

# APLICAÇÃO DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA PARA A AVALIAÇÃO DE EMBALAGENS

*Elisabete Segantini  
Sílvia T. Dantas*

Os avanços da tecnologia moderna exigem materiais cada vez mais diversificados, cujo desenvolvimento depende do conhecimento de suas microestruturas em todos os níveis de detalhe e resolução. Este fato acelerou o avanço da análise instrumental, em cujo contexto, a partir da década de 30, desenvolveu-se o primeiro microscópio eletrônico de transmissão (MET).

Este equipamento é utilizado para observação de amostras muito finas e apresenta um grande poder de resolução atômica, com duas vantagens importantes: a possibilidade de observar o que existe “por dentro” dos materiais (uma vez que os elétrons que formam a imagem atravessam toda a amostra) e a facilidade de identificação dos detalhes da microestrutura através da técnica de difração de elétrons.

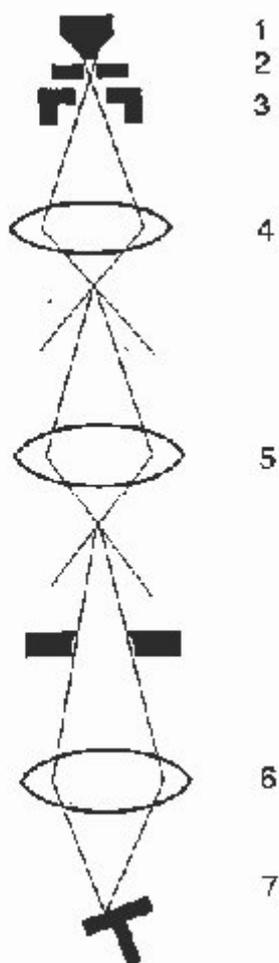
Em seguida, desenvolveu-se o microscópio eletrônico de varredura (MEV), que é utilizado para observação de amostras espessas. Este equipamento oferece um alto poder de resolução (da ordem de 3,0nm) e uma grande profundidade de foco (cerca de 300 vezes superior a de um microscópio ótico), o que possibilita a obtenção de imagens com aparência tridimensional. O MEV também permite a obtenção de informações de natureza química em áreas reduzidas, da ordem de microns, quando acoplado a um espectrômetro de dispersão de energia ou de dispersão de comprimento de onda.

O microscópio eletrônico de varredura (MEV), acoplado a um detector de dispersão de energia de raio-X (EDX), equipamento disponível no CETEA, consiste basicamente de uma coluna ótico-eletrônica, uma câmara de amostra, um sistema de vácuo, um controlador eletrônico, um sistema de imagem e um detector de sinais.

Para a construção da imagem, uma área da amostra é varrida ponto-a-ponto, de modo similar à formação de imagem de televisão. Em uma coluna específica, um estreito feixe de elétrons de alta energia é focalizado num ponto da amostra, o que causa emissão de elétrons com grande espalhamento de energia, que são coletados e amplificados para fornecer um sinal elétrico. Este sinal é utilizado para modular a intensidade de um feixe de elétrons num tubo de raios catódicos (TRC). Para construir a imagem completa, o feixe de elétrons é varrido sobre uma área da superfície da amostra, enquanto o feixe no TRC é varrido sincronicamente sobre um rastro geometricamente similar.

Conforme ilustrado na Figura 1, a fonte de elétrons (canhão) produz um feixe de elétrons impulsionando-o para o centro da coluna. O feixe de elétrons é emitido pelo filamento (1),

geralmente de tungstênio aquecido a 2500°C, e a emissão da corrente de elétrons é controlada por um cilindro “Wehnelt” (2), os quais em conjunto (filamento e cilindro “Wehnelt”) formam o catodo. Este feixe de elétrons divergentes é emitido pelo catodo e atraído pelo anodo (3) onde ocorre a produção do “crossover”. O “crossover” é o ponto de intersecção do feixe de elétrons entre os componentes (anodo e catodo). A partir da extremidade do anodo (3), o feixe de elétrons emitido passa por duas lentes condensadoras eletromagnéticas (4 e 5), as quais têm a função de formar o menor diâmetro possível de feixe de elétrons, reduzindo assim, o “crossover”.

