



METODOLOGIA PARA IDENTIFICAÇÃO DE FRAGMENTOS PLÁSTICOS EM MEIO AQUOSO ATRAVÉS DA MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA

Renata Périssé Nobili Funcke

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Nuclear, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Engenharia Nuclear.

Orientador: Ricardo Tadeu Lopes

Rio de Janeiro

Dezembro de 2023

**METODOLOGIA PARA IDENTIFICAÇÃO DE FRAGMENTOS PLÁSTICOS EM MEIO AQUOSO
ATRAVÉS DA MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA**

Renata Périssé Nobili Funcke

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA NUCLEAR.

Orientador: Ricardo Tadeu Lopes

Aprovada por: Prof. Ricardo Tadeu Lopes
Prof. Davi Ferreira de Oliveira
Dra. Alessandra Silveira Machado
Prof. Renato Pereira de Freitas
Dra. Roberta Gomes Leitão

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

Dezembro de 2023

Funcke, Renata Périssé Nobili

Metodologia para identificação de fragmentos plásticos em meio aquoso através da microtomografia computadorizada / Renata Périssé Nobili Funcke. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2023.

XI, 67 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Ricardo Tadeu Lopes

Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Nuclear, 2023.

Referências Bibliográficas: p. 58-66.

1. Microtomografia computadorizada. 2. Características do material plástico. 3. Metodologia de caracterização. I. Lopes, Ricardo Tadeu. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Nuclear. III. Título.

AGRADECIMENTO

Ao meu marido, André, por todo amor, companheirismo e compreensão, e às minhas filhas, Luisa e Paula, alegrias e amores da minha vida!

Aos meus queridos pais, Leila e Sergio (in memoriam), pessoas excepcionais, que sempre me deram todo amor e carinho, e estiveram sempre tão presentes na minha vida. Por tudo que fizeram por mim, o que permitiu que eu chegassem até aqui.

À minha avó, Maria Dulce, que mesmo não estando mais aqui, mora eternamente em meu coração, e ajudou a me tornar quem eu sou hoje.

Ao meu orientador, Profº Ricardo, pelos ensinamentos, oportunidades, paciência, confiança depositada e contribuição ao meu crescimento profissional. Considero o professor um exemplo de dedicação, conhecimento e fonte ilimitada de ideias!

À uma pessoa que foi muito importante neste trabalho e muito contribuiu para a realização desta pesquisa, sendo sempre muito parceira, além de transmitir sempre muitos ensinamentos e sugestões: Alessandra Machado. Muito obrigada!

A todos os professores, funcionários e amigos do laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) que muito contribuíram em minha caminhada. Em especial, aos amigos da microCT: Luan, Caio, Olga, João e Tâmara. Ainda, ao Profº Davi Oliveira, pelos ensinamentos.

Aos professores e funcionários de outros departamentos ou instituições que contribuíram para as minhas pesquisas, em especial: Prof. José Otavio Goulart Pecl PENO- COPPE/ UFRJ, ao Profº Marcelino José dos Anjos do laboratório LIETA/UERJ e aos funcionários do laboratório de Geologia da UFRJ.

Aos funcionários do Programa de Engenharia Nuclear/COPPE pela cooperação e apoio.

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciências (D.Sc.)

METODOLOGIA PARA IDENTIFICAÇÃO DE FRAGMENTOS PLÁSTICOS EM MEIO AQUOSO ATRAVÉS DA MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA

Renata Périssé Nobili Funcke

Dezembro/2023

Orientador: Ricardo Tadeu Lopes

Programa: Engenharia Nuclear

O impacto dos microplásticos (MPs) no ambiente é uma grande preocupação que afeta todo o ecossistema, incluindo a vida marinha. MPs são partículas à base de polímeros, com menos de 5 mm de comprimento, que causam sérios impactos na saúde humana, como: alterações metabólicas, distúrbios reprodutivos e neurológicos, e tumores hormônio-dependentes. Devido aos problemas envolvidos no descarte inadequado deste material na natureza (em praias, rios, lagos, lagoas e oceanos), e também, os riscos dos MPs tanto para o ecossistema quanto para todos os seres vivos, é de extrema importância desenvolver uma metodologia que possibilite quantificar esse material quando presente em meio aquoso. Portanto, o objetivo deste estudo é apresentar uma metodologia desenvolvida em laboratório para quantificar fragmentos de MP presentes em meio aquoso. Para isso, foram desenvolvidos phantoms com fragmentos plásticos de 0,18 a 2 mm de diâmetro, que posteriormente foram analisados pela técnica de microtomografia computadorizada (microCT), a qual é uma técnica de imagem, não invasiva, que utiliza raios X para produzir imagens 3D detalhadas da estrutura interna de um objeto, permitindo quantificar tanto o volume quanto o número de fragmentos plásticos de uma mesma amostra. Os resultados mostraram que todas as amostras de 0,18 mm a 0,71 mm apresentaram bom padrão de contraste, e a análise quantitativa apresentou resultados satisfatórios, com erro relativo inferior a 20%. Portanto, a microCT mostrou-se viável para a análise de contaminantes microplásticos em amostras de água com a metodologia proposta.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc.)

**METHODOLOGY FOR IDENTIFICATION OF MICROPLASTIC FRAGMENTS IN
AQUEOUS MEDIA THROUGH COMPUTED MICROTOMOGRAPHY**

Renata Périssé Nobili Funcke

December/2023

Advisor: Ricardo Tadeu Lopes

Department: Nuclear Engineering

The impact of microplastics (MPs) on the environment is a major concern that affects the entire ecosystem, including marine life. MPs are polymer-based particles, less than 5 mm in length, that cause serious impacts on human health, such as: metabolic alterations, reproductive and neurological disorders, and hormone-dependent tumors. Due to the problems involved in the improper disposal of this material in nature (on beaches, rivers, lakes, ponds and oceans), and also the risks of MPs for both the ecosystem and all beings alive, it is extremely important to develop a methodology to quantify this material when present in an aqueous media. Therefore, the aim of this study is to present a methodology developed in the laboratory to quantify MP fragments present in aqueous media. For this, phantoms were developed with plastic fragments from 0.18 to 2 mm, in diameter, which were later analyzed using Microcomputed tomography (microCT), which is a non-invasive imaging technique that uses X-rays to produce detailed 3D views of the internal structure of an object, allowing you to quantify the volume and the number of plastic fragments from the same sample. The results showed that all samples from 0.18 mm to 0.71 mm showed a good contrast pattern, and the quantitative analysis presented satisfactory results, with a relative error of less than 20%. Therefore, microCT proved to be viable for the analysis of microplastic contaminants in water samples with the proposed methodology.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	10
3.1 MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA (MICROCT).....	10
3.1.1 <i>Princípios básicos</i>	11
3.1.2 <i>Metodologia de reconstrução de imagem em microCT</i>	15
3.1.3 <i>Imagen digital</i>	16
3.1.4 <i>Fluxograma de processamento da imagem digital</i>	17
3.1.5 <i>Parâmetros de qualidade no desempenho de microtomógrafos</i>	19
3.2 POLÍMERO.....	21
3.2.1 <i>Tipos de polímeros</i>	21
3.2.2 <i>Características e propriedades</i>	22
3.2.3 <i>Microplásticos</i>	25
3.2.4 <i>A importância e limitação da aplicação da microCT aos microplásticos</i>	28
4. MATERIAIS E MÉTODOS	29
4.1 EQUIPAMENTO	29
4.2 AMOSTRAS.....	30
4.2.1 <i>Amostras de 2 mm</i>	31
4.2.2 <i>Amostras de diâmetros entre 0,18 mm e 0,71 mm</i>	33
4.3 APLICAÇÃO DA MICROCT	34
4.3.1 <i>Aquisição das imagens</i>	34
4.3.2 <i>Reconstrução das imagens</i>	35
4.3.3 <i>Análises quantitativas e qualitativas da microCT</i>	36
4.3.3.1 <i>Plug-ins do CTAn para as amostras de 2 mm</i>	42
4.3.3.2 <i>Plug-ins do CTAn para as amostras de 0,18 mm a 0,71 mm.</i>	43
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	46
5.1 AMOSTRAS DE 2 MM.....	46
5.2 AMOSTRAS DE 0,18 MM A 0,71 MM	49
6. CONCLUSÕES.....	55

SUGESTÕES	57
REFERÊNCIAS	58
ANEXO I	67

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Esquema básico de um sistema de microCT. Uma fonte de raios X microfocado interage com o objeto, e um detector coleta imagens das projeções magnificadas (Adaptado de CNUDDE e BOONE, 2013).....	13
Figura 2 – Representação do pixel no espaço (adaptado de PINHEIRO, 2008)	16
Figura 3- Diagrama da sequência das etapas de processamento de imagem (Adaptada de GONZALEZ e WOODS, 2000)	17
Figura 4 - Efeito gerado na imagem pelo endurecimento de feixes na borda da amostra a) sem filtros b) com filtros. (adaptado de BUZUG, 2008).....	21
Figura 5- Tipos de produtos plásticos (fonte: Relatório ONU Meio Ambiente, 2018)...	22
Figura 6- Classificação dos microplásticos (Adaptado de Revista FAPESP, 2019)	26
Figura 7- Microtomógrafo Vtomex-m com o painel de controle para manipulação do corpo de prova e o monitor de vídeo (GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGY, 2010b).	29
Figura 8 - Equipamento Granutest para separação por diâmetro dos fragmentos plásticos (próprio autor)	31
Figura 9 - Fragmentos plásticos de 2 mm de diâmetro (próprio autor)	32
Figura 10 - Amostra posicionada no equipamento de microCT GE-Phoenix Vtomex (próprio autor).	34
Figura 11- Itens do menu VIEW do CTAn (MANUAL FOR BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER v. 1.13)	36
Figura 12- a) <i>Slice</i> original; b) Definição da região de interesse (ROI) (Próprio autor).38	38
Figura 13- Seleção do ROI com formato de círculo (adaptado de MANUAL FOR BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER v. 1.13)	38
Figura 14- Barra do histograma no CTAn (MANUAL FOR BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER v. 1.13)	39
Figura 15 - <i>Plug-ins</i> no CTAn (MANUAL FOR BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER v. 1.13)	40
Figura 16 - Lista de parâmetros disponíveis na análise 3D (MANUAL FOR BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER v. 1.13).....	41
Figura 17 - À esquerda, uma fatia (<i>slice</i>); ao centro, <i>Despeckle</i> sem operação morfológica e à direita, <i>Despeckle</i> com operação morfológica (dilatação).	42
Figura 18- Etapas do processo de quantificação: (a) slice original, (b) ROI circular (destacado em vermelho), (c) slice binarizado (a cor branca representa os fragmentos de	

MP), (d) <i>slice</i> após aplicar <i>remove white speckle</i> , e (e) <i>slice</i> após aplicar <i>remove black speckle</i>	45
Figura 19 – cortes da amostra contendo plástico 2 mm menor densidade: a) corte axial; b) corte sagital; c) corte coronal.	47
Figura 20 – cortes da amostra contendo plástico 2 mm maior densidade: a) corte axial; b) corte sagital; c) corte coronal.	48
Figura 21 – itens a) e c) modelos 3D do plástico 2 mm maior densidade; itens b) e d) fragmentos plásticos destacados.	48
Figura 22- Seções transversais da amostra de 0,71 mm mostrando a distribuição de fragmentos de MPs: (a) corte coronal, (b) seção sagital e (c) seção axial. Os círculos amarelos destacam as diferentes formas dos fragmentos.	49
Figura 23 – a) Modelo 3D da amostra 0,71 mm; b) Modelo 3D da amostra 0,71 mm com os fragmentos destacados em vermelho e c) Somente os fragmentos plásticos 0,71 mm.	52
Figura 24 – a) Modelo 3D da amostra 0,18 mm; b) Modelo 3D da amostra 0,18 mm com os fragmentos destacados em vermelho e c) Somente os fragmentos plásticos 0,18 mm.	53
Figura 25- Modelos 3D para as amostras 0,71 mm; 0,50 mm; 0,35 mm; 0,25 mm e 0,18 mm.	54

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Parâmetros de aquisição utilizados na microCT	35
Tabela 2 - Resultados da análise 1 com plástico 2 mm.	46
Tabela 3 - Resultados de todas as cinco amostras da análise 2.	50

1. INTRODUÇÃO

O material plástico é amplamente utilizado em diversos setores da economia, como o alimentício, automobilístico, têxtil, químico, eletrônico, construção civil, entre outros. Destaca-se a importância do material plástico PET ou poli tereftalato de etila, que é um tipo de polímero plástico muito utilizado na indústria de embalagens, principalmente no formato garrafa, pois apresenta propriedades físico-químicas vantajosas, baixo custo, boa resistência e leveza (fácil manuseio). As propriedades de resistência à degradação e durabilidade dos plásticos tornam muito difícil sua degradação completa pela natureza, tornando este material cada vez menor, gerando os chamados microplásticos (MPs). Segundo Wang (2021), o rápido crescimento da produção e a ampla aplicação de plásticos levam inevitavelmente à sua libertação no ambiente, de forma que um mínimo de 5,25 trilhões de partículas de plástico, pesando até 268.940 toneladas, estão flutuando no mar. Os detritos plásticos no meio ambiente podem ser encontrados em todas as formas e tamanhos, e aqueles com tamanhos menores que 5 mm são definidos como microplásticos (MPs). Os MPs podem ainda se decompor em nanoplásticos (NPs); com tamanhos menores que 1 mm ou 100 nm, dependendo das diferentes classificações.

Os microplásticos podem ser detectados em diferentes ambientes, inclusive nos hídricos, tanto em água doce quanto salgada, sendo os mares o repositório de boa parcela do microplástico produzido em terra, ao receberem a água de rios, riachos e esgotos (MONTAGNER, 2018).

A dificuldade enfrentada pelas pesquisas com microplásticos engloba a multiplicidade de formatos, tamanhos, tipos e fontes de plásticos. Ainda, os fragmentos microscópicos ou até nanométricos, podem gerar graves problemas de saúde ao entrar na corrente sanguínea e atingir diversos órgãos do corpo humano (TURRA, 2014). Apesar disso, não se conseguiu ainda desenvolver uma tecnologia para monitorar essas partículas, como também, até o momento, não se tem amplo conhecimento de suas consequências para a biodiversidade ou ecossistemas.

Outro problema relatado nas pesquisas é que as micropartículas ingeridas ou inaladas por seres vivos podem ser vetores de microrganismos e contaminantes, como poluentes orgânicos persistentes (POPs), compostos sintéticos resistentes à degradação

no ambiente (CAMPOS, 2019). Segundo Montagner (2018), os POPs são abundantes no ambiente e podem se acumular nos organismos dos níveis tróficos inferiores, contaminando os níveis tróficos superiores por bioacumulação na cadeia alimentar. Um dado importante é que estes contaminantes apresentam concentrações nos rios paulistas no mesmo nível de esgotos não tratados.

Uma vez conhecendo-se a vasta utilização do plástico, a problemática envolvida no descarte indevido deste material na natureza (em rios, lagos, lagoas e oceanos), e ainda, todos os riscos dos microplásticos para todo o ecossistema, é de suma importância que se conheça uma metodologia que possibilite quantificar este material quando presente em meios aquosos, de forma que seja possível contabilizar o nível de contaminação proporcionado por eles nos ambientes naturais como lagoas, lagos, rios, mares e oceanos.

