicação em outras localidades fossilíferas contendo fragmentos de fósseis e microfósseis de vertebrados.

Palavras-chave: rochas sedimentares, desagregação química, Grupo Bauru, vertebrados.

ABSTRACT

Accumulations of vertebrate fossils found in the Bauru Group (Late Cretaceous) of the Triângulo Mineiro region have been traditionally collected by nonstandardized field methods. However, the lack of specific protocols for collecting micro and macrovertebrates has sometimes resulted in questionable datasets and misinterpretations. In order to recover fossils more effectively, in this study we used a method that involves the collection of sediment, gentle chemical disaggregation, and subsequent total screenwashing of a large volume of rocks. This method was applied to sedimentary rocks bearing fossil fragments of the Marília and Adamantina formations. Results show that the chemical treatment can contribute to a better disaggregation of rocks in order to recover small fossil fragments and microfossils without damaging their features. This method can be applied at other localities containing fossil fragments or microfossils of vertebrates.

Keywords: sedimentary rocks, chemical disaggregation, Bauru Group, vertebrates.

1 INTRODUÇÃO

O processo de desagregação das rochas sedimentares para liberação dos possíveis fósseis nelas contidos, sobretudo os microfósseis, pode ser realizado por diferentes tratamentos, como mecânico (SALVADOR & SIMONE 2009), químico (NIELSEN & JAKOBSEN 2004), com água a alta pressão (JAKOBSEN 2003), entre outros. Normalmente, tratamentos químicos são utilizados para

a desagregação de rochas sedimentares com forte compactação e de difícil remoção do fóssil por tratamento mecânico (COIL *et al.* 2003, TOLEDO & RENÓ 2010). O tratamento com ácido pode ser um excelente método para a desagregação dos sedimentos; no entanto, o uso de ácidos fortes, que se dissociam completamente na presença de água, pode atacar o fóssil e danificá-lo (VODRÁZKA 2009).

O objetivo do presente estudo foi testar um método para desagregação de rochas a partir de

ataque químico, que preserve as características de fragmentos fósseis e microfósseis de forma mais eficaz, sem danificá-los, assim como demonstrar o potencial de recuperação de vertebrados das unidades cretácicas do Grupo Bauru no Pontal do Triângulo Mineiro.

Neste trabalho, foi empregada uma adaptação do método proposto por NIELSEN & JAKOBSEN (2004), que utiliza um tratamento ácido mais brando para o isolamento dos fósseis presentes em amostras de rochas sedimentares. O tratamento foi realizado com ácido acético, dissociado em pequena extensão, e solução de carbonato em banho ultrassom para desagregar as rochas sem danificar os fósseis nelas presentes.

2 CONTEXTO GEOLÓGICO

O Grupo Bauru na região do Triângulo Mineiro, de idade neocretácea, tem como limites o Arco da Canastra e os rios Grande, Paranaíba e Araguari. Esta unidade assenta-se sobre basaltos da Formação Serra Geral, arenitos da Formação Botucatu, terrenos metamórficos proterozoicos dos grupos Araxá e Canastra, além de intrusões mesozoicas do soerguimento do Alto Paranaíba (SUGUIO *et al.* 1979).

O Grupo Bauru foi subdividido nas formações Adamantina, Uberaba e Marília (*sensu* FERNANDES & COIMBRA 1996), sendo esta última subdividida nos membros Echaporã, Ponte Alta e Serra da Galga (BARCELOS 1984, BARCELOS 1993). Estudos mais recentes, como de ZAHER *et al.* (2006), apresentam outra proposta para essa unidade litoestratigráfica, reorganizando-a nas formações Caiuá, Santo Anastácio, Araçatuba, Adamantina, Presidente Prudente e Marília e os analcimitos Taiúva. Neste estudo é utilizado o trabalho de FERNANDES & COIMBRA (1996) como base da geologia local.

A Formação Adamantina foi proposta inicialmente por SOARES *et al.* (1980) em um estudo sobre a caracterização do Grupo Bauru no Estado de São Paulo. Aflora também nos estados de Goiás, Mato Grosso do Sul, Minas Gerais e Paraná. Conforme FERNANDES & COIMBRA (1996) constitui-se da associação de arenitos finos a muito finos e lamitos siltosos, de cor rósea a castanha, com intercalações de argilitos de cor castanho-avermelhada. DIAS-BRITO *et al.* (2001) sugerem a idade desta unidade como Turoniano-Santoniano, a partir do registro de ostracodes.