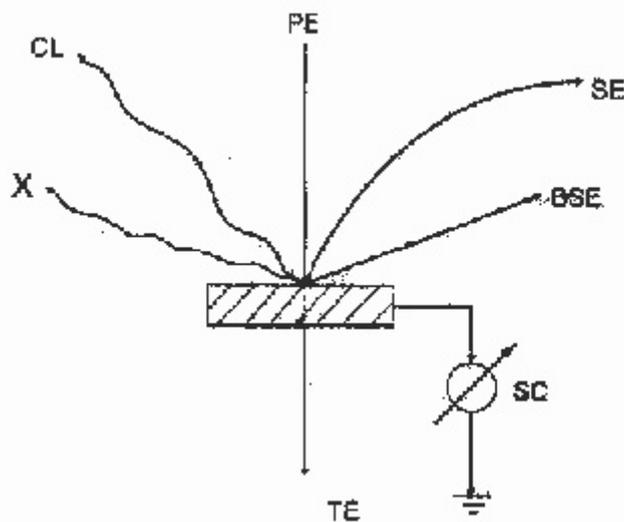


**FIGURA 1.** Sistema óptico-eletrônico do MEV.

A lente objetiva eletromagnética (6), abaixo das lentes condensadoras, é alinhada de modo que após a subsequente condensação do feixe de elétrons demagnificado, este seja focalizado sobre a superfície da amostra (7). Dois pares de bobinas de varredura são localizados dentro da lente objetiva, com a função de varrer o feixe de elétrons sobre uma determinada área na superfície da amostra. Por um controle digital, a amostra é varrida ponto a ponto.

A distância da superfície da amostra em relação à parte inferior da lente objetiva é chamada de distância de trabalho. Aumentos maiores são obtidos com a diminuição da área varrida sobre a superfície da amostra.

O estreito feixe de elétrons (feixe de elétrons primários-PE) ao incidir sobre a superfície da amostra libera diferentes sinais, como é demonstrado na Figura 2.



**FIGURA 2.** Representação dos tipos de sinais obtidos pelo MEV.

SE: elétrons secundários da camada externa da superfície da amostra.

BSE: elétrons retroespalhados de profundidade de 1  $\mu\text{m}$ .

CL: catodoluminescentes de amostras luminescentes.

X: raios-X de áreas de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$ .

TE: elétrons transmitidos das amostras finas.

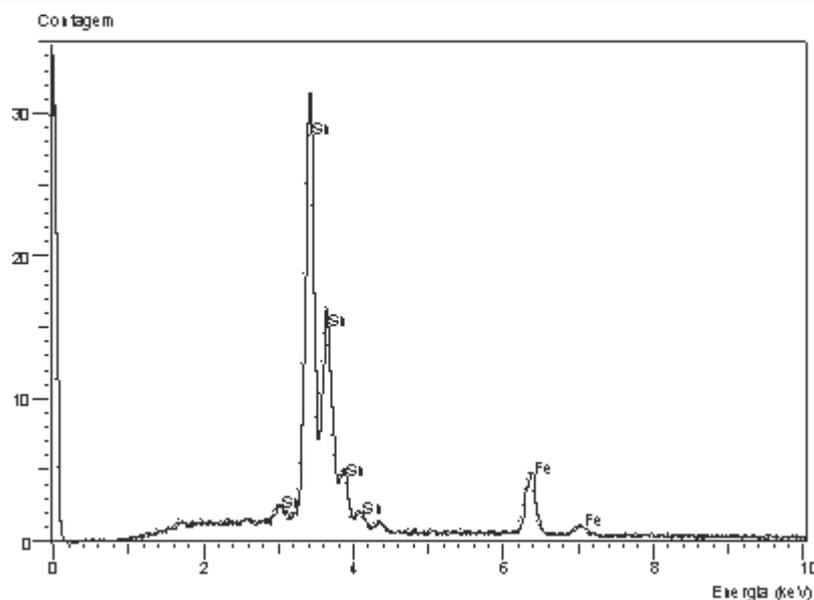
SC: elétrons absorvidos os quais são aterrados.

Os elétrons secundários são de baixa energia e são os mais importantes para a formação de imagens de alta resolução, podendo desta forma revelar detalhes finos da superfície da amostra.

