

Aplicações do Microscópio Eletrônico de Varredura na rotina de trabalhos do CETEA

Paula F. Janetti Bócoli

Pesquisadora do Centro de Tecnologia de Embalagem – CETEA/ITAL

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) é utilizado na investigação da microestrutura superficial de materiais importantes como metais, polímeros, vidros, cerâmicos, celulósicos e alimentos, se destacando quando é possível realizar análise química elementar na amostra em observação (SOARES & SARON, 2010).

Na microscopia eletrônica de varredura a região analisada é irradiada por um fino feixe de elétrons e como resultado da sua interação com a amostra, uma série de radiações são emitidas, sendo que os sinais de maior interesse são os elétrons secundários (SE) e os elétrons retroespalhados (BSE), para a geração de imagens com informações sobre relevo da superfície e contraste de composição química, respectivamente, e os sinais de raios-X característicos dos elementos que os gerou, que trazem informações qualitativas e quantitativas da composição elementar da amostra analisada (SOARES & SARON, 2010). A imagem eletrônica de varredura representa em tons de cinza o mapeamento e a contagem de elétrons emitidos pelo material analisado (DUARTE et al., 2003).

No CETEA esta técnica está implantada há mais de vinte anos e, com o decorrer do tempo sua aplicação foi ganhando espaço na avaliação dos diversos tipos de materiais de embalagem e em outras áreas, através de parcerias com os centros de pesquisa do ITAL e projetos de fomento.

Uma das vantagens da utilização do MEV/EDX é a rapidez e facilidade na preparação das amostras, que depende do objetivo da pesquisa (DUARTE et al., 2003). No setor de embalagens metálicas, o MEV pode ser utilizado como técnica analítica complementar às análises de causa de problemas decorrentes da interação com produtos como bebidas, alimentos, tintas etc., pois estes estudos têm um grande interesse tecnológico devido ao elevado custo relacionado às perdas resultantes de processos de corrosão (SOARES, 2012). As imagens geradas e as informações qualitativas das estruturas são bastante importantes na conclusão dos trabalhos. Avaliação de problemas como microfuro em latas de alumínio, *blow out* em tampas para latas de bebidas, trincas em latas destinadas ao acondicionamento de produtos químicos e caracterização de ranhuras nas corrugações de rolas metálicas objetos de perícia são alguns exemplos da aplicação da técnica. A Figura 1 ilustra imagens obtidas em sistema MEV/EDX desses exemplos.