A quantificação do MP inicialmente se concentrava na identificação do número e tamanho das partículas, pois os impactos e o comportamento do MP estão fortemente ligados a esses parâmetros (ANDRADY, 2011). Porém, o fato de as partículas se decomponrem continuamente no ambiente e poderem se fragmentar durante a análise, implica que o número de partículas não pode ser visto como o único parâmetro de quantificação de MP. Por outro lado, contabilizar os dois parâmetros simultaneamente: massa e número de partículas, permite uma medida consistente e não afetada pelos processos físicos e químicos aos quais o MP é exposto (ROCHA-SANTOS E DUARTE, 2015). Ainda, segundo pesquisas recentes de Semensatto (2022), Zhang (2018) e Tu (2020), os impactos ambientais causados pelas MPs dependem, além do número de fragmentos, do seu tamanho, volume, massa e formatos dos fragmentos dos microplásticos, possuindo, cada uma dessas características, implicações específicas para os ecossistemas aquáticos e terrestres.

Assim, baseando-se nas aparentes vantagens de utilizar os parâmetros mencionados para a quantificação de microplásticos no meio ambiente, a microtomografia computadorizada (microCT) se caracteriza como uma técnica promissora para essa finalidade, e apresenta algumas vantagens, entre elas: possibilita a determinação de algumas dessas grandezas, como o número de partículas e o volume utilizando uma mesma amostra já que ao calcular o número de partículas por meio de

caracterização não destrutiva, permite e consegue visualizar estruturas internas nas amostras em resoluções de até algumas centenas de nanômetros.

As pesquisas com MP ainda não conseguiram estabelecer métodos analíticos padronizados, o que é um obstáculo significativo na pesquisa da ocorrência de poluição por MP no meio ambiente. Apesar de existirem alguns estudos propondo técnicas como procedimentos padrão (ANDRADY, 2011; HIDALGO-RUZ ET AL., 2013), ainda não foi possível obter um consenso que inclua todos os aspectos da pesquisa, isto é, desde a amostragem até a interpretação dos dados. Devido às diferentes metodologias, os resultados de alguns estudos podem ser difíceis de comparar, criando incertezas sobre o destino e o impacto das microplásticos no ambiente (LÖDER ET AL., 2015).

Dessa forma, o objetivo desse estudo foi apresentar uma metodologia desenvolvida em laboratório para identificar e quantificar fragmentos plásticos presentes num meio aquoso, utilizando a microtomografia computadorizada. Para isso foram desenvolvidos Phantoms com fragmentos plásticos de 0,18 mm a 2,00 mm de diâmetro que, posteriormente, foram analisados através da técnica de MicroCT.

Com este estudo, espera-se poder contribuir para o desenvolvimento de possíveis técnicas e metodologias que venham a viabilizar uma melhor comparação entre as pesquisas com microplásticos em todo o mundo, culminando na redução do impacto dos polímeros no ambiente.

O desenvolvimento deste trabalho está dividido em capítulos com os seguintes tópicos:

- a) Capítulo 1: uma introdução sobre o tema de estudo;
- b) Capítulo 2: uma revisão bibliográfica sobre o estado da arte da utilização da microtomografia computadorizada na área de geociências, como também, sobre o microplástico, sua identificação e quantificação em variados meios, além de seu impacto no meio ambiente e nos seres vivos.
- c) Capítulo 3: os fundamentos teóricos da MicroCT e dos polímeros;
- d) Capítulo 4: os materiais utilizados e a metodologia desenvolvida no trabalho;
- e) Capítulo 5: apresentação dos resultados obtidos, com análise e discussão destes;
- f) Capítulo 6: as conclusões e sugestões.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nesse capítulo, apresenta-se uma revisão bibliográfica de artigos produzidos na última década sob o tema aplicações da técnica de microCT na área de geociências, como também, sobre o microplástico, sua identificação e quantificação em variados meios, além de seu impacto no meio ambiente e nos seres vivos.

A microCT é uma técnica de análise não destrutiva, frequentemente usada para a investigação de estruturas internas de amostras oriundas de diversas áreas do conhecimento, como a construção civil, petróleo e gás, biologia, médica, geologia, entre outras.

Impulsionada pelo progresso tecnológico e computacional, a técnica cresce continuamente como ferramenta de análise em diversos setores, incluindo geociências, e está se tornando uma das técnicas padrão, como mostra o grande e ainda crescente número de publicações nesta área de pesquisa. A quantidade de informações que podemos extrair de tomografias computadorizadas continuam a crescer graças ao poder de computação em constante expansão, juntamente com melhorias nos recursos de aquisição de imagem (BONSE, 2006).

(ANDRADY, 2011) discutiu as possíveis origens e os impactos ecológicos dos microplásticos. Embora constituam apenas uma pequena fração das micro e nanopartículas presentes na água do mar, a comprovada propensão dos plásticos para absorver e concentrar poluentes orgânicos persistentes -POPs foi avaliada como uma séria preocupação. Como as partículas carregadas de POP são potencialmente ingeríveis por organismos marinhos, incluindo espécies de micro e nanoplâncton, a distribuição de toxinas através dos níveis tróficos com este mecanismo foi avaliada como muito provável. Ainda, foi citado que as espécies de plâncton constituem a base da cadeia alimentar marinha, assim, qualquer ameaça a estas, pode ter efeitos graves e de longo alcance nos oceanos mundiais. Concluindo, foi relatado que há uma necessidade urgente de quantificar a magnitude destes resultados potenciais e avaliar o impacto futuro do aumento dos níveis de microplásticos nos oceanos do mundo.

(HIDALGO-RUZ et al., 2012) apresentaram uma revisão de 68 estudos e compararam as metodologias utilizadas para a identificação e quantificação de microplásticos do ambiente marinho. Foram identificadas estratégias principais de amostragem e a forma de coleta das amostras de água do mar. Também, foram destacadas as etapas do processamento da amostra e os métodos mais utilizados para a identificação de microplásticos, e a composição química dos microplásticos. Ainda, foram estudados: as unidades normalmente utilizadas para estimativas de abundância, o tamanho da malha das peneiras e como os filtros usados durante a amostragem ou processamento da amostra influencia as estimativas de abundância. Os autores fizeram recomendações para futuros programas de monitorização que permitam a comparação espaço-temporal da abundância de microplásticos em ambientes marinhos.

(CNUDDE et al., 2013) fizeram uma revisão dos princípios da microCT, suas vantagens e limitações, juntamente com uma visão geral de algumas aplicações atuais dessa técnica em geociências. Os autores relataram as principais vantagens e as desvantagens da microtomografia de raios X. Ainda de acordo com os autores, devido ao progresso computacional e surgimento de novas tecnologias, a microCT está crescendo continuamente como ferramenta de análise em geociências, e está se tornando uma das técnicas padrão no campo das geociências.

(MACHADO et al, 2013) avaliaram o efeito da resolução espacial em todo o processo da microCT 3D (aquisição, reconstrução e processamento da imagem) utilizados para caracterização de parâmetros estruturais de rochas reservatório, como porosidade e volume. Este estudo avaliou a precisão da quantificação de volumes de furos em rochas por esta técnica comparando os resultados obtidos com volumes já conhecidos. Ainda, permitiu observar que os processos de aquisição, reconstrução, processamento e análise da imagem da amostra são extremamente dependentes da resolução. Foi ainda verificado que quanto menor o tamanho do pixel utilizado, maior foi o detalhamento da imagem, havendo, no entanto, demanda de um tempo maior de processamento para aquisição e reconstrução neste caso. Este estudo possibilitou verificar que não houve perda significativa de informações sobre os parâmetros microestruturais nas resoluções mais altas, ao contrário das resoluções mais baixas.

(LÖDER, M., GERDTS, G., 2015) apresentaram uma revisão crítica sobre a metodologia atualmente utilizada para avaliar a concentração de microplásticos no ambiente marinho. Foram descritas as técnicas e abordagens recentes mais convenientes para a identificação de microplásticos. Após uma visão geral das abordagens de amostragem não seletiva e do processamento de amostras em laboratório, foram descritas as técnicas de detecção de microplásticos atualmente aplicadas. Ainda, os autores apresentaram um estudo de caso para enfatizar a importância de verificar a origem do polímero sintético que constituem os microplásticos das amostras utilizando a espectroscopia de infravermelho com transformada micro-Fourier (micro-FTIR). Foram também abordadas algumas lacunas no conhecimento relativas à detecção de microplásticos e como estas poderiam ser potencialmente preenchidas.

(MACHADO et al. 2015) avaliaram quatro amostras de rochas carbonáticas que tiveram a formação induzida por micro-organismos de uma lagoa costeira hipersalina no estado do Rio de Janeiro e utilizaram a microtomografia de raios X para determinar as características mineralógicas e a distribuição de cada amostra. A microCT permitiu identificar e estudar as estruturas internas das rochas, possibilitando identificar as peculiaridades morfológicas, caracterizar as diferentes mineralogias, visualizar a distribuição espacial dos poros e quantificá-los. Também foi possível obter detalhes da sedimentação provocada pelos micro-organismos. O trabalho também identificou que apenas uma das amostras apresentou um perfil ideal para a exploração de combustíveis fósseis.

(MACHADO et al, 2016) analisaram a aplicação da técnica de microCT para o setor industrial. Foram realizados três estudos de aplicação da técnica de microCT voltados para a indústria nos quais foram analisados três diferentes tipos de materiais: concreto (análises de volume e distribuição de espessura de poros e fibras de aço), paredes de tubos compósitos (estudo da falta de aderência e descontinuidades) e pastas para cimentação de poços de petróleo (identificação e distribuição espacial de fissuras). As imagens foram aquisitadas com o microtomógrafo Skyscan/Bruker mod.1173 e as reconstruções foram feitas com os softwares Nrecon e InstaRecon. Este trabalho

permitiu observar que foram obtidas avaliações quantitativas e qualitativas de maneira confiável e precisa para os três tipos de material.

(VILAR et al, 2017) estudaram a viabilidade de um sistema de baixo custo capaz de realizar microtomografias em amostras como estruturas ósseas, plásticos, materiais biológicos, entre outros pequenos materiais de baixo número atômico. Foram realizadas comparações entre as imagens de amostras (como dente, sapo, lagartixa, tubo de pvc etc) aquisitadas por um sistema não comercial contendo um detector Flat Panel, com as obtidas por meio do microtomógrafo comercial SkyScan 1173. Este trabalho permitiu observar que a microCT não comercial apresentada é uma opção relevante de teste não destrutivo por causa do seu custo bem menor que sistemas comerciais tecnologicamente mais avançados, mesmo que apresente imagens com qualidade menor. Os resultados lineares e volumétricos diferiram entre 2% e 5% dos obtidos por sistemas comerciais convencionais. Ainda, foi possível perceber que o sistema tem uma relevância apreciável do ponto de vista acadêmico para compreensão da técnica de microCT.

(TSENG et al., 2018) utilizaram a microCT de raios X e análise automatizada do tamanho das partículas do solo com base na atenuação de raios gama para quantificação das propriedades físicas do solo e avaliação de sua estrutura. O objetivo do estudo foi determinar parâmetros físicos do solo usando ferramentas analíticas não convencionais para caracterizar e avaliar características geométricas de solos com diferentes estruturas com alta precisão. Amostras de solo foram extraídas da fazenda experimental da UNESP (Brasil), sendo separadas em dois grupos de manejo diferentes de acordo com a semelhança na textura. Como resultados: a microtomografia mostrou-se ser adequada para extrair a porosidade e microporosidade do solo; o fator de forma indicou a organização geométrica da estrutura do solo, que foi relevante e válido para avaliar o grau de degradação do solo. Por fim, a aplicação dos parâmetros físicos pelo método utilizado forneceu novos insights para a compreensão da estrutura geométrica do solo, o que pode subsidiar futuras investigações de fenômenos de fluxo no solo.

(SANTOS et al, 2018) realizaram um estudo em que verificaram a influência dos parâmetros utilizados na aquisição de imagens de rochas carbonáticas em microCT 3D nos resultados qualitativos e quantitativos na caracterização de amostras de acordo com a resolução da imagem. Esta verificação foi feita por meio de testes alterando os parâmetros em várias situações e diferentes caracterizações do sistema. Este estudo permitiu observar que: todos os parâmetros influenciam a qualidade da imagem porém com intensidades diferentes; é necessário otimizar parâmetros para obter melhor qualidade de imagem no menor tempo. Ainda, a microtomografia foi considerada uma excelente técnica não destrutiva para análise de imagem levando a resultados confiáveis ao usar os melhores parâmetros.

(SAITO, 2021) fez um estudo com diferentes abordagens analíticas realizadas para a separação, caracterização e identificação de MPs, as quais tinham a finalidade de elucidar o real estado de poluição ambiental causada por MPs. O autor relata análises com processos térmicos e com microscopia óptica. Foi constatado que, atualmente, a identificação e caracterização de MPs têm sido realizada combinando vários métodos e algoritmos de microscopia e espectroscopia. Ainda, cientistas têm desenvolvido ou aplicado continuamente novos sistemas com microfluidos, dispositivos analíticos de laboratório e técnicas de processamento de imagens. O autor afirmou também que o desenvolvimento de novos métodos analíticos e sua aplicação à análise dos MPs serão eficazes para a compreensão mais profunda dos impactos dos microplásticos.

(SEMENSATTO et al., 2022) relataram que a maioria dos estudos científicos sobre poluição por microplásticos (MP) determinam seus resultados como número de partículas (por exemplo, partículas/m², partículas/m³, partículas/kg). No entanto, essas medidas representam uma limitação pois todas as partículas de MP estariam sendo consideradas como ambientalmente equivalentes, independentemente de seu tamanho, volume, massa ou área de superfície. Assim, esse estudo utilizou uma abordagem teórica para defender a inclusão de tais atributos morfológicos e não apenas o número de partículas, apresentando como o tamanho e a forma das partículas produzem resultados diferentes para amostras hipotéticas com o mesmo número de partículas.

(BISWAL et al., 2023) fizeram uma análise crítica da evolução recente de ocorrência e distribuição de MP em ambientes aquáticos e aéreos. Citaram os fatores que levam à geração de MP, destacaram que o destino ambiental e o transporte dos MP dependem das suas características físicas (tamanho e densidade), das condições aquáticas existentes (corrente da água e turbulência) e das condições meteorológicas prevalecentes (luz solar, precipitação e velocidade do vento). Os autores pontuaram que o MP exerce ecotoxicidade para a biota aquática, doenças respiratórias após inalação de ar poluído e bioacumulação na cadeia alimentar. Ainda, citaram as potenciais estratégias de controle para a redução dos níveis de MP na água e no ar, assim como, as principais lacunas de conhecimento e direções de pesquisas futuras.