De acordo com BERTINI *et al.* (1993) e CANDEIRO (2005a), o conteúdo de vertebrados

fósseis do Cretáceo Superior da Formação Adamantina na porção oeste do Estado de São Paulo é caracterizado pelo registro de Osteichthyes, Dipnoi, Amphibia (Anura), Chelonia, Crocodyliformes, Lepidosauria, Mammalia e diversos achados de dinossauros Titanosauria e Theropoda.

A designação Formação Marília foi proposta inicialmente por ALMEIDA & BARBOSA (1953) para descrever os sedimentos superiores do Grupo Bauru, individualizados pela cimentação carbonática. Essa unidade estende-se, em parte, nos estados de Goiás e São Paulo e na região do Triângulo Mineiro. Conforme SOARES *et al.* (1980), a Formação Marília é composta por arenitos grossos a conglomeráticos, grãos angulosos, teor de matriz variável, seleção pobre, ricos em feldspato, minerais pesados e minerais instáveis. Tais sedimentos ocorrem em bancos com espessura média entre 1 e 2 m, maciços ou com acamamento incipiente subparalelo e descontínuo, raramente apresentando estratificação cruzada de médio porte, com seixos concentrados nos estratos cruzados. Ademais, ainda há ocorrência de raras camadas descontínuas de lamitos vermelhos e calcários. Segundo DIAS-BRITO *et al.* (2001) a Formação Marília é datada como Maastrichtiano a partir do seu conteúdo de microfósseis.

Restos de vertebrados têm sido coletados em sedimentos da Formação Marília no oeste do estado de São Paulo e no Triângulo Mineiro, desde o início do século passado. A fauna é representada principalmente por peixes, tartarugas, crocodilianos e dinossauros provenientes de arenitos continentais de idade neomastrichtiana (CANDEIRO 2005b).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Amostras de rochas sedimentares foram coletadas em dois pontos, o primeiro situado no Município de Campina Verde (MG), onde aflora a Formação Marília, e o segundo no Município de Prata (MG), na Formação Adamantina (Figura 1). Em cada ponto foram coletados cerca de 15 kg de sedimentos para triagem em laboratório (Figura 2).

A macrotriagem dos materiais consistiu na separação de amostras de rochas com fragmentos de fósseis. Nesta etapa, amostras contendo fósseis com potencial para identificação taxonômica foram separadas para estudos macroscópicos. As amostras escolhidas para tratamento químico foram aquelas que portavam fragmentos fósseis não passíveis de identificação taxonômica. Estas últimas foram divididas de acordo com a formação



FIGURA 1 – Mapa geológico do Triângulo Mineiro mostrando a localização dos pontos de coleta (Adaptado de FERNANDES & COIMBRA 1996).



FIGURA 2 – Ponto de coleta de amostra na Formação Adamantina, BR 497, Município de Prata (MG).

geológica de origem e numeradas de um a três para a Formação Adamantina e de um a cinco para a Formação Marília, totalizando oito amostras (Figura 3).

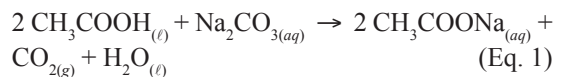
A desagregação das amostras foi feita de forma manual e consistiu em reduzi-las em partes menores com cerca de 50 g.

Para a desagregação das amostras de rochas sedimentares foi empregado um método químico, modificado do proposto por NIELSEN &

JAKOBSEN (2004). Neste trabalho houve a substituição da adição de solução aquecida de carbonato de sódio pela adição de solução do mesmo carbonato à temperatura ambiente, associada com uso de banho ultrassom.

Cada uma das oito amostras foi inserida em um béquer de 100 mL e colocada em estufa a 70 °C por 1 h para a retirada de umidade. Em seguida, os béqueres foram retirados da estufa e deixados na capela até que as amostras alcançassem a temperatura ambiente. Aos béqueres foram adicionados 30 mL de ácido acético glacial (Impex, São Paulo, Brasil), volume retirado diretamente do frasco. O procedimento foi realizado em capela com sistema de exaustão (Figura 4). Em cada béquer, a mistura foi mantida em repouso por 30 minutos para a ação do ácido no sedimento. Após esse período, foram adicionados a cada béquer 50 mL de solução tampão do carbonato de sódio à temperatura ambiente [Na₂CO₃/NaHCO₃ a pH 9,60 (± 0,05)].