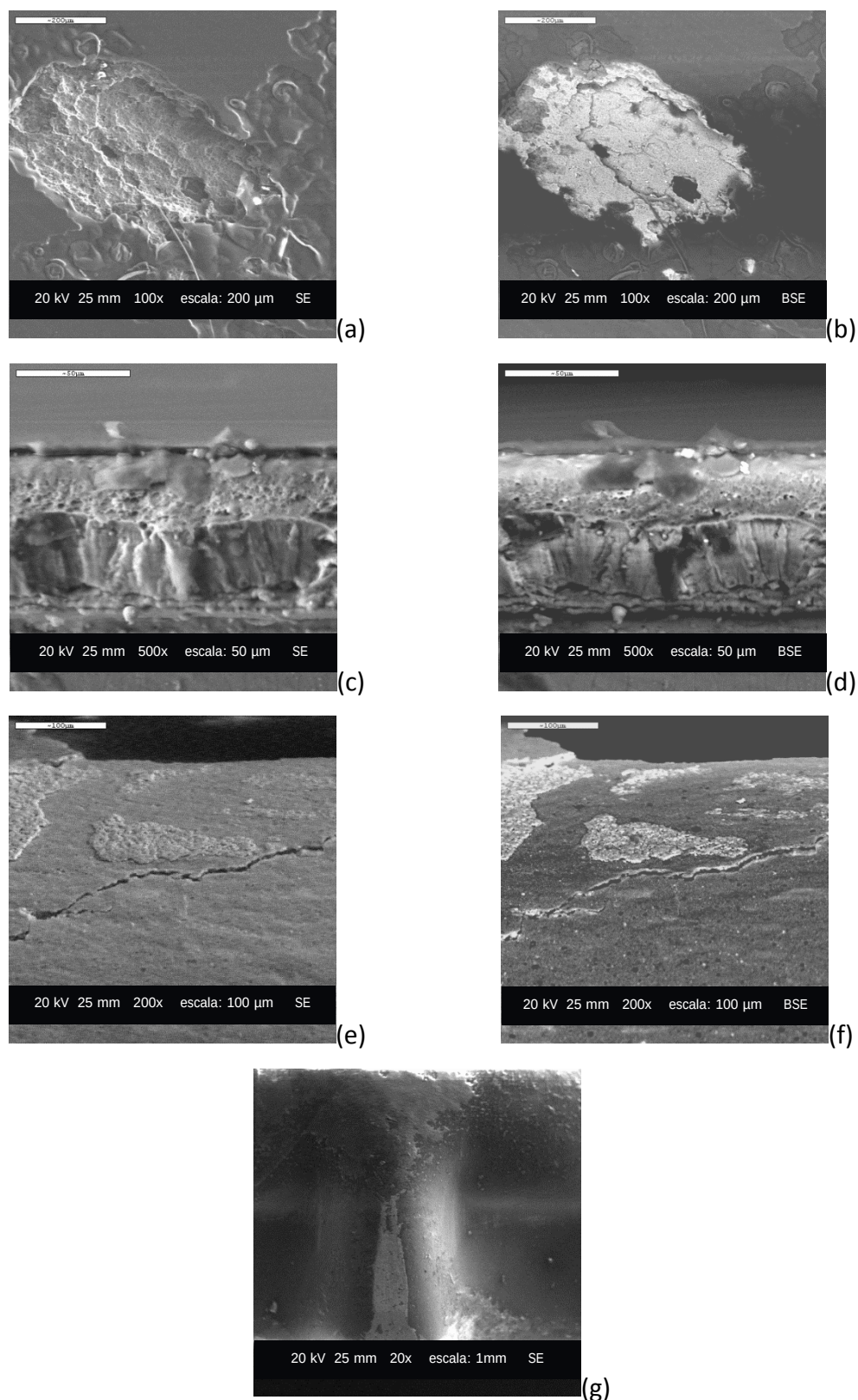


Figura 1. Imagens obtidas pelo sistema MEV/EDX na análise de embalagens metálicas: (a) e (b) microfuro em lata de alumínio, (c) e (d) abertura espontânea (*blow out*) em tampa de latas para bebida, (e) e (f) trinca em lata para tintas e (g) corrugação de rolha metálica.

Os materiais poliméricos, como filmes multicamadas, também podem ser analisados por MEV/EDX, com o objetivo de avaliar a presença de microfuros e outros defeitos que levam à deterioração dos alimentos acondicionados nesse tipo de embalagem, ou identificar as camadas dos materiais que compõem o filme. A Figura 2 ilustra a seção transversal de um filme plástico multicamada com alumínio. A região na qual o alumínio estava presente pôde ser identificada através da microanálise por dispersão de raios-X, sendo facilmente evidenciada na amostra quando realizado um mapeamento do elemento químico em questão (Figura 2b).

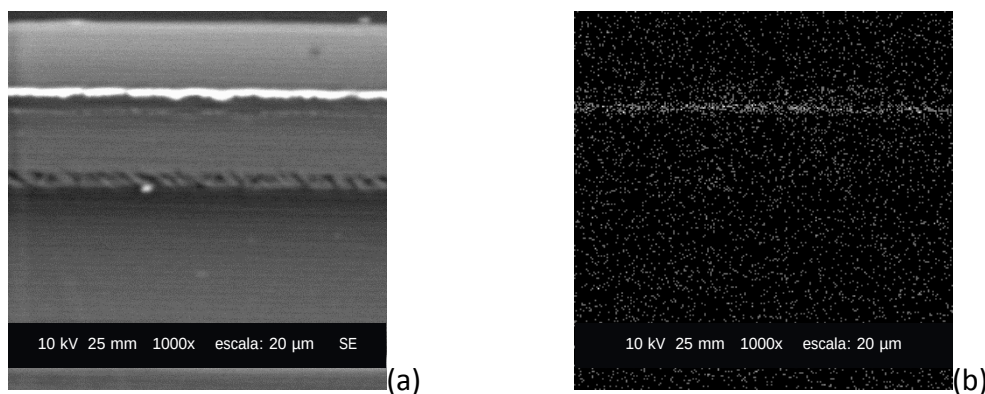


Figura 2. Seção transversal de filme plástico multicamada aluminizado: (a) imagem obtida com detector SE e (b) ilustração da região com alumínio identificada através do mapeamento.