### **ANÁLISE ELEMENTAR POR DISPERSÃO DE RAIOS-X**

Para uma análise elementar qualitativa ou quantitativa pelo MEV, necessita-se de um espectrômetro com detector específico para a recepção e interpretação dos sinais emitidos pela amostra. Quando ocorre a troca de elétrons nas camadas mais externas de um elemento, existe uma liberação de energia, a qual é acompanhada pela emissão de um fóton ou de outro elétron. A emissão deste fóton resulta em um espectro de raios-X, o qual é característico do elemento que o gerou, possibilitando a determinação das características químicas do material.

Fótons com energia correspondente a todo o espectro de raios-X atingem o detector do EDX quase que simultaneamente e o processo de medida é rápido, possibilitando analisar também todos os comprimentos de onda de modo simultâneo. Os pulsos de voltagem são transferidos a um analisador multicanal, que possui cerca de 1000 canais, cada um correspondendo a uma faixa de voltagem. Quando o pulso atinge o detector, ele é alocado ao canal apropriado ao seu valor e o analisador armazena todo o espectro, que pode ser obtido em segundos ou minutos. A Figura 3 apresenta um exemplo de espectro obtido na microanálise pontual de folha-de-flandres.



**FIGURA 3.** Espectro de microanálise pontual de folha-de-flandres.

A microscopia eletrônica de varredura, complementada pela espectroscopia de análise dispersiva de raios-X, permite uma ampla gama de aplicações para a pesquisa, desenvolvimento e assistência tecnológica na área de embalagens.

Esta técnica apresenta a vantagem de ser um método não destrutivo, a partir do qual é possível conduzir avaliações preliminares da superfície de materiais, assim como estudos mais detalhados, permitindo a obtenção de conclusões sobre diferentes assuntos.

### **APLICAÇÕES EM EMBALAGENS METÁLICAS**

A microscopia eletrônica é amplamente utilizada na avaliação de materiais e embalagens metálicas, como exemplificado abaixo:

#### **Materiais metálicos**

- Avaliação da porosidade dos revestimentos de estanho e cromo em folhas-de-flandres e folha cromada;
- Avaliação da presença de microfuros em laminados ou folhas de alumínio;
- Avaliação da topografia dos materiais metálicos;
- Determinação pontual de revestimentos nos materiais metálicos;
- Identificação de elementos contaminantes ou inclusões na superfície;
- Caracterização metalográfica dos materiais metálicos;

#### **Embalagens**

- Estudo de fratura de materiais;
- Avaliação da condição de soldagem de solda elétrica e identificação de defeitos;
- Avaliação de semi-corte em tampas de fácil abertura;

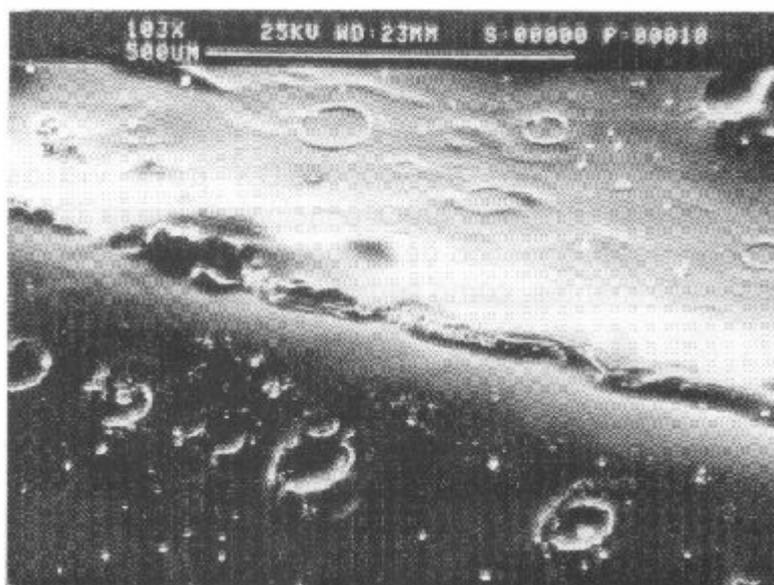
## Materiais e embalagens envernizados

- Avaliação da porosidade dos revestimentos orgânicos;
- Avaliação da homogeneidade de aplicação dos revestimentos orgânicos;