A solução tampão é um tipo de solução que não deixa a acidez do meio aumentar ou diminuir, permanecendo constante. Quando o ácido acético é misturado com a solução tampão de carbonato de sódio à temperatura ambiente, ocorre imediatamente uma reação química que gera como um dos produtos o dióxido de carbono (CO₂) (Equação 1). A produção do CO₂ pode ser observada pela efervescência formada dentro do béquer.



Para auxiliar o processo de desagregação dos sedimentos, os béqueres foram inseridos em banho ultrassom por mais 30 min. Nesta etapa ocorreu uma aceleração da aeração da matriz sedimentar, evidenciando que o banho ultrassom promove maior eficiência à reação química acima descrita, intensificando a formação de gás carbônico.

Em seguida, o conteúdo dos béqueres foi peneirado em uma peneira com malha de 1,0 mm², para reter os fósseis e fragmentos resistentes ao processo de desagregação. O sólido retido na peneira foi lavado com água ultrapura fria (aproximadamente 4 °C). A água ultrapura foi obtida a partir de um sistema de purificação de água Megapurity, modelo Human UV 900 (Equisul, Pelotas, Brasil), aplicando-se resistividade de 18,3 Ω cm. Os resíduos sólidos retidos na peneira foram secos em estufa a 90 °C até a completa remoção da umidade.

Após completamente secos, os resíduos sólidos foram novamente submetidos ao processo

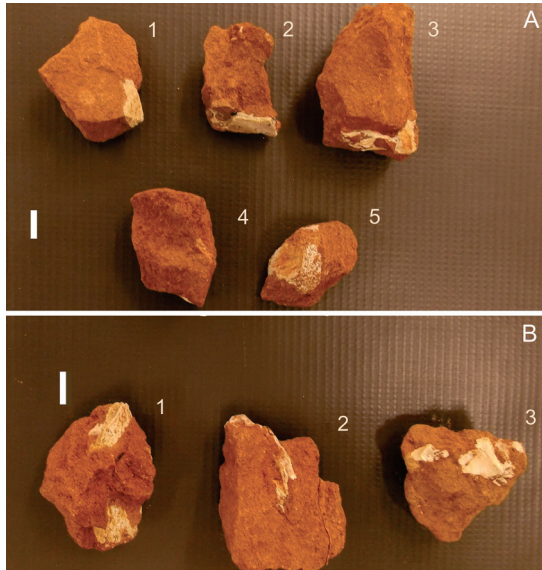


FIGURA 3 – Amostras contendo fragmentos fósseis selecionadas para tratamento químico. A: Amostras da Formação Marília, B: Amostras da Formação Adamantina. Escala gráfica = 1 cm.

de desagregação, adicionando-se 30 mL de ácido acético glacial e repetindo as etapas descritas anteriormente até a obtenção dos fragmentos finais.

A aeração resultou no amolecimento do sedimento, deixando-o extremamente poroso em algumas amostras, o que facilitou a remoção manual com auxílio de uma pinça da matriz que envolvia os fragmentos fósseis nas amostras 1, 3 e 4 da Formação Marília e na amostra 3 da Formação Adamantina (Figura 5). Já as amostras 2 e 5 da Formação Marília e as amostras 1 e 2 da Formação Adamantina tiveram a matriz sedimentar completamente desagregada durante o tratamento químico

co (Figura 5), evidenciando que a liberação dos fragmentos fósseis da matriz foi facilitada durante esse processo, pois a tendência é que as rochas sedimentares se desagreguem em seus pontos mais fracos, justamente naqueles de contato dos fósseis com a matriz sedimentar.

Os fragmentos fósseis completamente desagregados dos sedimentos foram, então, considerados prontos.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Microvertebrados recuperados na etapa de macrotriagem

Dentre as amostras coletadas não destinadas ao tratamento químico, foram recuperados os seguintes fósseis provenientes da Formação Adamantina no Município de Prata: uma vértebra opistocélica de um possível peixe actinoptérgio *Lepisosteiformes* indet., apresentando a face posterior convexa e a anterior côncava (Figura 6A); fragmento de dente de dinossauro carnívoro *Theropoda* indet., que possui dentículos de tamanhos relativamente iguais e com fendas interdenticulares pouco desenvolvidas (Figura 6B); fragmento de dente indeterminado (Figura 6C); além de inúmeros fragmentos de ossos com tecido esponjoso bem preservado. O registro de *Lepisosteiformes* indet.?, se confirmado, seria o primeiro na Formação Adamantina neste município, embora este peixe actinoptérgio já seja conhecido nesta unidade estratigráfica no oeste do Estado de São Paulo, conforme descrito por BRITO *et al.* (2006). Os dentes de terópodes na Formação Adamantina, em Prata, também foram reportados por Candeiro *et al.* (2004). Na Formação Marília não foram encontrados fósseis passíveis de identificação e descrição.