A parceria com outros centros de pesquisa do ITAL e o desenvolvimento de projetos de pesquisa com produtos em pó fez com que a microscopia eletrônica de varredura fosse aplicada também na caracterização morfológica de micropartículas encapsuladas ou na caracterização de alterações em produtos em pó decorrentes da ação da umidade, por exemplo. A Figura 3 apresenta imagens obtidas por MEV/EDX de micropartículas encapsuladas, com aumentos variados, permitindo a visualização de detalhes morfológicos das partículas (Figura 3a) e da distribuição populacional delas após a produção (Figura 3b). A influência do tipo de técnica utilizada no preparo das micropartículas também pode ser observada nas imagens obtidas pelo MEV. As Figuras 3c e 3d ilustram uma mesma partícula produzida pelas técnicas de *Spray Chilling* e *Spray Dryer*, respectivamente, sendo possível observar que técnica de *Spray Chilling* produziu partículas mais irregulares e com maior aglomeração quando comparadas às partículas produzidas pela técnica de *Spray Dryer*.

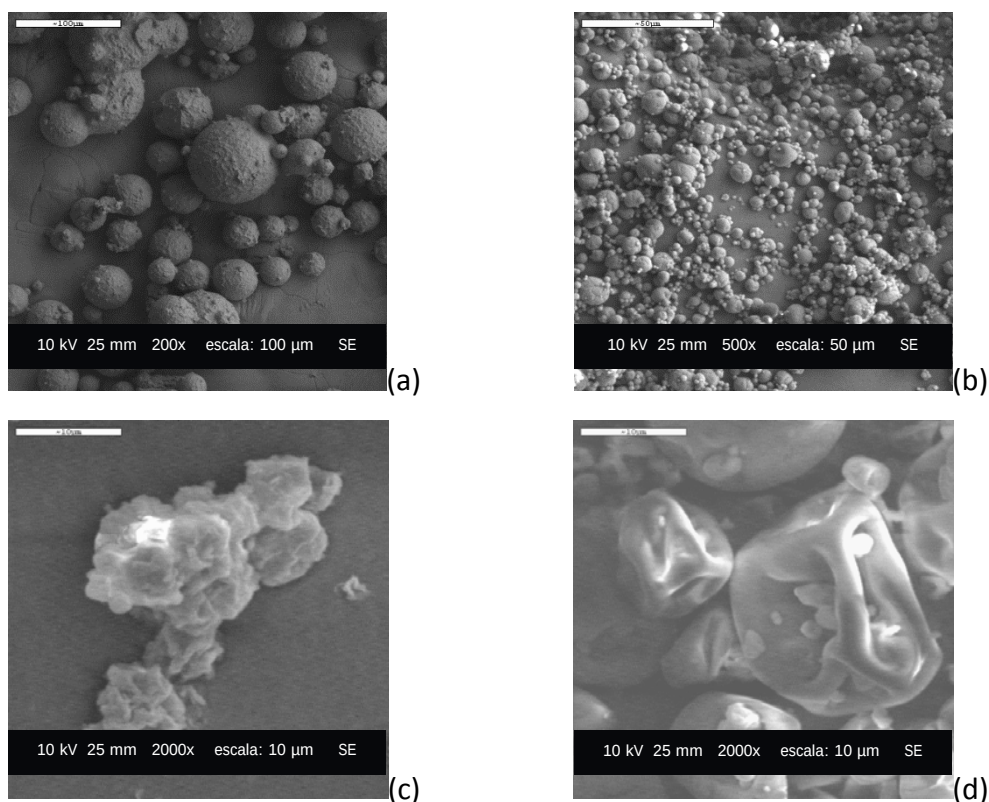


Figura 3. Exemplos de micropartículas encapsuladas: (a) com aumento de 200x, (b) com aumento de 500x, (c) produzidas por *Spray Chilling* e (d) produzidas por *Spray Dryer*.