(PELEGRIINI et al., 2023) tiveram como objetivo quantificar, mensurar e caracterizar os tipos de microplásticos presentes em uma praia do litoral do Rio Grande do Sul (RS). O processo de quantificação foi realizado utilizando coloração Nilo Vermelho juntamente com microscopia de fluorescência, e a caracterização foi feita pela técnica μ Raman, avaliando a concentração média de microplásticos na praia, as partículas mais abundantes e os principais tipos de plásticos encontrados no meio ambiente.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA (MicroCT)

A caracterização de microestruturas em amostras por ensaios não destrutivos é frequentemente limitada a regiões superficiais, não sendo possível, nestes casos, obter a estrutura interna do material. Em contrapartida, a técnica de microtomografia computadorizada (microCT) consegue gerar imagens das camadas mais profundas dos objetos com uma análise não destrutiva, obtendo assim imagens em 3D para diversos materiais e em alta resolução (LANDIS, 2010).

Atualmente, muitos materiais vêm sendo analisados utilizando como ferramenta a microCT, dentre estes estão os diversos tipos de polímeros. As análises realizadas podem ser qualitativas ou quantitativas. Assim, pode-se observar o potencial dessa técnica para várias aplicações em diversos setores da economia, sendo possível realizar desde inspeções em materiais até a caracterização destes (MACHADO, 2014).

A técnica de microtomografia computadorizada é uma das mais avançadas tecnologias de análise não destrutiva e está baseada na atenuação dos fótons para obter informações detalhadas sobre a estrutura interna de objetos. A microCT é uma derivação da tomografia computadorizada (CT), porém, contém adaptações que melhoraram significativamente a sua resolução. Essa técnica é bastante usada em engenharia para estudar a microestrutura de materiais e componentes, e é capaz de fornecer imagens de alta resolução que podem revelar informações sobre a densidade, espessura e composição do objeto analisado, tornando-a uma ferramenta importante para pesquisa, desenvolvimento e controle de qualidade em muitos campos (MAYO, 2010).

Fazendo uma retrospectiva histórica de como surgiu a microtomografia computadorizada de raios X, remonta-se à 1895, ano da descoberta dos raios X por Röntgen. Seus trabalhos levaram à identificação de uma nova radiação proveniente dos tubos de raios catódicos e às propriedades físicas referentes a estes raios invisíveis. Diante dessa descoberta, Röntgen nomeou essas ondas eletromagnéticas de raios X, símbolo matemático que indica algo desconhecido (CIERNIAK, 2011). Sem nenhuma conexão com a utilização de radiação, Radon (1917) descobriu a solução matemática, utilizando métodos algébricos, do que viria a ser a reconstrução de projeções obtidas

por meio da tomografia, porém, desconhecia à época, as aplicações futuras na técnica da tomografia computadorizada.

Cormack (1963), desenvolveu um algoritmo que permitiu a reconstrução computacional de uma tomografia, e testou os resultados em aplicações radiológicas. A primeira imagem tomográfica foi obtida em 1973, na área médica, por Hounsfield, que construiu um equipamento comercial, disseminando o uso da tomografia computadorizada (Hounsfield, 1973; Ambrose, 1973). Em 1984, Feldkamp, criou um algoritmo tridimensional a fim de obter reconstruções das imagens tomográficas de forma mais rápida e com melhor resolução, utilizando-se a geometria de feixe cônico (FELDKAMP ET AL., 1984).

Os equipamentos de microCT são similares aos de CT, porém apresentam resoluções na ordem de micrômetros, na maioria desses equipamentos, o tubo de raios X e o detector dos sistemas de microCT permanecem estacionários, enquanto a amostra é girada. Além disso, a posição da amostra no eixo óptico pode ser ajustada para obter grandes ampliações geométricas que permitem visualizar características muito menores do que na CT. A configuração médica também é possível, porém não é comumente utilizada. A principal característica do microtomógrafo é ter o tubo de raios X microfocado, permitindo uma maior magnificação e resultando em melhor resolução e maior qualidade das imagens. Pela redução do tamanho focal, a tensão e corrente também são menores, quando comparadas aos equipamentos de CT (MACHADO, 2014).

A microCT teve suas bases na CT, mas, atualmente, não somente é utilizada na área médica, mas também em aplicações comerciais e de pesquisa, para análise estrutural e morfológica, em diversas áreas do conhecimento, como a construção civil, petróleo e gás, biologia, geociências, entre outros.

3.1.1 Princípios básicos

A tomografia computadorizada é uma técnica que se baseia na medição da distribuição espacial do coeficiente de atenuação em um objeto, permitindo o mapeamento da constituição interna deste e fornecendo imagens digitais de suas seções transversais. A obtenção de uma tomografia computadorizada (CT) pode ser dividida em

duas partes: o escaneamento e a reconstrução dos dados. No escaneamento, ocorre a interação e detecção dos fótons com a estrutura do objeto, podendo ser por efeito fotoelétrico ou espalhamento Compton. Já a reconstrução dos dados ocorre por meio de algoritmos matemáticos que irão determinar imagens tomográficas axiais da amostra (KALENDER, 2011).

A CT convencional é composta por um tubo de raios X e um detector dispostos em direções opostas sobre um apoio localizado no plano da amostra a ser estudada. Em seguida, é feita uma reconstrução matemática na imagem para que seja possível relacionar a distribuição de densidade com a atenuação dos feixes de raios X ao atravessarem diferentes estruturas anatômicas (KALENDER, 2011). A resolução espacial em tomógrafos convencionais corresponde a um range de 0,50 a 2,00 mm aproximadamente.

A microtomografia computadorizada tornou-se possível com novas tecnologias, como por exemplo, tubos de raios X microfocos e detectores *flat-panel*. Nesta técnica, uma fonte de raios X microfocado interage com o objeto, e um detector plano (ou câmeras CCD, em alguns casos) coleta imagens das projeções magnificadas (KALENDER, 2011).

A figura 1 apresenta um modelo de um sistema de microtomografia durante a aquisição, embora existam outros tipos também. Os raios X são emitidos pela fonte em uma geometria cônica, enquanto o objeto rotaciona em torno do seu próprio eixo, com pequenos graus por vez, como 0,5° e 1°. A cada passo, é realizada uma radiografia. Para feixes cônicos, caso da maioria dos equipamentos industriais, as projeções deverão ser adquiridas em uma varredura de 180° a 360°, já que as características da imagem dependerão da rotação. Sequencialmente, o detector registra os fótons que estão atravessando o objeto, os quais dependem do coeficiente de atenuação do objeto. Dessa forma, o detector converte os fótons recebidos em dados para que sejam interpretados por *softwares* específicos (KALENDER, 2011).

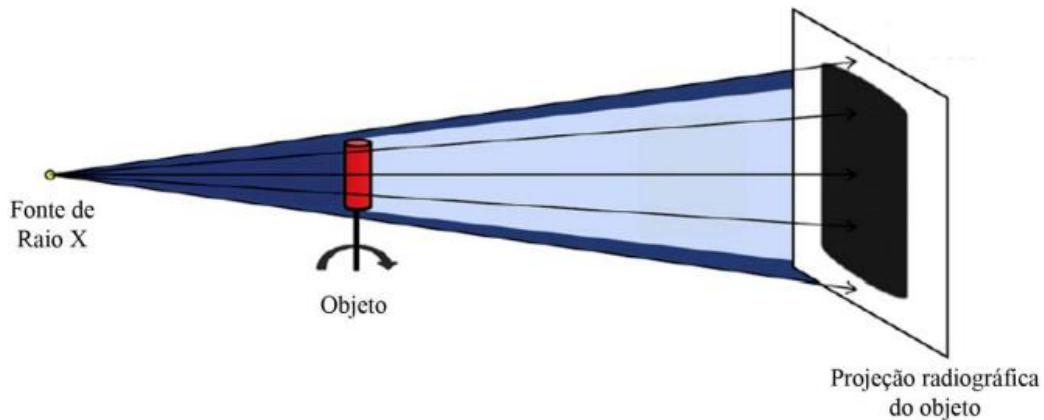


Figura 1- Esquema básico de um sistema de microCT. Uma fonte de raios X microfocado interage com o objeto, e um detector coleta imagens das projeções magnificadas (Adaptado de CNUDDE e BOONE, 2013).

Na tomografia computadorizada, a intensidade da radiação I atenuada por um objeto é relacionada com a intensidade original da radiação I_0 oriunda da fonte de radiação. Assim, tendo em vista a capacidade de penetração dos raios X, supondo estes monoenergéticos, a equação matemática que expressa a intensidade transmitida após interação com um material é representada pela equação 1 (CNUDDE e BOONE, 2013).

$$I = I_0 e^{-\int \mu(x,y) dl} \quad (\text{Equação 1})$$

sendo:

I : intensidade transmitida

I_0 : intensidade do feixe incidente

$\mu(x,y)$: coeficiente de atenuação linear local.

Pode-se reescrever a equação 1 de forma a obter a equação 2:

$$\int \mu(x,y) dl = -\ln(I/I_0) = P(\theta, t) \quad (\text{Equação 2})$$

Na equação 2 pode-se obter o valor de μ em cada ponto da amostra, conforme a densidade do material (ρ) e o coeficiente de atenuação de massa, o qual é tabulado e depende da energia (CNUDDE e BOONE, 2013).

A intensidade da radiação registrada pelo detector pode ser expressa por uma integral de linha dos coeficientes de atenuação. Assim, a projeção $P(\theta,t)$, chamada Transformada de Radon, pode ser definida como a equação 3 (RADON, 1917; SALES, 2010).

$$P(\theta, t) = \int_L \mu(x, y) dl \quad (\text{Equação 3})$$

onde: $x\cos\theta + y\sin\theta = t$

Mas, considerando-se pesquisa acadêmica, os feixes de radiação X são oriundos de tubos de raios X, sendo, dessa forma, policromáticos, o que faz com que se considere a energia E no parâmetro μ (LIMA, 2006). Assim, a Lei de Beer - Lambert é reescrita conforme a equação 4:

$$I = \int_L^{E_{\max}} I_0 \exp \left[- \int_L \mu(x, y, E) dL \right] dE \quad (\text{Equação 4})$$

3.1.2 Metodologia de reconstrução de imagem em microCT

Há diversas formas de efetuar a reconstrução de uma imagem tomográfica. Os métodos mais comuns são: Algoritmos de reconstrução analíticos, Métodos de expansão por séries (reconstrução algébrica) e Técnicas de reconstrução estatísticas. Reconstruções analíticas consideram o objeto como uma função $f(x,y)$ contínua, e os dados mensurados $p(\theta, \xi)$. Isto significa que o problema da reconstrução pode ser formulado em termos de uma equação integral contínua. Técnicas analíticas obtêm soluções exatas ou aproximadas desta equação integral. As vantagens de algoritmos de reconstrução de imagem analíticos são sua eficiência e execução computacional comparada a outros tipos de algoritmos.

Um dos métodos mais utilizados é o método analítico para feixe cônicos, partindo de definições da transformada de Randon e Fourier, na análise da reconstrução com o uso de feixes paralelos e leque para, enfim, a generalização utilizando o algoritmo de Feldkamp para reconstrução com feixe cônicos (NATTERER, 2001).

Segundo Radon (1917), a reprodução em 2D ou 3D de um objeto, é realizada a partir da repetição em série de todas as projeções. O processo de reconstrução é baseado em um caminho matemático onde se obtém $\mu(x,y)$ a partir das medidas dos raios-soma, sendo necessário encontrar a transformada inversa de Radon, $P(\theta,t)$.

O algoritmo de Feldkamp é amplamente aplicado nos feixes de raios X cônicos. Este algoritmo é uma aproximação da reconstrução em feixe cônicos, através da retroprojeção filtrada. Ainda assim, é um dos mais utilizados. A formulação matemática limita-se a trajetórias presas ao plano x-y (NATTERER, 2001).

3.1.3 Imagem digital

Uma imagem refere-se à função bidimensional de intensidade de luz $f(x, y)$, onde x e y demonstram as coordenadas espaciais, e o valor de f em qualquer ponto (x, y) corresponde ao brilho, níveis de cinza, da imagem naquele ponto (GONZALEZ; WOODS, 2000).

Em microCT após a aquisição e reconstrução da imagem, tem-se como resultado fatias (*slices*) da amostra analisada, a visualização dessas fatias (2D) é feita em seções transversais paralelas. A imagem digital pode ser considerada uma matriz cujas linhas e colunas identificam um ponto da imagem. Assim, a imagem digital é armazenada através de dígitos binários denominados bits. Cada bit pode admitir o valor 0 ou 1. Um conjunto de 8 bits é denominado *byte*. Os bits ou *bytes* são usados para representar os pixels (Figura 2) da imagem digital (OLIVEIRA, 2010). Cada configuração de *bytes* representará as diversas tonalidades de grau de cinza nos pixels. O número de *bytes* da imagem determinará o espaço de armazenamento.

Quando se tem imagens em três dimensões (3D) a amostragem e quantização são representadas pelas coordenadas (x,y,z). Nesta situação a imagem será representada como uma sequência de imagens 2D ao longo do eixo z e o menor elemento nesse caso recebe o nome de *voxel*. Os *voxels* representam pontos de amostragem de fenômenos físicos e são usados para reconstruir no computador a função ou forma das estruturas 3D (MACHADO, 2015).

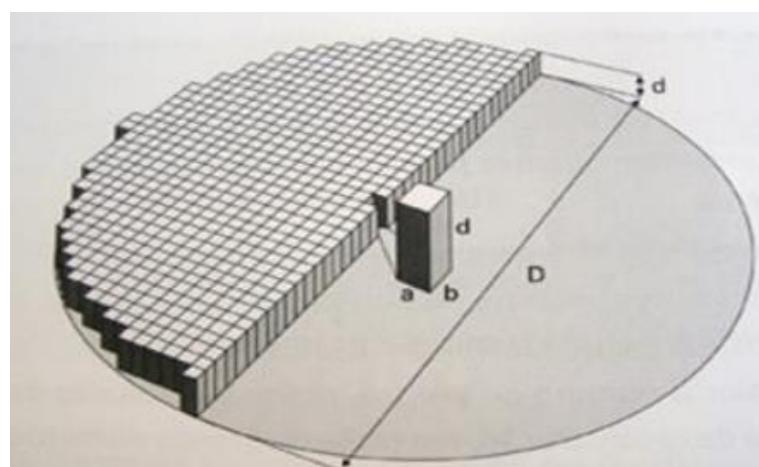


Figura 2 – Representação do pixel no espaço (adaptado de PINHEIRO, 2008)

3.1.4 Fluxograma de processamento da imagem digital

O processamento de imagens digitais tem dois objetivos principais: melhoria de informação visual para a interpretação humana e o processamento de dados para percepção automática (MACHADO, 2015).

Gonzales e Woods (2000) ilustraram, através de um diagrama, a sequência típica de etapas do processamento de imagem, conforme descrito a seguir e pode ser visto na Figura 3.