FIGURA 4 – Processo de tratamento químico. A: Amostras com fragmentos fósseis dentro dos béqueres, B: Etapa de adição de ácido acético realizada em capela.

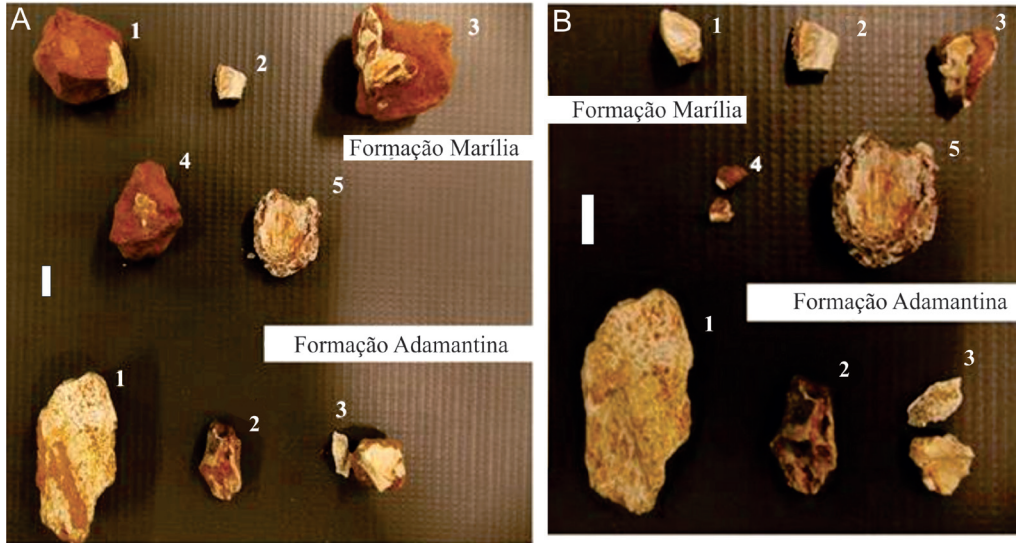


FIGURA 5 – Fragmentos fósseis recuperados após o tratamento químico. A: Fragmentos fósseis após as duas etapas de tratamento com ácido acético, B: Fragmentos fósseis após o tratamento com ácido e retirada manual do excesso de sedimentos. Escala gráfica = 1 cm.

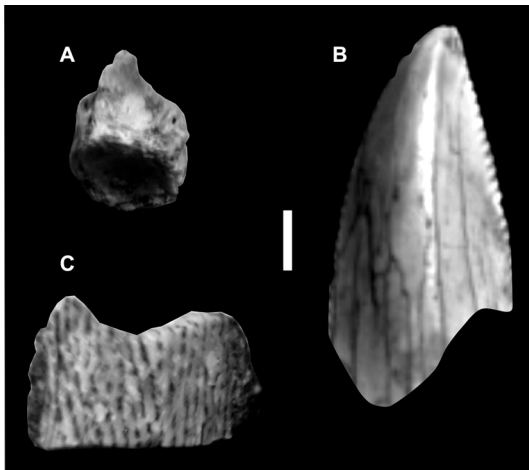


FIGURA 6 – Vertebrados recuperados das rochas sedimentares da Formação Adamantina do Município de Prata. A: vista dorsal de uma vértebra de um possível Lepisosteiformes indet., B: vista labial de dente de Theropoda indet., C: vista labial de fragmento de dente de Vertebrata indet. Escala gráfica = 1 cm.

Tratamento químico dos sedimentos com fragmentos fossilíferos

Oito amostras de rochas fossilíferas coletadas nesse trabalho foram submetidas ao tratamento ácido para a completa remoção dos seus fragmen-

tos fósseis. O tratamento ácido empregado fez uso de ácido acético concentrado e uma solução tampão de carbonato de sódio ($\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$) à temperatura ambiente que, ao serem adicionados aos béqueres contendo as amostras, reagem entre si resultando na formação de gás carbônico (CO_2). O banho ultrassom foi empregado para acelerar a reação química de produção de CO_2 .