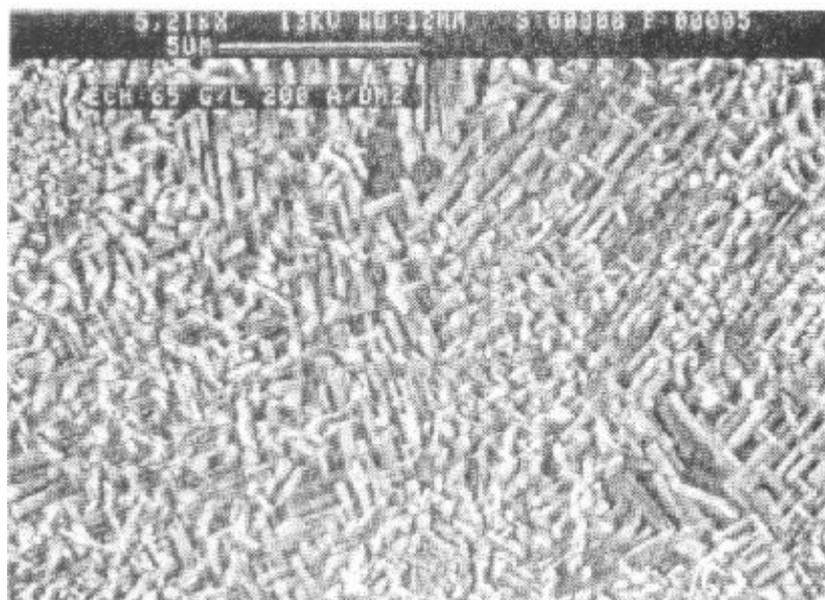
## Corrosão

- Estudo da estrutura, forma e composição de depósitos de corrosão;
- Identificação do tipo de mecanismo de corrosão, ou seja, corrosão subpelicular, corrosão pontual, corrosão sob tensão, corrosão secundária;
- Identificação da ocorrência de possíveis contaminantes de superfície que podem estar relacionados ao processo corrosivo;

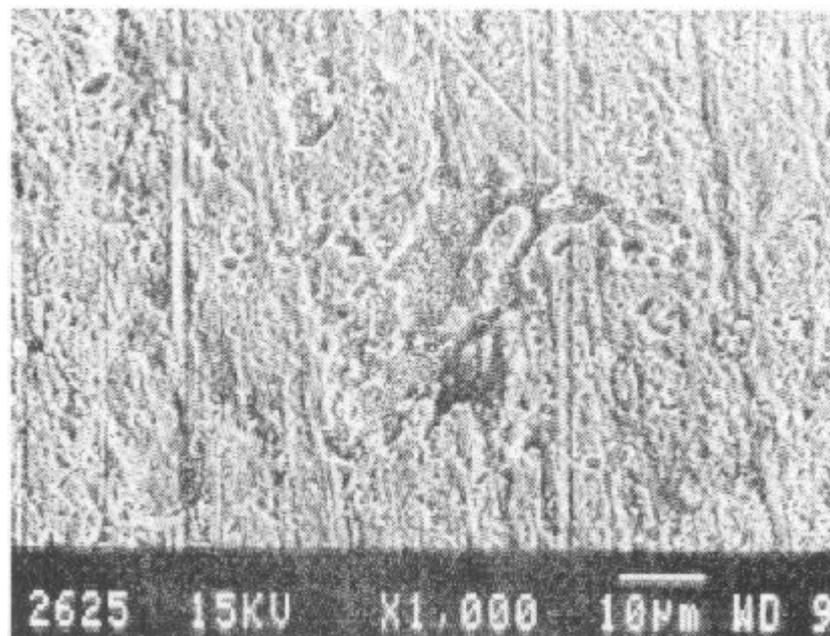
As Figuras 4 a 6 apresentam alguns exemplos de aplicação da microscopia eletrônica na avaliação de materiais e embalagens metálicas.



**FIGURA 4.** Micrografia da região de soldagem envernizada, mostrando descontinuidade do verniz no “degrau” formado pela solda (DANTAS,S.T., 1987).