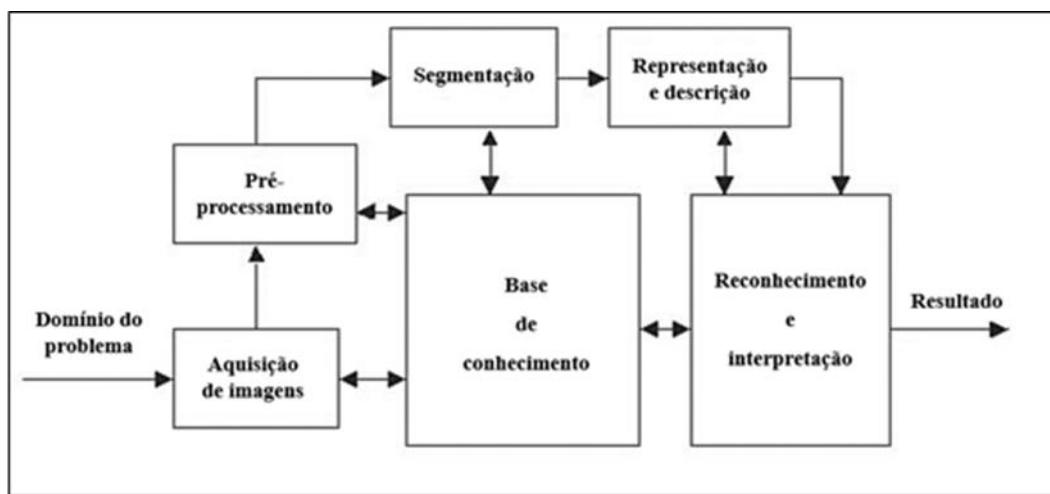


Figura 3- Diagrama da sequência das etapas de processamento de imagem (Adaptada de GONZALEZ e WOODS, 2000).

Anterior à descrição das etapas de processamento da imagem é importante ser dito que o conhecimento sobre o domínio do problema está codificado no sistema de processamento de imagem na forma de uma base de conhecimento. Esse conhecimento pode ser a base para o detalhamento de regiões de uma imagem, buscando a informação de interesse de forma mais local, sem precisar ampliar a área da busca. Além de guiar a operação de cada etapa do processamento, a base do conhecimento também controla a interação entre as etapas e auxilia as operações de realimentação entre os módulos (GONZALES E WOODS, 2000).

Etapa 1: Aquisição de imagens

Nesta etapa um sinal elétrico de saída é produzido, e este é proporcional à energia recebida na entrada. Conforme mencionado no item 3.1.3, a imagem digital é uma matriz bidimensional descrita por $f(x, y)$. Quando os valores das coordenadas x e y da função $f(x, y)$ são digitalizados, são chamados de amostragem; e a digitalização dos valores da amplitude são chamados de quantização em níveis de cinza. A quantidade de detalhes que são discerníveis em uma imagem, dependem da amostragem e do nível de cinza. Quanto maiores forem esses parâmetros melhor será a imagem formada, e estes estão ligados diretamente à qualidade do feixe de raios X (GONZALEZ e WOODS, 1992).

Etapa 2: Pré-processamento ou Reconstrução

A reconstrução visa facilitar as etapas seguintes. Dessa forma, utilizam-se técnicas como remoção de ruídos, realce de contraste por manipulação do histograma de níveis de cinza e uso de cores (GONZALEZ e WOODS, 2010).

Etapa 3: Segmentação

A segmentação de imagens consiste em particionar uma imagem, de acordo com algum critério de uniformidade, em regiões ou partes homogêneas, o que pode representar um ou mais objetos de interesse. Nesse processo é necessário definir uma região de interesse (ROI) no plano transaxial reconstruído (x-y). Os métodos mais simples de limiarização utilizam um único ponto de corte, também conhecido como *threshold* (TH). Em alguns casos, no entanto, não se consegue apenas um limiar que resulte em uma boa segmentação para toda a imagem. Para esses casos existem técnicas de limiarização variáveis e multiníveis baseadas em medidas estatísticas. Existem várias abordagens para segmentação das imagens digitais. No entanto, não existe um método consagrado. A metodologia mais usual e rotineira para atribuir valores aos pixels na imagem 2D (secções transversais) é o baseado na estimativa de um TH (limiar) global a partir do histograma de intensidade da imagem, sendo um dos processos mais rápidos. Na escolha do TH global um estudo comparativo é realizado entre as imagens originais, em tons de cinza, e as novas imagens já binarizadas, em preto e branco.

Etapa 4: Reconhecimento e interpretação

O reconhecimento é o processo que atribui um rótulo de um objeto, baseados na informação fornecida pelo descritor. A interpretação envolve a atribuição de significado a um conjunto de objetos reconhecidos.

3.1.5 Parâmetros de qualidade no desempenho de microtomógrafos

A qualidade da imagem na microCT depende de parâmetros fundamentais como a resolução espacial e resolução de contraste. Esses parâmetros estão associados ao tamanho focal, à magnificação da imagem, à matriz de pixels do detector, ao número de projeções e filtros físicos.

Segundo Marques (2009), a resolução espacial é a capacidade de distinguir dois objetos à medida que eles se tornam menores e mais próximos. Ou seja, quanto menor e mais próximos se encontram os objetos e, ainda assim, são distinguíveis, melhor é a resolução espacial. A resolução espacial é obtida em função do tamanho de pixel e matriz do detector. Entretanto, outros fatores também afetam a resolução espacial e estão diretamente ligados à nitidez, como o tamanho focal e a magnificação da imagem. A escolha desses parâmetros pode causar uma indefinição da imagem a qual é chamada de efeito de penumbra. Esse efeito pode ser minimizado utilizando-se, por exemplo, um tubo microfocado.

De acordo com Buzug (2008), o tamanho focal está relacionado com o feixe de elétrons que é formado no cátodo e direcionado ao ânodo. Numa situação ideal, os raios X deveriam ser gerados por uma fonte pontual, pois o aumento do tamanho da fonte resulta no aumento da região de penumbra. Para que a penumbra diminua, são utilizadas lentes eletromagnéticas entre o cátodo e o ânodo que possibilita a convergência do feixe de elétrons em um pequeno ponto do ânodo, de forma que o menor tamanho focal permitido pelo tubo possa ser alcançado. Porém, necessita-se de uma maior angulação em consequência da deposição de calor por conta dos feixes de alta energia, fato este que impede que uma fonte pontual.

Segundo Bushberg et al (2002), a magnificação é função da distância fonte-objeto e distância objeto-detector e é atingida à medida que se aproxima o objeto do ponto focal. Considerando-se um tubo de raios X comum, um aumento na magnificação gera

aumento também na região da penumbra. Porém, a magnificação tem influência benéfica na resolução espacial se forem considerados pequenos tamanhos focais, como também, pode gerar redução do tamanho do pixel efetivo da imagem, colaborando para uma melhor resolução espacial.

Há ainda outros fatores importantes na resolução espacial que são: matriz de pixels do detector e número de projeções. Para sistemas com detector *Flat Panel*, há diversos sensores de fotodiodos que representam um pixel. Cada um desses sensores coletam as informações, formando a imagem digital. Assim, para um detector *Flat Panel*, quanto menor for o tamanho de pixel do detector melhor será a resolução espacial. Ainda, o número de projeções depende de quantos em quantos graus será obtida uma projeção na etapa do escaneamento, sendo que ao fim desse processo, as projeções são interpoladas. Assim, é possível obter mais projeções e interpolações em intervalos menores se forem realizados passos angulares de menor valor, o que resultará em maior detalhamento na imagem (BUZUG, 2008).

Segundo Kalender (2011), a qualidade das imagens também pode ser alterada pelos parâmetros que afetam a resolução em contraste. A resolução em contraste pode ser definida como a capacidade de distinguir materiais com densidades muito próximas, ou seja, a diferença na imagem em escala de cinza entre regiões adjacentes muito próximas.

O contraste da imagem pode ser melhorado com a introdução de filtros físicos entre a fonte de raios X e o objeto a ser examinado. A utilização de filtros físicos pode reduzir o efeito *beam hardening*, ou endurecimento de feixe (Figura 4). Esse efeito ocorre devido à natureza polienergética dos feixes de raios X, onde os fótons de baixa energia não conseguem atravessar a amostra devido a maior probabilidade de absorção pelas bordas. O filtro físico pode ser de diferentes tipos de material, como: alumínio, cobre ou latão. A opção de qual material utilizar e a definição da sua espessura deve ser avaliada de acordo com a amostra a ser tomografada, já que uma utilização incorreta dos filtros pode reduzir a intensidade dos sinais, diminuindo o contraste na imagem (BUSHBERG et al, 2002).

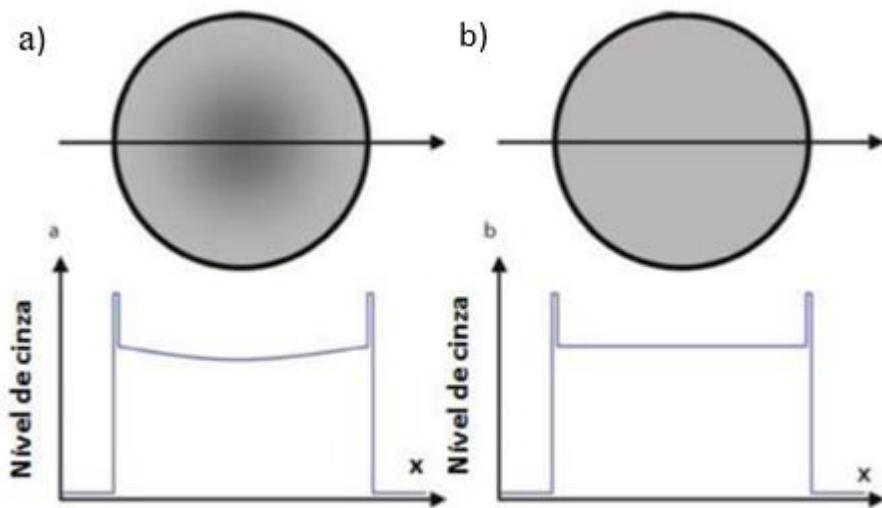


Figura 4 - Efeito gerado na imagem pelo endurecimento de feixes na borda da amostra a) sem filtros b) com filtros. (adaptado de BUZUG, 2008)

3.2 POLÍMEROS

De acordo com Canevarolo (2002), o plástico surgiu em 1856 quando o químico inglês Alexandre Pakers desenvolveu um tipo de resina que, em estado sólido, era flexível, leve, resistente à água e de fácil pintura. Em 1870, foi criada a primeira matéria plástica artificial pelo americano John Wesle Hyatt. Em 1920, o químico alemão Hermann Staudinger estudou as propriedades de compostos orgânicos que viriam a ser a matéria-prima da borracha. Este cientista propôs a teoria da macromolécula, na qual milhares de moléculas menores se repetem (polimerização) e formam substâncias denominadas polímeros, onde *poli* significa muitos e *mero* são unidades de repetição (ou monômeros).

3.2.1 Tipos de polímeros

Os produtos plásticos fazem parte do cotidiano da população mundial, sendo amplamente utilizados em vários setores, conforme verifica-se na figura 5.

					
Politereftalato de etileno (PET) Garrafas de água, potes, bandejas de biscoitos.	Polietileno de alta densidade (PEAD) Frascos de xampu, garrafas de leite, bolsas térmicas, recipientes de sorvete.	Polietileno de baixa densidade (PELD) Sacos, bandejas, recipientes, plástico-filme de embalagem de alimentos	Polipropileno (PP) Sacos de batatas fritas, pratos de microondas, potes de sorvete, tampas de garrafas	Poliestireno (PS) Talheres, pratos, copos	Poliestireno expandido (EPS) Embalagem protetora, copos para bebidas quentes

Figura 5- Tipos de produtos plásticos (fonte: Relatório ONU Meio Ambiente, 2018)

Os polímeros são classificados em Plástico, Borracha ou Fibra, dependendo do tipo de monômero (ou estrutura química) que o compõe, do número médio de meros por cadeia e do tipo de ligação covalente entre os monômeros (CANEVAROLO, 2002).

Harper (2003) cita que o PET é um polímero termoplástico, composto basicamente por moléculas de etileno tereftalato, tendo sido criado em 1941 pelos químicos britânicos John Rex Whinfield e James Tennant Dickson. A descoberta se deu na Segunda Guerra Mundial após grande desabastecimento de algodão, lã e linho no mundo. Desta forma, a indústria têxtil buscou alternativas para suprir a população com estes produtos. Em 1973, Nathaniel Wyeth criou a garrafa PET por meio do processo de injeção e sopro. No Brasil, as embalagens PET foram introduzidas apenas após 1980, sendo primeiramente utilizada pela indústria têxtil e de embalagens. Após 1993 a indústria de bebidas também iniciou o uso destas devido ao seu baixo custo de produção e à sua praticidade.

3.2.2 Características e propriedades

Segundo Canevarolo (2002), de acordo com as suas características de desempenho mecânico, os polímeros podem ser classificados como:

- Termoplásticos convencionais: são polímeros de custo reduzido, pouca exigência mecânica, alta produção, processamento fácil etc. Corresponde a 90% do total de

polímeros produzidos mundialmente. Fazem parte desta classificação: poliolefinas (LDPE, HDPE, PP), poliestireno (PS) e o policloreto de vinila (PVC)

- Termoplásticos especiais: são polímeros com custo pouco maior que os convencionais; apresentam características diferenciadas como alta transparência (polimetacrilato de metila e estireno-acrilonitrila) e alta estabilidade térmica e química (politetrafluoro-etileno). Outro polímero deste tipo é o etileno-acetato de vinila (EVA).

- Termoplásticos de engenharia especiais: são polímeros com grande quantidade de anéis aromáticos na cadeia principal, o que permite utilizá-los em temperaturas acima de 150°C por tempo prolongado. Fazem parte deste grupo: polímeros contendo Enxofre (polisulfonas, polisulfeto de fenileno), poliimidas (poliimida-poliamida), alguns poliuretanos, polieter-eter-cetona e polímeros de cristal líquido polimérico.

- Termoplásticos de engenharia (TE): são polímeros com alta resistência mecânica, boa tenacidade e grande estabilidade dimensional. Fazem parte desta classificação: poliamidas (náilon), poliésteres termoplásticos (polietileno-tereftalato (PET) e polibutileno-tereftalato), poliacetais, policarbonato, copolímero de estireno-butadieno-acrilonitrila e polioxi-fenileno. Exemplos de aplicações: engrenagens, peças técnicas para a indústria eletroeletrônica e automobilística etc.

O PET pode ser derretido e adquire novos formatos várias vezes, sem perder a qualidade que possuía, sendo esta característica interessante para a reciclagem (CANEVAROLO, 2002).

De acordo com a ABIPET (2019), na década de 80 os EUA e o Canadá iniciaram a coleta dessas garrafas para a produção de enchimento de almofadas, mas logo o material também passou a ser utilizado na fabricação de tecidos, lâminas e garrafas para produtos não alimentícios. O material PET é bastante utilizado no formato de garrafa por oferecer algumas vantagens: é leve, portanto, tem fácil manuseio; também é um produto bastante resistente, oferecendo segurança contra impactos, sendo utilizado em diversos setores da economia:

- Indústria automobilística: parachoque, painel de carros, tampas de bagageiro e material de forração;

- Indústria de embalagens: isopores, garrafas e embalagens diversas para produtos industrializados (PET reciclado);

- Indústria eletrônica: peça exterior de telefones celulares e outros aparelhos;
- Indústria química: fabricação de tintas e vernizes;
- Indústria têxtil: roupas, mantas etc;
- Construção civil: tubos, conexões, torneiras, caixas de água, calhas, telhas, chapas plásticas e pastilhas de revestimento;
- Cerdas de escovas de limpeza, vassouras e cordas sintéticas;
- Sinalização de trânsito, como placas de trânsito, entre outras;
- Produtos em geral como potes, luminárias, móveis, vasos para plantas, utensílios de cozinha, material de escritório etc.