Esse método mostrou-se tão eficaz na recuperação dos fragmentos fósseis quanto o método original proposto por NIELSEN & JAKOBSEN (2004), que emprega uma solução de carbonato de sódio aquecida até ebulição, sem banho ultrassom.

O método aqui proposto tem como principal vantagem o fato de não empregar a solução aquecida de carbonato de sódio durante o processo de ação do ácido, pois o aquecimento da solução aumenta a dissociação do ácido acético em íons H^+ e CH_3COO^- (acetato), fazendo com que a superfície do fóssil seja parcialmente consumida pelo ácido (H^+). A adição da solução de carbonato de sódio à temperatura ambiente com auxílio de um banho ultrassom permite uma ação mais branda do ácido nos fragmentos, como observado nos resultados obtidos nesse trabalho (Figura 6). Este aspecto do método é importante, pois fragmentos fósseis podem ser recuperados sem serem danificados ou, até mesmo, dissolvidos durante o tratamento ácido.

5 CONCLUSÕES

As rochas sedimentares das formações Adamantina e Marília (Grupo Bauru) dos municípios de Campina Verde e Prata, no Triângulo Mineiro, demonstram potencial para prospecção de vertebrados. Utilizou-se amostras destas formações para realizar a macro triagem e desenvolver uma técnica de desagregação física associada ao tratamento químico, visando a recuperação de fragmentos fósseis e microfósseis sem danificá-los.

Na etapa de macro triagem foi possível recuperar, pela primeira vez, uma vértebra de pequenas dimensões de Lepisosteiformes indet.?, oriunda da Formação Adamantina no Município de Prata, além de um dente fragmentado de Theropoda e restos de vertebrados indeterminados.

O método de desagregação com ácido acético associado à solução tampão demonstrou bons resultados, permitindo a retirada total dos sedimentos de alguns fragmentos e em outros facilitou a sua retirada manual, de forma a preservá-los. Estes resultados demonstram a viabilidade do uso deste método em outras unidades estratigráficas portadoras de fragmentos fósseis.

6 AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq (Processo 507554/2010-8) pela bolsa de Produtividade em Pesquisa (R. Candeirol), a qual possibilitou avanços nos trabalhos; a Fábio Reis Venceslau (Curso de Geografia, *Campus* Pontal/UFU) pela contribuição na elaboração das figuras; aos Laboratórios de Química do Curso de Química e Geologia do Curso de Geografia, ambos da Universidade Federal de Uberlândia *Campus* Pontal; aos relatores da Revista do IG pelas sugestões que enriqueceram o trabalho.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALMEIDA, F.F.M.; BARBOSA, O. 1953. Geologia das quadrículas Piracicaba e Rio Claro, Estado de São Paulo. *Boletim DGM/DNPM*, 143: 1-96.
- BARCELOS, J.H. 1984. Reconstrução paleogeográfica da sedimentação do Grupo Bauru baseada na sua redefinição estratigráfica parcial em território paulista e no estudo preliminar fora do estado de São Paulo. Departamento de Geologia, Universidade Estadual Paulista, Rio Claro, Tese de Doutorado, 190 p.
- BARCELOS, J.H. 1993. Geologia regional e estratigrafia cretácica do Triângulo Mineiro. *Revista Sociedade e Natureza*, 5: 9-24.
- BERTINI, R.J.; MARSHALL, L.G.; GAYET, M.; BRITO, P. 1993. Vertebrate faunas from the Adamantina and Marília formations (Upper Bauru Group, late Cretaceous, Brazil) in their stratigraphic and paleobiogeographic context. *Neues Jahrbuch für Geologie und Paläontologie - Abhandlungen*, 188(1): 71-101.
- BRITO, P.M.; AMARAL, C.R.; MACHADO, L.P.A.C. 2006. A ictiofauna do Grupo Bauru, Cretáceo superior da Bacia Bauru, sudeste do Brasil. In: V. Gallo, P.M. Brito, H.M.A. Silva, F.J. Figueiredo (Orgs.) *Paleontologia de Vertebrados: Grandes Temas e Contribuições Científicas*. Rio de Janeiro, Interciência, p. 133-143.
- CANDEIRO, C.R.A. 2005a. Bauru Group (Late Cretaceous) vertebrates from Triângulo Mineiro region and western São Paulo state, Brazil: an introduction. *Sociedade & Natureza*, 17(32): 27-35.
- CANDEIRO, C.R.A. 2005b. Geologia e paleontologia de vertebrados da Formação Marília (Neomaastriichtiano) no Sítio Paleontológico de Peirópolis. *Caminhos de Geografia*, 11(16): 117-124.
- CANDEIRO, C.R.A.; ABRANCHES, C.T.; ABRANTES, E. A.; AVILLA, L.S.; MARTINS, V.C.; MOREIRA, A.L.; TORRES, S.R.; BERGQVIST, L.P. 2004. Dinosaurs remains from western São Paulo state, Brazil (Bauru Basin, Adamantina Formation, Upper Cretaceous). *Journal of South American Earth Sciences*, 18: 1-10.
- COIL, J.; KORSTANJE, M.A.; ARCHER, S.; HASTORF, C.A. 2003. Laboratory goals and considerations for multiple microfossil extraction in archaeology. *Journal of Archaeological Science*, 30: 991-1008.
- DIAS-BRITO, D.; MUSACCHIO, E.A.; CASTRO, J.C.; MARANHÃO, M.S.A.S.; SUÁREZ, J.M.; RODRIGUES, R. 2001. Grupo Bauru: uma unidade continental do Cretáceo no Brasil – Concepções baseadas em dados micropaleotológicos, isotrópicos e estratigráficos. *Revue Paleobio*, 20(1): 245-304.