A presença de fungos e outros microrganismos em embalagens e produtos, advindos de possíveis contaminações de processo ou após o envase, por problema de integridade da embalagem, pode ser caracterizada pela microscopia eletrônica de varredura, ilustrando a morfologia dos microrganismos. A Figura 4 apresenta microfotografias de fungos obtidas em produtos alimentícios à base de tomate acondicionados em frascos de vidro. As imagens ilustram a característica morfológica do fungo encontrado na região problema.

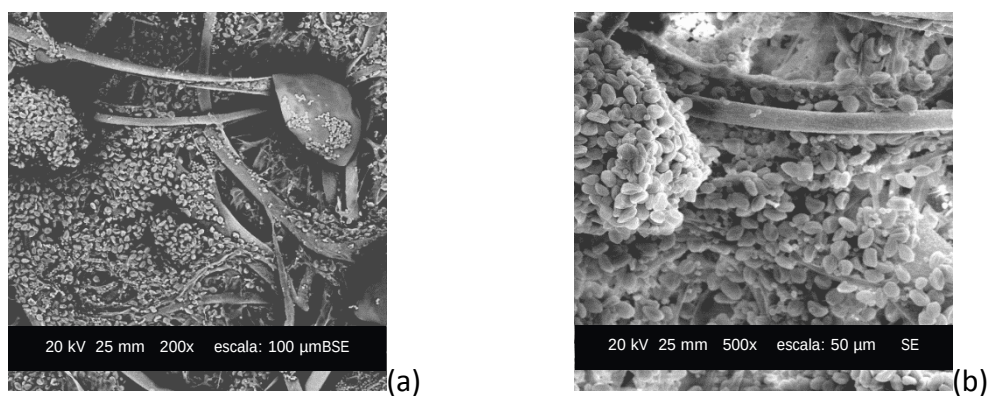


Figura 4. Fungos em produto à base de tomate: (a) imagem em detector BSE com aumento de 200x e (b) imagem em detector SE com aumento de 500x.

Outras aplicações da microscopia eletrônica também vêm sendo desenvolvidas no CETEA, como é o caso da identificação de partículas estranhas em materiais vítreos, dispersos em produtos líquidos como medicamentos e perfumes e até mesmo encontradas em alimentos. A técnica, além de permitir o registro de imagens com grandes aumentos e detalhes dos materiais analisados, traz informações sobre a composição química dos objetos de estudo e pode auxiliar na identificação da origem da contaminação. As pequenas quantidades de materiais necessárias para avaliação por MEV/EDX é também um fator positivo da técnica, pois é possível analisar mesmo regiões e amostras muito pequenas, após o seu preparo adequado, resultando em respostas fundamentais e muitas vezes conclusivas nas pesquisas.

Referências

DUARTE, L. C.; JUCHEN, P. L.; PULZ, G. M.; BRUM, T. M., CHODUR, N.; LICCARDO A. et al. Aplicações de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e sistema de energia dispersiva (EDS) no estudo de gemas: exemplos brasileiros. **Pesquisas em Geociência**, v. 30, n. 2, p. 3-15, 2003.

SOARES, B. M. C.; SARON, E. S. Microanálise elementar de materiais: aplicações do sistema MEV-EDX. **Boletim de Tecnologia e Desenvolvimento de Embalagens**, v. 22, n. 1, Campinas: Instituto de Tecnologia de Alimentos, 2010. 4p. Disponível em: <http://cetea.ital.sp.gov.br/informativo/v22n1/v22n1_artigo2.pdf>, acessado em 06 jun. 2016.

SOARES, B. M. C. Técnicas analíticas empregadas em estudos de corrosão. **Boletim de Tecnologia e Desenvolvimento de Embalagens**, v. 24, n. 3, Campinas: Instituto de Tecnologia de Alimentos, 2012. 4p. Disponível em: <http://cetea.ital.sp.gov.br/informativo/v24n3/v24n2_artigo3.pdf>, acessado em 06. Jun. 2016.