De acordo com a OECD (2022), o relatório de junho de 2022 da entidade intergovernamental atualmente formada por 38 países: Organização para a Cooperação e Desenvolvimento Econômico (em português, OCDE), a produção anual de plásticos à base de combustíveis fósseis deve chegar a 1,2 bilhão de toneladas até 2060, e os resíduos consequentes devem ultrapassar 1 bilhão de toneladas. Desde a década de 1950, cerca de 8,3 bilhões de toneladas de plástico foram produzidas, com mais de 60% disso sendo jogado em aterros sanitários, queimado ou despejado diretamente em rios e oceanos.

Ainda segundo a OECD (2022), cerca de 460 milhões de toneladas de plástico foram usadas somente em 2019, o dobro de 20 anos antes. A quantidade de resíduos plásticos também quase dobrou, ultrapassando 350 milhões de toneladas, sendo menos de 10% recicladas.

De acordo com a Associação Brasileira da Indústria do PET (ABIPET, 2019), no Brasil, apenas 9% de todo o resíduo plástico já produzido foi reciclado. Já aproximadamente 12% foram incinerados e os 79% restantes foram destinados a aterros, lixões ou descartados no meio ambiente. Segundo Jambeck (2015), os rios transportam resíduos plásticos do interior do continente para o mar, sendo estes os principais poluidores dos oceanos. As propriedades de resistência à degradação e a durabilidade dos plásticos dificultam bastante a sua degradação completa pela natureza,

tornando este material apenas cada vez menor, gerando os chamados microplásticos (MPs).

3.2.3 Micropolásticos

Os MPs apresentam mais risco a organismos marinhos que os materiais plásticos maiores já que os organismos dos níveis tróficos inferiores são suscetíveis à ingestão destes micromateriais, contaminando os níveis tróficos superiores por bioacumulação na cadeia alimentar.

De acordo com Montagner (2018), os microplásticos estão em toda parte, muitas vezes de forma invisível, tendo formatos de fragmentos, esferas, pedacinhos de filmes ou de fibras de plástico, apresentando comprimento ou diâmetro menores que 5 milímetros, podendo ser também micrométricos. Estas substâncias podem ser classificadas em duas categorias, conforme descrito na figura 6, e compreendem os primários (liberados no ambiente como pequenas partículas), e os secundários (resultantes da degradação de objetos maiores). Eles podem ser detectados no ar respirado, nos ambientes terrestres ou hídricos (águas doce ou salgada), nas águas de torneira ou de garrafa, no sal marinho, nos peixes e frutos do mar ingeridos pelo homem, no mel, na cerveja, e, consequentemente, nas fezes dos seres humanos de todo o planeta. A presença dos microplásticos nos oceanos é conhecida apenas desde a década de 70, sendo os mares o repositório de boa parcela do microplástico produzido em terra, ao receberem a água de rios, riachos e esgotos.

Classificação ▾

Os microplásticos são divididos em dois tipos

PRIMÁRIOS

Liberados no ambiente como pequenas partículas



Pellets, esferas usadas como matéria-prima para a produção de plásticos maiores



Microesferas adicionadas em **cosméticos, pastas dentais, esfoliantes** e outros produtos de higiene

SECUNDÁRIOS

Resultam da degradação de objetos maiores



Fibras oriundas de **roupas sintéticas, carpetes e tapetes** e liberadas pelo atrito de **pneus** com o asfalto



Fragmentos de **sacolas de supermercado, garrafas de PET e redes de pesca**



Resíduos plásticos expostos às intempéries ambientais (raios UV, temperatura, umidade, ação das ondas)



Restos de material empregados no cultivo agrícola, como **estufas, telas de sombreamento e filmes para cobertura do solo**

Figura 6- Classificação dos microplásticos (Adaptado de Revista FAPESP, 2019)

Segundo Artaxo, físico do Instituto de Física da Universidade de São Paulo (REVISTA FAPESP, 2019), os microplásticos têm grande potencial para alterar a biota e o ecossistema oceânico do planeta como um todo e esse tipo de poluição tem efeitos ainda não totalmente entendidos e quantificados. Desta forma, o físico afirma, ainda, ser

necessário realizar-se pesquisas científicas para caracterizar o material e estudar a extensão de sua distribuição, suas concentrações, seus efeitos nos ecossistemas e sobre os seres vivos e ainda, como removê-lo do meio ambiente.

Turra (2014) destaca que os desafios das pesquisas com microplásticos estão relacionados à diversidade de tipos, fontes, formatos e tamanhos de plásticos. O pesquisador relata ainda que, além de fragmentos microscópicos, há aqueles cuja dimensão está na escala de nanômetros (menores que 1 milésimo de milímetro), capazes, em tese, de entrar na corrente sanguínea e atingir órgãos como fígado, rins e cérebro, porém ele afirma que não se dispõe, até o momento, de tecnologia para fazer o monitoramento dessas partículas nem conhecimento sobre seus efeitos nos ecossistemas e na biodiversidade. Além dos efeitos físicos, as micropartículas ingeridas ou inaladas por seres humanos e animais podem ser vetores de microrganismos e contaminantes, como poluentes orgânicos persistentes (POPs), compostos sintéticos resistentes à degradação no ambiente. Há dois tipos de substâncias associadas às partículas: as inseridas no próprio plástico para obter-se propriedades especiais, como ftalatos e bisfenol A, sendo estas, capazes de modificar o funcionamento hormonal; e as substâncias adsorvidas pelos microplásticos, como metais pesados e POPs. Os ftalatos (plastificantes) têm a característica de tornar o PVC flexível, e o bisfenol A é matéria-prima dos policarbonatos, sendo utilizados na fabricação de produtos de vida longa, como eletrônicos e material de construção (CAMPOS, 2019). Segundo Montagner (2018), os POPs são abundantes no ambiente e podem se acumular nos organismos. Estes contaminantes são lançados no ambiente pelo uso de fármacos, pesticidas, hormônios, produtos de higiene pessoal e drogas ilícitas.

Segundo a Associação Brasileira da Indústria do PET (2015), embora o plástico tenha tantas utilidades e seja amplamente utilizado em vários setores ao redor do mundo, o seu descarte desenfreado e carente de cuidados está provocando severas consequências para o meio ambiente, incluindo rios, lagos, lagoas e oceanos, e para o ecossistema e os seres vivos. Assim, é de suma importância que se conheça uma metodologia que possibilite quantificar este material quando presente em meios aquosos, de forma que seja possível contabilizar o nível de contaminação proporcionado por eles nos ambientes hídricos naturais.

3.2.4 A importância e limitação da aplicação da microCT aos microplásticos

Uma das principais vantagens da microCT é o fato de ser uma técnica não destrutiva, fornecendo imagens internas dos objetos inspecionados em alta resolução, em 3D, sem danificá-lo. (MACHADO, 2015).

O princípio físico da microtomografia computadorizada baseia-se na atenuação de raios X quando eles interagem com a amostra. A interação com cada amostra depende de suas características físicas como densidade, número atômico e espessura (MAYO, 2010).

A técnica permite o monitoramento de mudanças estruturais internas em resoluções de até algumas centenas de nanômetros. No entanto, apresenta também algumas limitações, como: subjetividade da segmentação/limiarização, artefatos de imagem, custos dos equipamentos, limitações de tamanho das amostras e contraste limitado para densidades próximas.

Na pesquisa ambiental, a microCT tem diversas aplicações, sendo uma delas: aplicação da técnica para quantificar materiais contaminantes sólidos nos meios hídricos naturais, sejam salinos ou doces, de forma a possibilitar a análise da contaminação por plástico em rios, lagos, lagoas e oceanos.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 EQUIPAMENTO

O equipamento de microCT utilizado foi o modelo Vtomex-m (General Electric-GE), o qual pode ser visualizado na Figura 7. O sistema tem duas fontes de raios X, que são um tubo direcional aberto microfocado e um tubo de transmissão de tamanho focal inferior a 1 μm (nanofoco) de baixa potência. A máquina comporta amostras até um limite de 20 kg, altura máxima de 600 mm e maior diâmetro de 360 mm, que podem ser manipuladas por uma mesa pneumática, com posicionamento em 4 eixos e resolução de translação de 1 μm . As imagens são reproduzidas por um feixe cônico, possibilitando a magnificação geométrica no detector (GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGIES, 2009).



Figura 7- Microtomógrafo Vtomex-m com o painel de controle para manipulação do corpo de prova e o monitor de vídeo (GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGY, 2010b).

O tubo de raios X microfoco XS300d (GE/ Phoenix|X-ray) possui tensão entre 10 kV e 300 kV e corrente entre 5 μ A e 3000 μ A, alcançando detectabilidade de 1 μ m.

O tubo de raios X nanofoco XS|180 hpnf ((GE/ Phoenix|X-ray) opera com tensões entre 10 kV e 180 kV e corrente entre 5 μ A e 880 μ A, podendo alcançar detectabilidade de até 200 nm (GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGY, 2010a). O tubo nanofoco possui janela de diamante, de forma que o sistema possa operar com energias mais altas sem precisar aumentar muito o tamanho focal do tubo. Ambos os tubos possuem filamentos de tungstênio (GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGY, 2010b).

O sistema possui ainda um detector do tipo Flat-Panel DXR (GE) com matriz de 2036 x 2036 pixels, tamanho de pixel de 200 μ m e capacidade de até 30 quadros por segundo (GENERAL ELETRICS MEASUREMENT & CONTROL, 2014).

4.2 AMOSTRAS

A fim de cumprir o objetivo de apresentar uma metodologia desenvolvida em laboratório para identificar e quantificar fragmentos plásticos presentes em meio aquoso, foram desenvolvidos phantoms com fragmentos plásticos separados de acordo com o tamanho de diâmetro das partículas, de forma a serem posteriormente analisados pela técnica de microtomografia computadorizada.

Os fragmentos plásticos eram oriundos de Trituração de diversos tipos de polímeros e por essa razão continha densidades distintas, porém não conhecidas. Os diâmetros das partículas eram diversos e variavam da semelhança a pó até fragmentos com pouco mais de 2 mm. Não foram fornecidos seus componentes, características ou propriedades.

Inicialmente, procedeu-se a separação de grãos na amostra e, para tal, um dos métodos mecânicos mais simples é o peneiramento (TIMOUMI, 2023). Assim, as partículas plásticas passaram por peneiras (Granutest), conforme a abertura das malhas contidas em uma base vibratória (Produtest), atuando por um período de 15 min (Figura 8). A pilha de peneiras de aço inoxidável tinha diâmetro de 200 mm e tamanhos de

malha de 2000, 1000, 710, 500, 350, 250, 180 e 125 μm . A separação foi realizada usando o padrão DIN 66165-1:2016.

Imprecisões nas peneiras granulométricas podem ser causadas por vários fatores, como variação do tamanho da malha, distorção de abertura, entupimento de material, qualidade de confecção das amostras e empilhamento de peneira. Assim, é importante usar materiais de alta qualidade e que contenham malhas uniformes, limpas e armazenadas corretamente. As amostras devem ser corretamente preparadas, homogeneizadas e secas. Além disso, deve-se seguir os procedimentos padrões de uso do equipamento, incluindo, regularmente, calibrar e realizar verificações de controle de qualidade para garantir a precisão (TIMOUMI, 2023; GELHARDT, 2021).

Neste estudo, foram realizadas dois tipos de análise: a primeira, para 3 amostras de fragmentos plásticos com diâmetros de 2 mm e densidades de plástico distintas; a segunda, para amostras variando o diâmetro dos fragmentos de 0,18 mm a 0,71 mm, conforme descrito, a seguir, nos itens 4.2.1 e 4.2.2. A preparação de ambas as amostras, no entanto, seguiu metodologia semelhante.



Figura 8 - Equipamento Granutest para separação por diâmetro dos fragmentos plásticos (próprio autor)

4.2.1 Amostras de 2 mm

Na primeira análise desse estudo, três amostras diferentes foram analisadas pela técnica de microCT, todas com fragmentos plásticos de até 2,0 mm de diâmetro, ou seja,

aqueles retidos na peneira Granutest maior, denominada, a partir de agora neste estudo, “plástico 2,0 mm” (Fig.9). As amostras foram separadas da seguinte forma: uma foi feita com fragmentos de variadas densidades, a segunda, com fragmentos contendo densidades menores que a da água, a qual será chamada nesse estudo de “menor densidade”, e a terceira, com densidades maiores que a da água, sendo nomeada como “maior densidade”.



Figura 9 - Fragmentos plásticos de 2 mm de diâmetro (próprio autor)

Procedeu-se à preparação de três amostras com plástico 2,0 mm em um eppendorf. Para a primeira amostra foi utilizado 1,03 g desta substância, cujo volume foi determinado pela variação desta quantidade em água destilada em comparação com o que tinha antes da adição dos fragmentos plásticos. Em seguida, a amostra foi imediatamente levada ao freezer, a fim de minimizar a precipitação de partículas. Como a viscosidade da água diminui à medida que a temperatura aumenta, tem-se que a água é mais resistente ao fluxo em baixas temperaturas, o que dificultaria a movimentação dos fragmentos plásticos em temperaturas menores.

Para a confecção da segunda e terceira amostras, o plástico 2,0 mm foi imerso em água destilada. Em seguida, essas duas substâncias foram misturadas. Após a estabilização da mistura fez-se uma pausa de 30 minutos para se obter a separação entre os fragmentos de maior e os de menor densidade (os que afundaram dos que flutuaram). O próximo passo foi remover os MPs flutuantes da água, deixando-os secar de forma natural, e os que restaram foram misturados novamente. Este procedimento foi realizado mais duas vezes para se obter uma amostra mais homogênea e minimizar as incertezas do processo por conta do empuxo e força de atrito nas partículas (Lei de Stokes)

(HALLIDAY, 2008). Após essa etapa, os fragmentos afundados foram removidos da água e deixados secar naturalmente. Assim, preparou-se o segundo phantom em um eppendorf com 0,84g de plástico 2,0 mm de menor densidade (os que haviam flutuado) misturados com água destilada. Analogamente, confeccionou-se a terceira amostra só que com 1,51g de plástico 2,0 mm de maior densidade (os que haviam afundado), levando-se imediatamente ambos para o freezer, após o preparo.

4.2.2 Amostras de diâmetros entre 0,18 mm e 0,71 mm

Na segunda análise desse estudo, cinco amostras de fragmentos plásticos em meio aquoso foram analisadas pela técnica de microCT. Os diâmetros dos fragmentos eram diferentes para cada uma das amostras. As amostras de interesse foram as de diâmetros 0,18 mm, 0,25 mm, 0,35 mm, 0,50 mm e 0,71 mm.

Assim, procedeu-se à preparação dessas 5 amostras. Visando serem analisadas pela técnica microCT, essas amostras foram preparadas em *Eppendorfs*. Para a preparação de cada amostra, os fragmentos plásticos foram primeiramente imersos em *Becker* com água destilada. Depois, o plástico e a água foram misturados. Após a estabilização da mistura, foi necessário um tempo de 30 min para que ocorresse a separação entre as partículas mais densas e as menos densas (as que afundaram das que flutuaram). O MP flutuante foi retirado da água e os fragmentos restantes foram misturados novamente. Este procedimento foi realizado três vezes, a fim de minimizar as incertezas e obter uma mistura mais homogênea, semelhantemente ao que foi explicado no item 4.2.1 da primeira análise. A seguir, os fragmentos afundados foram retirados da água e deixados secar naturalmente. Este processo é importante porque a diferença de densidade entre as partículas e a água permite um bom contraste nas imagens tomográficas. Testes anteriores mostraram que essas imagens têm muito melhor contraste para partículas com densidade acima da água/gelo.