- FERNANDES, L.A.; COIMBRA, A.M. 1996. A Bacia Bauru (Cretáceo Superior, Brasil). *Anais da Academia Brasileira de Ciências*, 68(2): 195-205.
- JAKOBSEN, S.L. 2003. A new preparatory approach of decapod and thoracican crustaceans from the Middle Danian at Fakse, Denmark. *Contributions to Zoology*, 72:141-145.
- NIELSEN, J.K.; JAKOBSEN, S.L. 2004. Extraction of Calcareous Macrofossils from the Upper Cretaceous White Chalk and Other Sedimentary Carbonates in Denmark and Sweden: The Acid-Hot Water Method and the Waterblasting Technique. *Palaeontologia Electronica*, 7(4): 1-11.
- SALVADOR, R.B.; SIMONE, L.R.L. 2009. Técnicas para o processamento de fósseis de bivalves: um estudo de caso sobre a formação Corumbataí, Bacia do Paraná, Brasil. *Revista da Biologia*, 3: 24-28.
- SOARES P.C.; LANDIM, P.M.B.; FÚLFARO, V.J.; SOBREIRO-NETO, A.F. 1980. Ensaio de caracterização do Cretáceo no Estado de São Paulo: Grupo Bauru. *Revista Brasileira de Geociências*, 10(3): 177-185.
- SUGUIO K.; SVISERO, D.P.; FELITTI FILHO, W. 1979. Conglomerados polimíticos diamantíferos de idade cretácica de Romaria (MG): um exemplo de sedimentação de leques aluviais. In: SBG, SIMPÓSIO REGIONAL DE GEOLOGIA, 2, Rio Claro, *Resumos*, 217-229.
- TOLEDO, C.E.V.; RENÓ, D.L.S. 2010. Análises histológicas de Actinopterygii primitivos "Paleonisciformes" da Formação Corumbataí, na região do Município de Rio Claro, Estado de São Paulo. *Brazilian Geographical Journal: Geosciences and Humanities research médium*, 1(2): 352-361.
- VODRÁZKA, R. 2009. A new method for the extraction of macrofossils from calcareous rocks using sulphuric acid. *Palaeontology*, 52(1): 187-192.
- ZAHER, H.; POL, D.; CARVALHO, A.B.; RICCOMINI, C.; CAMPOS, D.; NAVA, W. 2006. Redescription of *Mariliasuchus amarali*, and its Phylogenetic Affinities (Crocodyliformes, Notosuchia). *American Museum Novitates*, 3512: 1-40.

Lista de endereços:

Emerson Ferreira de Oliveira, Anizio Marcio de Faria e Carlos Roberto A. Candeiro - Universidade Federal de Uberlândia, Laboratório de Geologia, Curso de Geografia, Campus Pontal, Rua Vinte, 1.600, Tupã, CEP: 38304-402, Ituiutaba, MG, Brasil. *E-mails:* oliveira_geoscience@yahoo.com.br, anizio@pontal.ufu.br, candeiro@pontal.ufu.br

Submetido em 28 de dezembro de 2012, aceito em 2 de novembro de 2013.