**FIGURA 5.** Micrografia de liga FeSn2 em folha-de-flandres (LEMPEREUR et al, 1988).



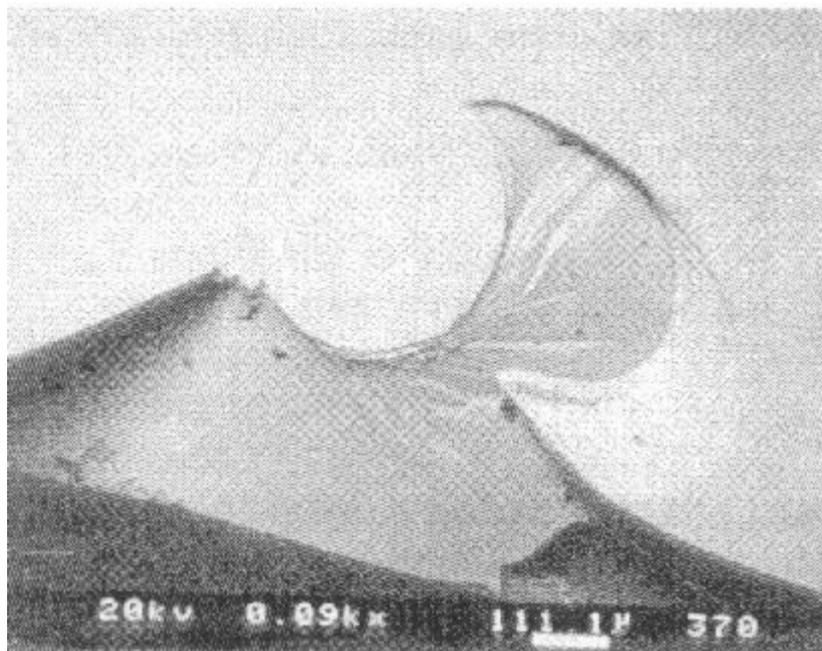
**FIGURA 6.** Micrografia mostrando desestanhamento localizado e exposição da liga FeSn2 (AUBRUN et al., 1988).

### **APLICAÇÕES EM EMBALAGENS DE VIDRO**

A aplicação de MEV/EDX para vidros concentra-se em dois pontos principais, ou seja, como suporte no diagnóstico de fraturas e na identificação de contaminantes, como segue:

- Avaliação da superfície para observação das características físicas e determinação da composição elementar, permitindo a identificação de elementos contaminantes;

- Análises de fraturas e de falhas devido a baixa resistência, identificando sua origem e possíveis fatores relacionados, conforme exemplificado na Figura 7;
- Avaliação de superfícies objetivando a caracterização da condição de desgaste ou abrasão;



**FIGURA 7.** Micrografia de uma superfície de vidro apresentando fratura causada por danificação por contato (AGR, s.d.)

### **APLICAÇÕES PARA POLÍMEROS E FIBRAS**

Desde a introdução da aplicação desta técnica na avaliação de polímeros e fibras, ocorrida no final da década de 50, várias opções de uso têm sido verificadas, e acredita-se que muitas outras serão iniciadas, também em função do próprio desenvolvimento tecnológico dos materiais.

As principais aplicações da MEV/EDX para polímeros e fibras dizem respeito a:

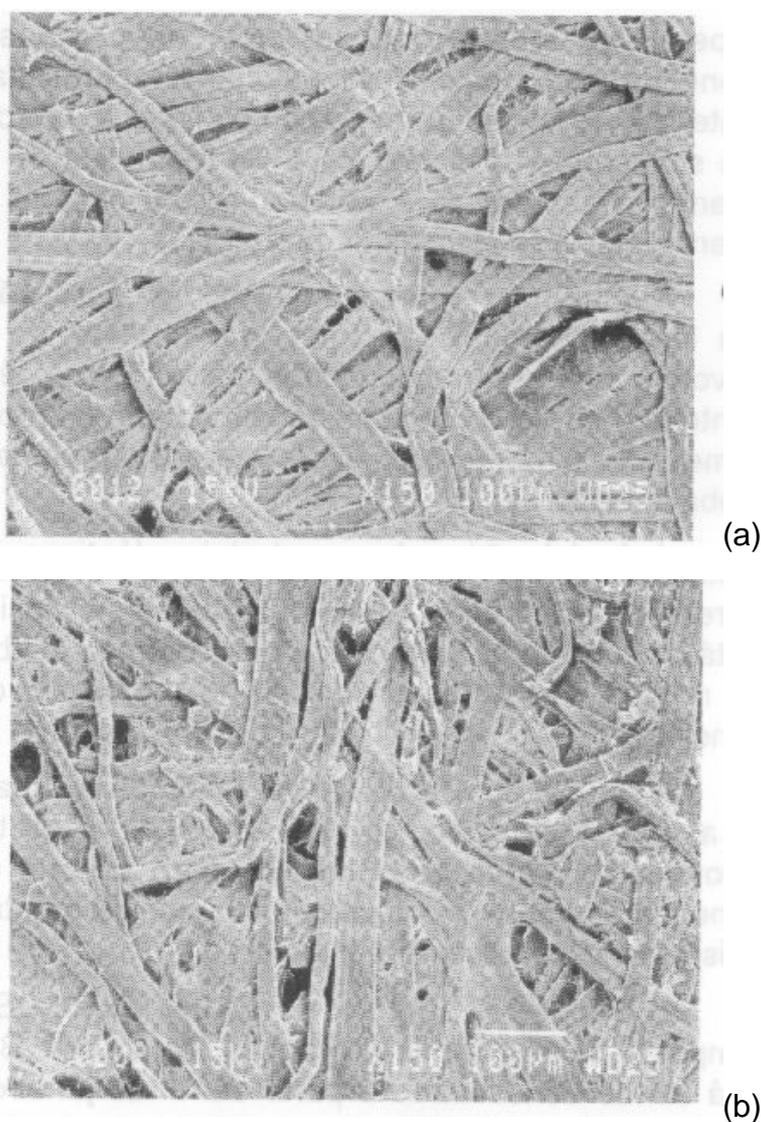
- Avaliação de fraturas e de danificações de fibras devido ao desgaste, por meio de técnicas de avaliação de superfície e de seções transversais;
- Detecção de defeitos de fabricação, como por exemplo a presença de inclusões, por meio da avaliação da superfície interna ou da seção transversal do material;
- Estudo de problemas de adesão de laminados;
- Avaliação de tratamentos superficiais;
- Estudo da estrutura morfológica dos materiais;
- Avaliação da superfície interna, em diagnósticos de causas de interação com produtos;