Para a primeira amostra foi utilizado 0,89 g de plástico, cujo volume foi determinado pela variação desta quantidade em água destilada em comparação com o que tinha antes da adição dos fragmentos plásticos. Em seguida, a amostra foi imediatamente levada ao freezer, a fim de minimizar a precipitação de partículas.

Posteriormente, o procedimento realizado na primeira amostra foi repetido para as outras quatro, porém com 0,98 g de plástico para a amostra de 0,25 mm, 1,0 g para a de 0,35 mm, 0,69 g para 0,50 mm e, por último, 1,0 g para 0,71 mm.

4.3 APLICAÇÃO DA MICROCT

4.3.1 Aquisição das imagens

Na aquisição de dados cada amostra foi colocada em um caixote de poliestireno estendido e fixada dentro do equipamento (Figura 10) para evitar movimentação durante essa etapa. Um detector de tela plana (2036 x 2036 pixels) foi utilizado para registrar a transmissão do feixe de raios X. Foram obtidas projeções de 360°.

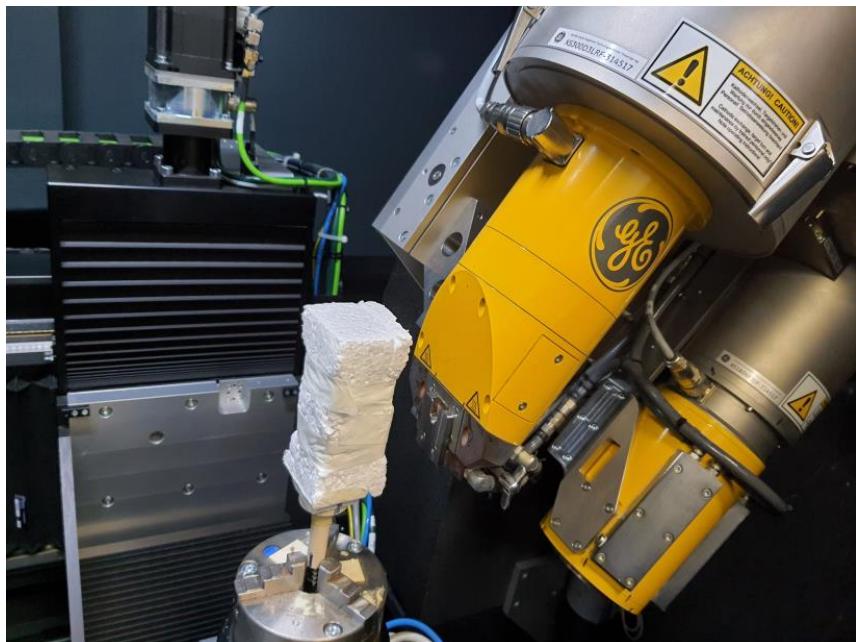


Figura 10 - Amostra posicionada no equipamento de microCT GE-Phoenix Vtomex (próprio autor).

Os parâmetros de aquisição para todas as amostras estão descritos na tabela 1.

Tabela 1- Parâmetros de aquisição utilizados na microCT

Parâmetros de Aquisição	Valores
Tensão	70 KV
Corrente	250 μ A
Tempo	333 ms
Tamanho de Pixel Efetivo	60 μ m
Número de <i>Frames</i>	5
Número de Projeções	900

4.3.2 Reconstrução das imagens

O processamento da imagem digital se equipara em importância à aquisição da imagem no que tange à qualidade, pois permite que se corrija artefatos e reduza ruídos.

Assim, serão descritos nessa seção o *software* utilizado na reconstrução, como também, alguns artefatos que podem ser corrigidos por este programa com o objetivo de melhorar a qualidade da imagem: endurecimento de feixe e artefato de anel.

A reconstrução, foi feita utilizando o *software* Phoenix Datasx2 Reconstruction, o qual é um programa bastante eficaz, que possibilita executar a otimização da imagem a partir da função *Scan/Optimiser*. Com esta função, o programa indica a configuração que melhor se adequa à imagem, o que geralmente ocorre, e o usuário dá o aceite, se concordar. A seguir, as correções indicadas são aplicadas a todas as projeções.

São descritos, a seguir, alguns parâmetros que podem ser ajustados para melhorar o resultado da imagem final, antes de utilizá-la para quantificação e visualização.

Um dos ajustes disponíveis é a minimização do endurecimento de feixe, que pode ocorrer com objetos altamente absorventes ou com pré-filtragem inadequada dos feixes de raios X. Quando isso ocorre, o programa oferece uma função de correção que

minimiza o efeito em que a periferia de um objeto homogêneo parece mais brilhante que a área interna.

Outro ajuste disponibilizado pelo programa é para o artefato de anel, que ocorre devido a pequenas variações de sensibilidade nos pixels do detector. Essa variação faz com que surja um artefato circular durante a aquisição da imagem, já que, ao rotacionar, o pixel, que pode ser um pixel morto, fica na mesma posição, fazendo com que pareça uma característica do material.

4.3.3 Análises quantitativas e qualitativas da microCT

O próximo passo foi realizar as análises quantitativas. Para isso foi empregado o programa CTAn®. A estrutura do programa tem cinco estágios principais, que aparecem em guias separadas (Figura 11) e correspondem à sequência normal de etapas para o processo de análise. Estas guias são janelas dentro do *software* relativas a:

1. imagem bruta
2. região de interesse (ROI)
3. imagem binária
4. Morfometria
5. processamento personalizado

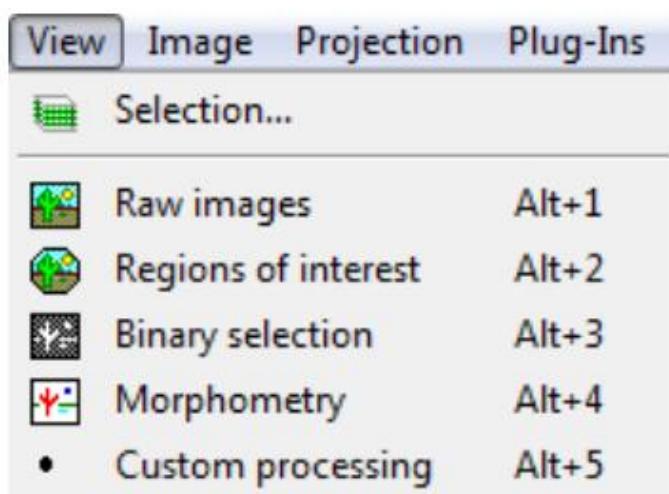


Figura 11- Itens do menu VIEW do CTAn (MANUAL FOR BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER v. 1.13)

A separação dessas funções em páginas reduz a complexidade e a desordem (número de botões e objetos) em cada janela do programa, melhorando a facilidade de uso da interface do programa. Ao abrir um conjunto de dados, várias etapas ou páginas do programa tornam-se acessíveis à medida que as opções da barra de menu ficam disponíveis.

Este *software* permite quantificar os parâmetros referentes às imagens. Nesse estudo, ele foi utilizado para calcular o número de fragmentos e o volume total de plásticos contidos no volume de interesse (VOI).

Nesta seção serão destacadas propriedades importantes do menu View do CTAn para a metodologia desenvolvida. Estas funções são: ROI, seleção binária, análise morfométrica e processamento personalizado.

ROI:

Para a quantificação das imagens de microCT é fundamental determinar uma região de interesse (ROI). Assim, são definidos ROI e VOI de acordo com o MANUAL FOR BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER v. 1.13: a região de interesse (ROI) refere-se à região selecionada, seja no formato escolhido, como retangular, redondo etc, ou desenhada à mão livre, em uma única imagem transversal. O volume de interesse (VOI) refere-se à integração de todos os ROIs em todos os níveis de imagem selecionados e define o subvolume do conjunto de dados dentro do qual serão realizados procedimentos como construção do modelo e cálculos morfométricos.

Os métodos de limiarização podem utilizar um único ponto de corte (*threshold* ou TH) ou técnicas de limiarização variáveis e multiníveis baseadas em medidas estatísticas, caso não seja possível conseguir uma única limiarização adequada a toda a imagem.

No caso deste trabalho, o ROI foi determinado tendo como objetivo conseguir quantificar o volume de fragmentos plásticos contidos na amostra (Figura 12). Quanto ao seu formato, foi desenhado um círculo de maneira a envolver melhor a amostra contida no *eppendorf* (Figura 13).

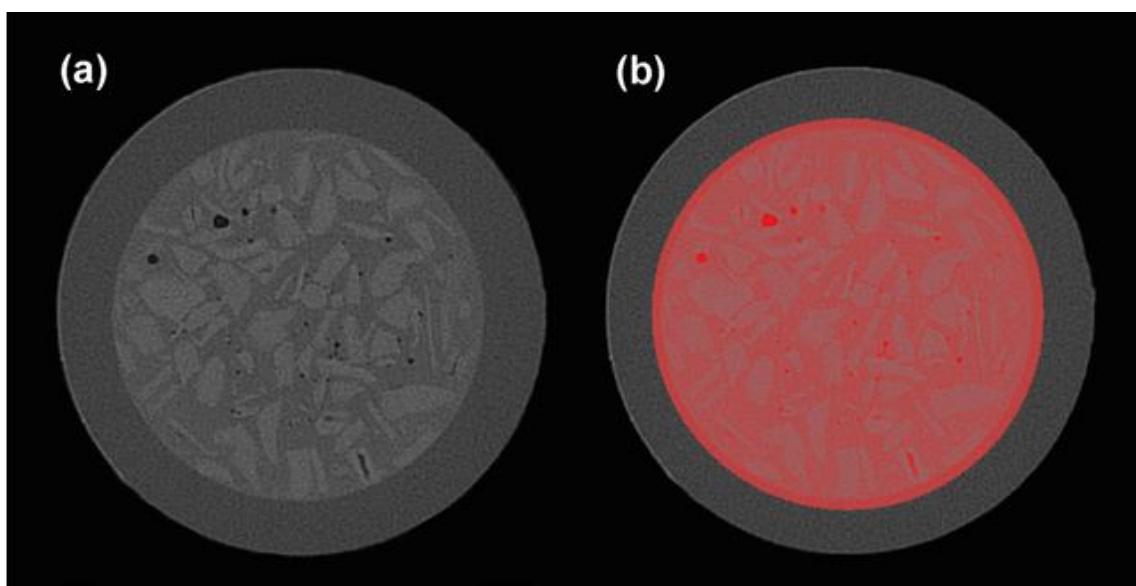


Figura 12- a) *Slice* original; b) Definição da região de interesse (ROI) (Próprio autor).

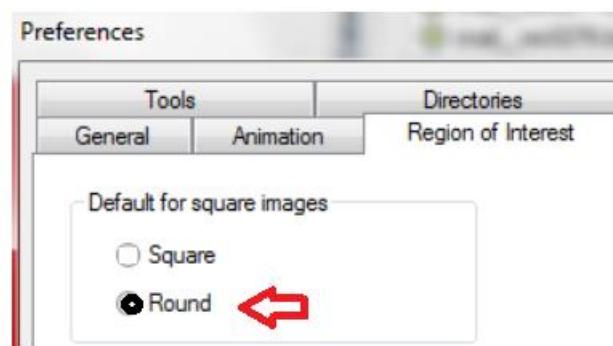


Figura 13- Seleção do ROI com formato de círculo (adaptado de MANUAL FOR BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER v. 1.13)

Seleção binária:

Na seleção binária, imagens binárias são exibidas, nas quais a cor branca representa áreas com brilho dentro da faixa de seleção de limite binário ("sólido") e as áreas fora dessa seleção são pretas ("espaço"). A região de interesse (ROI) é desenhada sobre a imagem binária, de forma que dentro dessa região a imagem é preta e branca.

Assim, a barra do Histograma foi aberta e apareceu um novo submenu com o mesmo nome.

Essa barra é dividida em duas partes: no topo há uma janela com o histograma de distribuição de brilho exibido e, abaixo, está uma tabela de texto com dados da distribuição (Figura 14) (MANUAL FOR BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER v. 1.13).

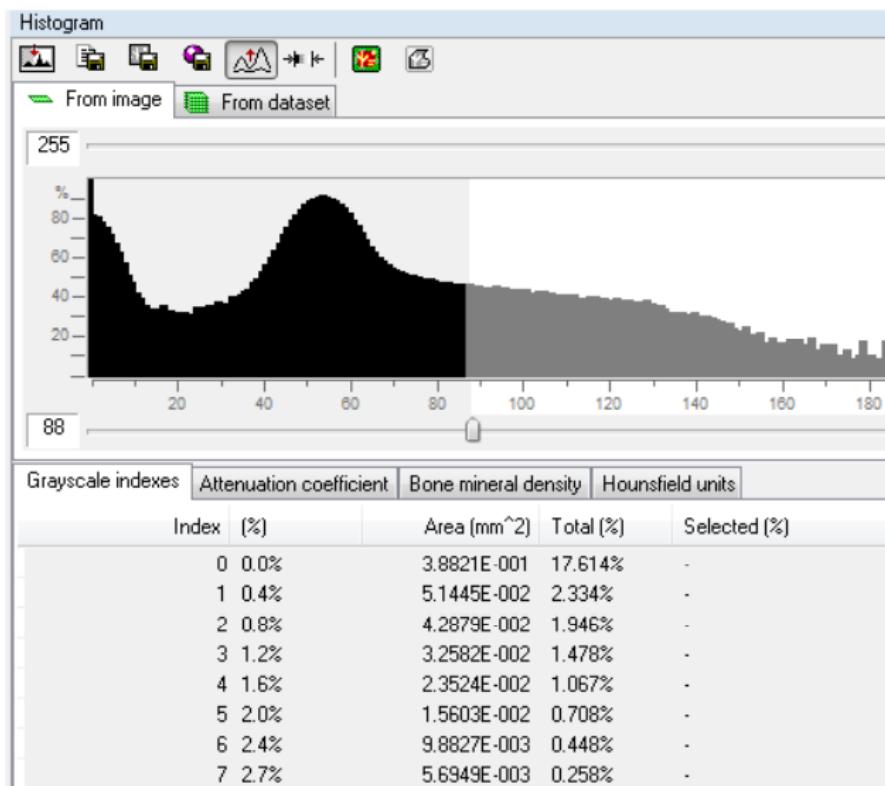


Figura 14- Barra do histograma no CTAn (MANUAL FOR BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER v. 1.13)

Processamento personalizado

A página de processamento personalizado permitiu aplicar às imagens do conjunto de dados uma ou mais operações de uma lista de módulos internos ou externos, ou “*plug-ins*” conectados ao programa (Figura 15).