- Desenvolvimento de experimentos dinâmicos objetivando a avaliação do desempenho de diferentes materiais quando submetidos a esforço de tração, especialmente úteis nos estudos de processos de deformação de materiais têxteis;
- Caracterização de materiais multicamada.

### **APLICAÇÕES PARA MATERIAIS CELULÓSICOS**

Neste caso, pode-se citar como principais aplicações a avaliação do tipo de fibra dos materiais, a qual está relacionada ao seu desempenho mecânico, permitindo ainda a identificação de presença de material reciclado, como exemplificado na Figura 8, e a avaliação da composição e da presença de elementos contaminantes.

O CETEA iniciou a aplicação da microscopia eletrônica de varredura e da espectroscopia de análise dispersiva de raios-X em 1995, tendo até o momento conduzido várias avaliações por meio destas técnicas e está se capacitando tecnicamente para ampliar este atendimento às diferentes áreas de interesse relacionadas a embalagem.



**FIGURA 8.** Micrografias de papel correspondente à camada externa de papelão ondulado: (a) Material virgem - fibra longa, (b) Material reciclado.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN GLASS RESEARCH (A unit of AGR International, Inc.). Butler: AGR, [s.d.] 8p. (Catálogo técnico).

AUBRUN, J. et al. The role of micro-cracking of formed tinfoil in its resistance to corrosion. In: INTERNATIONAL TINPLATE CONFERENCE, 4, London, 1988. **Proceedings...**Middlesex, International Tin Research Institute, 1988. p.340-348.

CARL ZEISS. **Digital scanning electron microscope** - DSM 940 A: operating instructions. Oberkochen: ZEISS, 1992. 25p. (catálogo).

DANTAS, S.T. **Desempenho de embalagens metálicas para bebidas carbonatadas**: avaliação de latas fabricadas por soldagem elétrica frente às latas convencionais. Campinas: UNICAMP, 1987. 247p. (Tese apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da UNICAMP, para obtenção do Título de Mestre em Ciência de Alimentos).

GOODHEW, P. J., HUMPHREYS, F. J. **Electron microscopy and analysis**. 2. ed. London: Taylor & Francis, 1988. 232p.

HEARLE, J.W.S. et al. **The use of the scanning electron microscope**. Oxford: Pergamon Press, 1974. 278p.

KESTEMBACK, H. J., BOTTA FILHO, W. J. **Microscopia eletrônica transmissão e varredura**. São Paulo: Associação Brasileira de metais, 1989. 105p.

LEMPEREUR, J. et al. Electrotinning at high current densities. In: INTERNATIONAL TINPLATE CONFERENCE, 4, London, 1988. **Proceedings...**Middlesex, International Tin Research Institute, 1988. p.75-87.