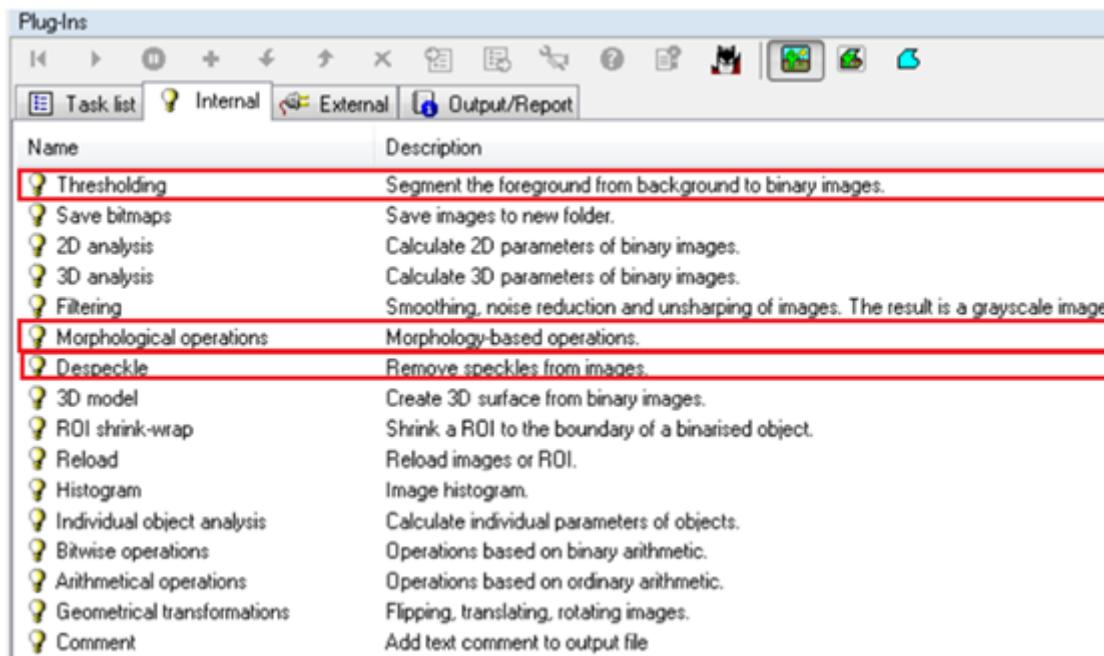


Figura 15 - *Plug-ins* no CTAn (MANUAL FOR BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER v. 1.13)

Assim, ao executar e configurar as operações da lista de tarefas escolhidas, foi possível obter as imagens 3D para realizar a análise de interesse, que era fazer uma comparação entre o volume realmente colocado em cada uma das amostras e a quantidade detectada pelo processo utilizado neste estudo. Ainda, possibilitou verificar a confiabilidade do método utilizado, e também verificar se houve aumento de acurácia ao utilizar amostras feitas apenas com plásticos de densidades semelhantes em cada *eppendorf*.

Análise morfométrica:

A página de análise morfométrica (4^a página) se destina às medições em 2D e 3D, e torna-se acessível somente depois que as imagens em escala de cinza do conjunto de dados são transformadas em binárias, na página de seleção binária (3^a). Nas imagens binárias, as áreas brancas são identificadas como objetos sólidos, enquanto o preto, é

considerado o meio de fundo. Ao passar para a página de morfometria, são disponibilizados o acesso aos comandos de análise morfométrica.

No ícone Individual 2D *object analysis*, podem ser realizados cálculos morfométricos em 2D de todos os objetos binários discretos da imagem do corte transversal. E no ícone Individual 3D *object analysis*, podem ser realizadas cálculos morfométricos em 3D de parâmetros para todos os objetos binários discretos no volume de interesse para o conjunto de dados. O relatório de dados lista os parâmetros para cada objeto 3D discreto.

A função *3D analysis* foi utilizada para a análise de imagem tridimensional (3D) de objetos selecionados binários (cor branca) dentro do volume de interesse. Ao clicar neste comando, a caixa de diálogo *3D analysis* foi aberta, e a lista de parâmetros que podem ser calculados foi apresentada (Figura 16). Ainda, foi possível selecionar e desmarcar parâmetros usando as caixas de seleção correspondentes, permitindo calcular o volume de fragmentos plásticos de cada amostra.

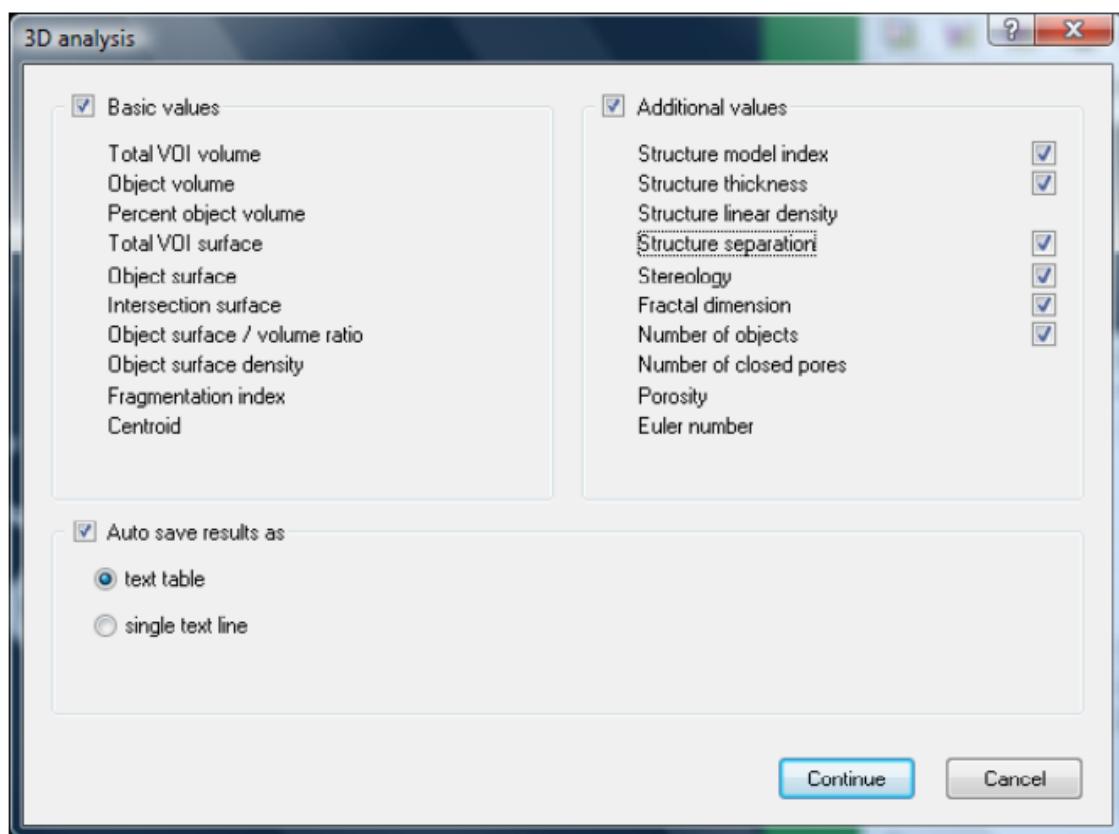


Figura 16 - Lista de parâmetros disponíveis na análise 3D (MANUAL FOR BRUKER-MICROCT CT-ANALYSER v. 1.13)

4.3.3.1 Plug-ins do CTAn para as amostras de 2 mm

Para as três amostras da análise 1, foram utilizados os mesmos *plug-ins* no *software* CTAn, que são ferramentas que têm a função de tratar a imagem, a fim de obter resultados mais precisos, removendo o excesso de ruído existente.

Os *plug-ins* estão descritos abaixo, de acordo com o *Manual for Bruker-microCT CT-Analyser* v. 1.13 na ordem em que foram executados:

Thresholding- este *plug-in* é usado para segmentar o primeiro plano de fundo para imagens binárias.

Despeckle- No *plug-in despeckle*, é possível excluir objetos/poros brancos e/ou pretos dentro de um intervalo especificado ou excluir todos os objetos/poros fora do intervalo.

Neste estudo, tanto o *despeckle* branco quanto o preto foram usados:

- *Remove white speckle* - remove objetos brancos com base em seu tamanho

- *Remove black speckle*- remove objetos que são pretos com base em seu tamanho

Morphological Operations - envolvem adicionar ou remover pixels/voxels da superfície de todos os objetos binarizados selecionados (chamados *erosion* e *dilatation*, respectivamente). Neste estudo, foi utilizada a *dilatation* (Figura 17).



Figura 174 - À esquerda, uma fatia (*slice*); ao centro, *Despeckle* sem operação morfológica e à direita, *Despeckle* com operação morfológica (dilatação).

Na amostra 1, que continha diferentes densidades de plástico de 2,0 mm, foi necessário realizar a limiarização (*Thresholding*) em duas partes, pois o plástico menos denso estava na parte superior da amostra e o mais denso na parte inferior.

4.3.3.2 *Plug-ins* do CTAn para as amostras de 0,18 mm a 0,71 mm.

Na segunda análise foram utilizados os mesmos *plug-ins* no *software* CTAn para conseguir obter resultados mais precisos e remover o excesso de ruído existente. Os *plug-ins* utilizados para realizar a quantificação estão descritos na Figura 18 na ordem em que foram executados. Primeiramente, é essencial determinar a região de interesse (ROI), conforme mostrado na Figura 18b.

Os métodos de *thresholding* podem usar um único ponto de corte (*threshold* ou TH) ou *thresholding* variável e multinível, baseados em medições estatísticas, se não for possível atingir um *thresholding* único adequado para a imagem inteira. Neste trabalho, foi escolhido o método global, no qual um intervalo fixo de tons de cinza é definido para pixels sólidos (branco); pixels fora deste intervalo são definidos como pixels de espaço (preto) (Figura 18c).

Nas amostras da análise 2, foi necessário realizar a limiarização (*Thresholding*) em mais de uma parte, pois o plástico menos denso estava na parte superior da amostra e o mais denso na parte inferior.

A análise morfométrica destina-se a realizar medições em 2D e 3D e torna-se acessível somente quando as imagens em tons de cinza do conjunto de dados são transformadas em imagens binárias. Os parâmetros morfométricos 3D foram calculados no VOI para todos os objetos individuais 3D binarizados. Assim, ao executar e configurar as operações da lista de tarefas escolhida, foi possível obter as imagens 3D para realizar a análise de interesse desse estudo.

Devido ao baixo contraste entre os fragmentos plásticos e o meio aquoso, foi necessário utilizar um *plug-in* *Despeckle* para processamento de imagens, o qual é usado para remover pequenos grupos de pixels, chamados de *speckles* (manchas da imagem). As manchas são removidas examinando cada grupo de pixels conectados em 4 vias e

removendo qualquer grupo abaixo do limite de tamanho selecionado. O *Despeckle* funciona apenas em imagens binárias e foi projetado para remover aleatoriamente manchas distribuídas na imagem.

Os *plug-ins* estão descritos abaixo na ordem em que foram executados:

Thresholding- foi usado para segmentar o primeiro plano de fundo nas imagens binárias.

Despeckle- Foi preciso excluir objetos/poros dentro de um intervalo especificado. Tanto o *despeckle* branco quanto o preto foram usados:

- *Remove white speckle* - removeu objetos brancos abaixo de 90 *voxels*. (Figura 18d)
- *Remove black speckle*- removeu objetos pretos abaixo de 150 *voxels*. (Figura 18e)

Com esses tratamentos nas imagens, os fragmentos foram preenchidos mantendo o tamanho original.

A Figura 18e mostra a imagem final, preparada para cálculo de volume. Após o processo de quantificação, o volume binário pode ser salvo para a geração de modelos 3D.

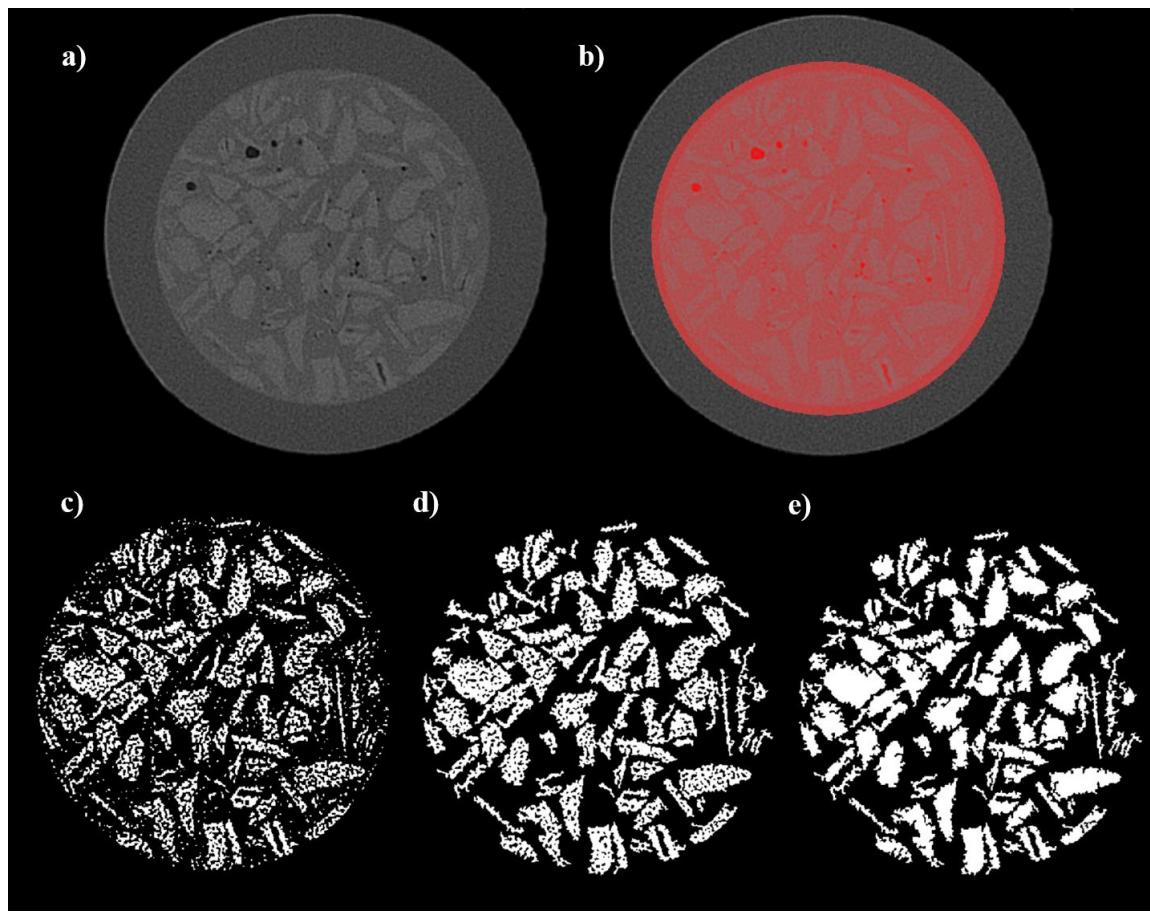


Figura 18- Etapas do processo de quantificação: (a) slice original, (b) ROI circular (destacado em vermelho), (c) slice binarizado (a cor branca representa os fragmentos de MP), (d) slice após aplicar *remove white speckle*, e (e) slice após aplicar *remove black speckle*.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 AMOSTRAS DE 2 MM

Na amostra com densidades misturadas dos fragmentos de plástico de 2 mm, obteve-se um volume total de 590 mm³ com a análise do *software*. Como o volume inicialmente colocado foi de 800 mm³, o erro relativo nessa medida foi de 26,25%.

Para a amostra contendo fragmentos plásticos de 2,0 mm com menor densidade, foi necessário apenas um *thresholding* e o resultado obtido foi de 99 mm³. O volume inicial inserido na amostra foi de 750 mm³. Assim, nessa amostra, o erro relativo foi de aproximadamente 86,80%. A figura 19 apresenta cortes das seções transversais dessa amostra e pode-se observar o baixo contraste entre os fragmentos de MPs e o meio aquoso, o que corrobora o alto erro relativo obtido nessa análise. Observa-se também o formato fino e alongado desses fragmentos que podem ser classificados como fibras. Normalmente, no meio ambiente os microplásticos com formato de fibras são de origem secundária, ou seja, passam por processo de degradação natural no ambiente e se proliferam em pedaços menores (HORTON, 2017).

Já na amostra com plástico 2 mm de maior densidade (Figuras 20 e 21), também foi realizado apenas um *thresholding*, e o volume encontrado foi de 1060 mm³, com erro relativo de 15,20%, já que o volume de MP inserido na amostra foi de 1250 mm³. (Tabela 2).

Tabela 2 - Resultados da análise 1 com plástico 2 mm.

MP 2,0 mm	Volume Deslocado (mm ³)	Massa (g)	Volume CTAn (mm ³)	Erro Relativo (%)
Densidades misturadas	800	1,03	590	26,25
Menor densidade	750	0,84	99	86,80
Maior densidade	1250	1,51	1060	15,20

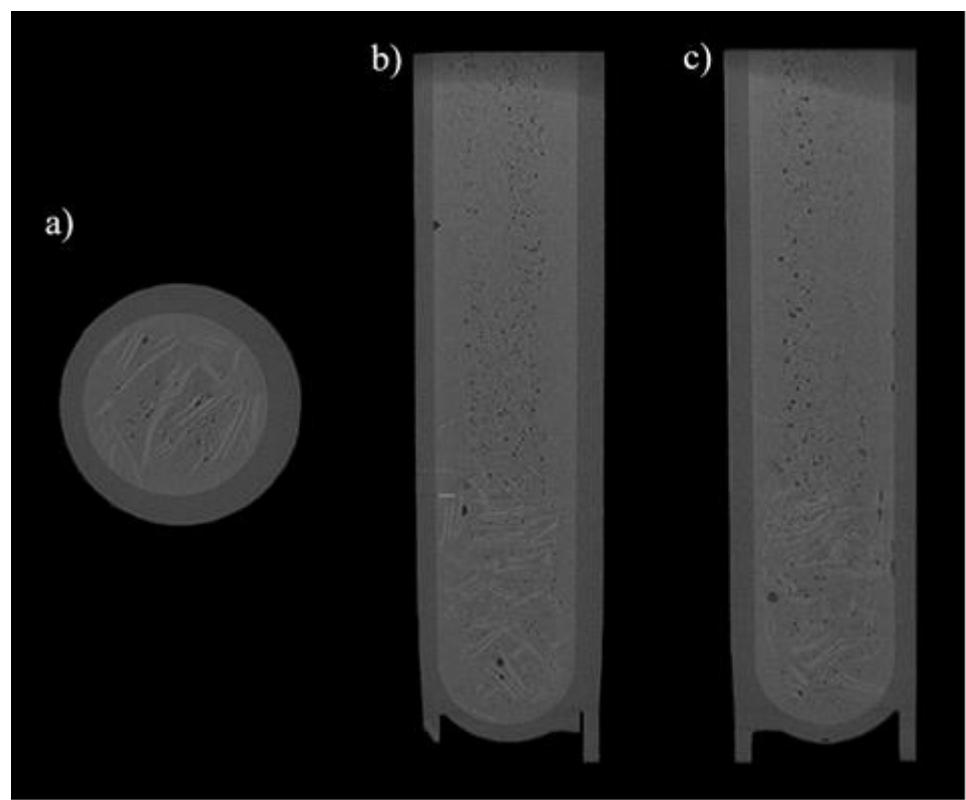


Figura 19 – cortes da amostra contendo plástico 2 mm menor densidade: a) corte axial; b) corte sagital; c) corte coronal.

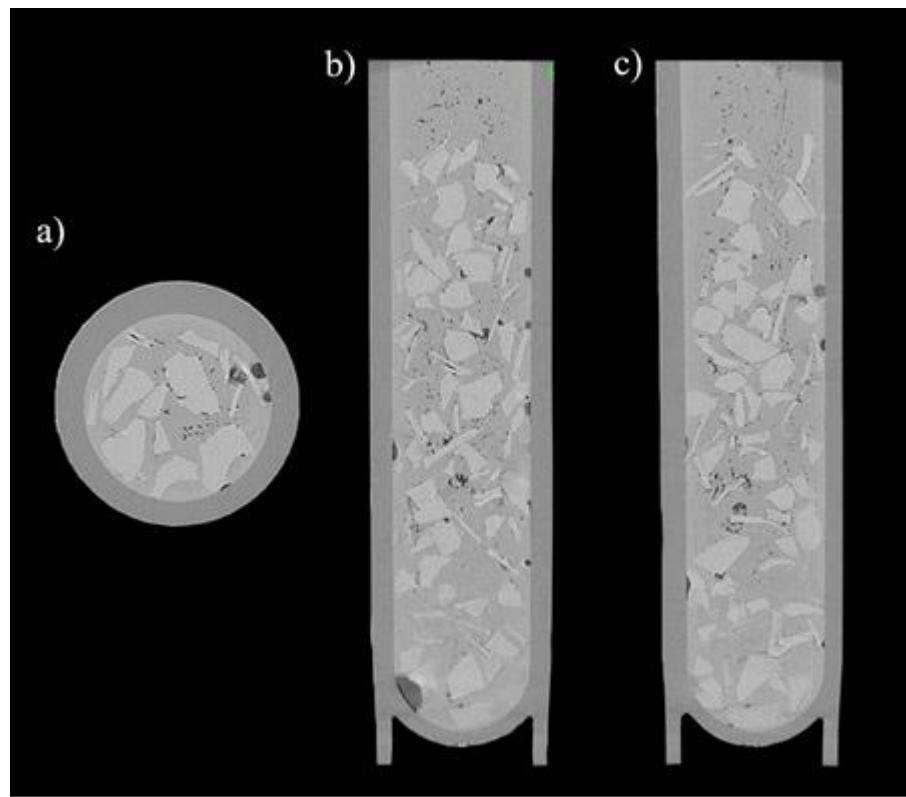


Figura 20 – cortes da amostra contendo plástico 2 mm maior densidade: a) corte axial; b) corte sagital; c) corte coronal.

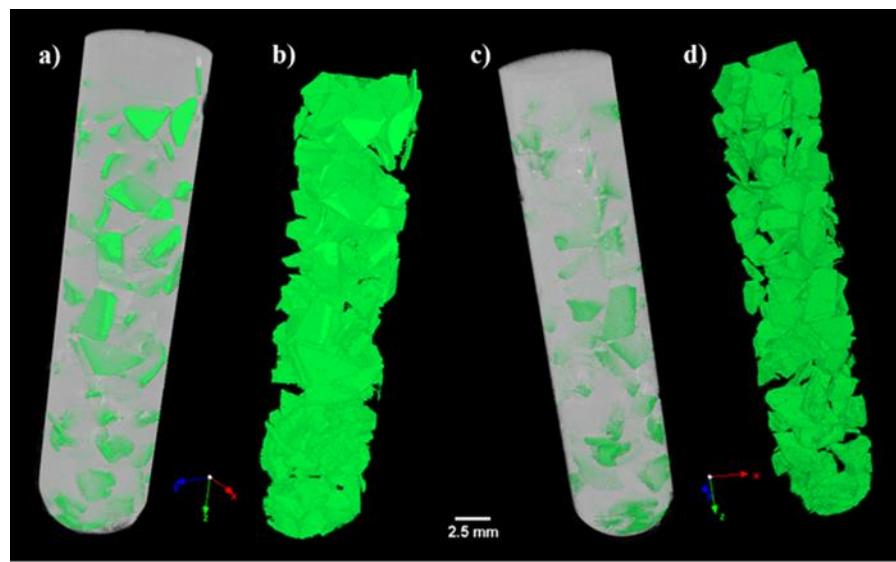


Figura 21 – itens a) e c) modelos 3D do plástico 2 mm maior densidade; itens b) e d) fragmentos plásticos destacados.

5.2 AMOSTRAS DE 0,18 MM A 0,71 MM

A Figura 22 mostra a distribuição dos fragmentos de MPs no *phantom* de 0,71 mm. Esta figura mostra os diferentes formatos (redondas, retangulares, triangulares, espirais, fibras) dos fragmentos dos MPs indicados pelos círculos amarelos na figura. A geometria dos fragmentos é relevante à medida que dependendo do formato os MPs podem comportar-se de maneira diferente no ambiente e mover-se de formas distintas. Assim, por exemplo, esferas redondas podem afundar no oceano, enquanto fibras podem flutuar e ser transportadas por longas distâncias pelas correntes de água (SEMENSATTO, 2022; TU, 2020).

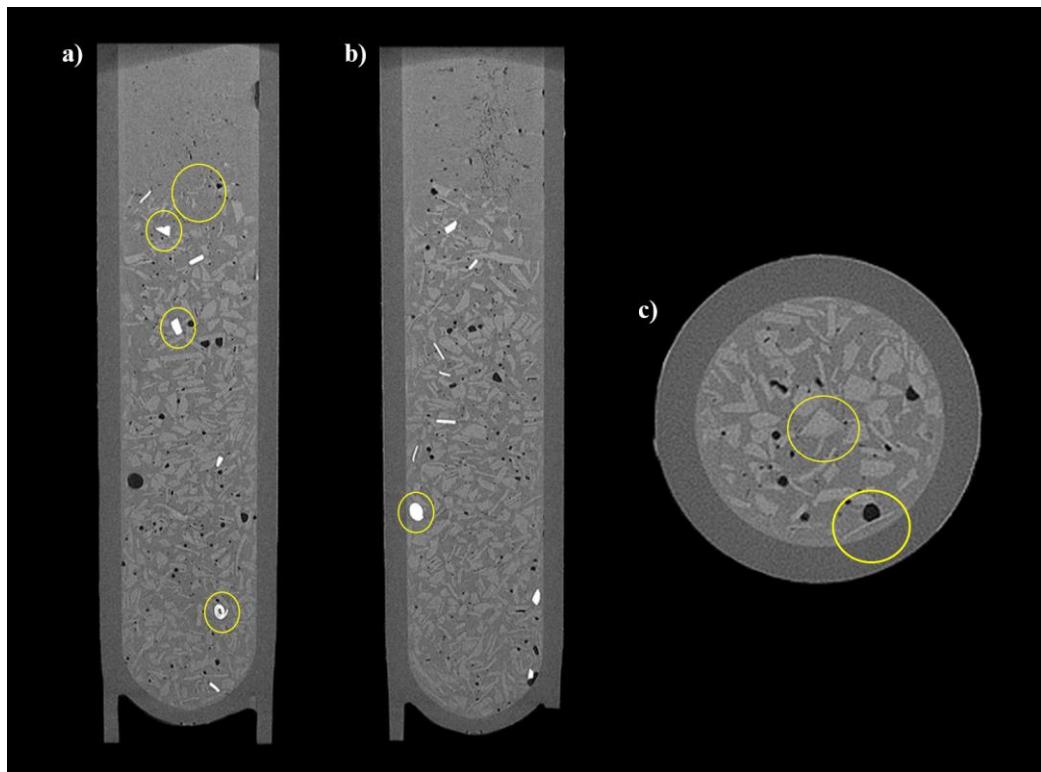


Figura 22- Seções transversais da amostra de 0,71 mm mostrando a distribuição de fragmentos de MPs: (a) corte coronal, (b) seção sagital e (c) seção axial. Os círculos amarelos destacam as diferentes formas dos fragmentos.

Através do *software* CTAn, os resultados quantitativos foram obtidos e foram apresentados na Tabela 3. O volume deslocado é o volume real dos fragmentos medido através do fenômeno físico do empuxo. O Volume CTAn é o volume total de

fragmentos medido através do CTAn após a etapa de processamento de imagem. O erro relativo é a incerteza entre o volume real e o volume medido através do CTAn.

Tabela 3 - Resultados de todas as cinco amostras da análise 2.

Tamanho (mm)	Volume Inserido (mm ³)	Massa (g)	Densidade (g/cm ³)	Volume CTAn (mm ³)	Erro Relativo (%)	Nº de Fragments
0,18	550	0,89	1,62	459	16,55	29882
0,25	700	0,98	1,40	685	2,14	10138
0,35	700	1,00	1,43	562	19,71	10980
0,50	500	0,69	1,38	448	10,40	2410
0,71	800	1,00	1,25	648	19,00	2100

A quantidade total de fragmentos é o número de partículas individuais determinado através do processamento de imagem. Para todas as amostras, o erro relativo do volume medido pelo *software* CTAn ficou abaixo de 20% em relação ao volume real. Considerando que a densidade do gelo é em torno de 0,9 g/cm³, e todas as amostras têm densidades acima disso, um bom contraste padrão pode ser observado nas imagens da microCT, e a análise quantitativa representou resultados satisfatórios. O número de fragmentos de MP é importante ser quantificado, pois quanto mais fragmentados forem, maior será o potencial de hospedar biofilmes em sua superfície, bem como de transportar outros poluentes (SEMENSATTO, 2022; TU, 2020). No entanto, para entender melhor os impactos ambientais causados pelas MPs, é importante considerar não apenas o número de fragmentos, mas também seu tamanho, volume e massa (SEMENSATTO, 2022; ZHANG, 2018).

Cada uma dessas características tem implicações específicas para os ecossistemas aquáticos e terrestres. MPs menores têm uma área de superfície maior em relação ao seu volume, o que pode aumentar sua capacidade de adsorver poluentes químicos da água. Isso pode resultar em uma maior concentração de poluentes nos MPs, tornando-os veículos potenciais para a transferência de substâncias químicas tóxicas

através dos ecossistemas. MPs de diferentes tamanhos podem ser transportados de maneiras distintas nos ambientes aquáticos. Partículas menores podem ser dispersas mais facilmente pela água, enquanto partículas maiores podem sedimentar mais rapidamente. Isso influencia a distribuição espacial dos MPs nos ecossistemas. Os MPs menores podem ser mais persistentes no ambiente devido a uma degradação mais lenta e podem ser ingeridos por pequenos organismos filtradores, como zooplâncton e pequenos peixes. E como dito anteriormente, a ingestão de MPs pelos organismos pode ter consequências para toda a cadeia alimentar (WANG, 2021).

As Figuras 23 e 24 mostram os modelos 3D para as amostras de 0,71 e 0,18 mm respectivamente, destacando os fragmentos de MPs em vermelho. A Figura 25 apresenta um modelo 3D apenas com os fragmentos quantificados em cada uma das amostras.

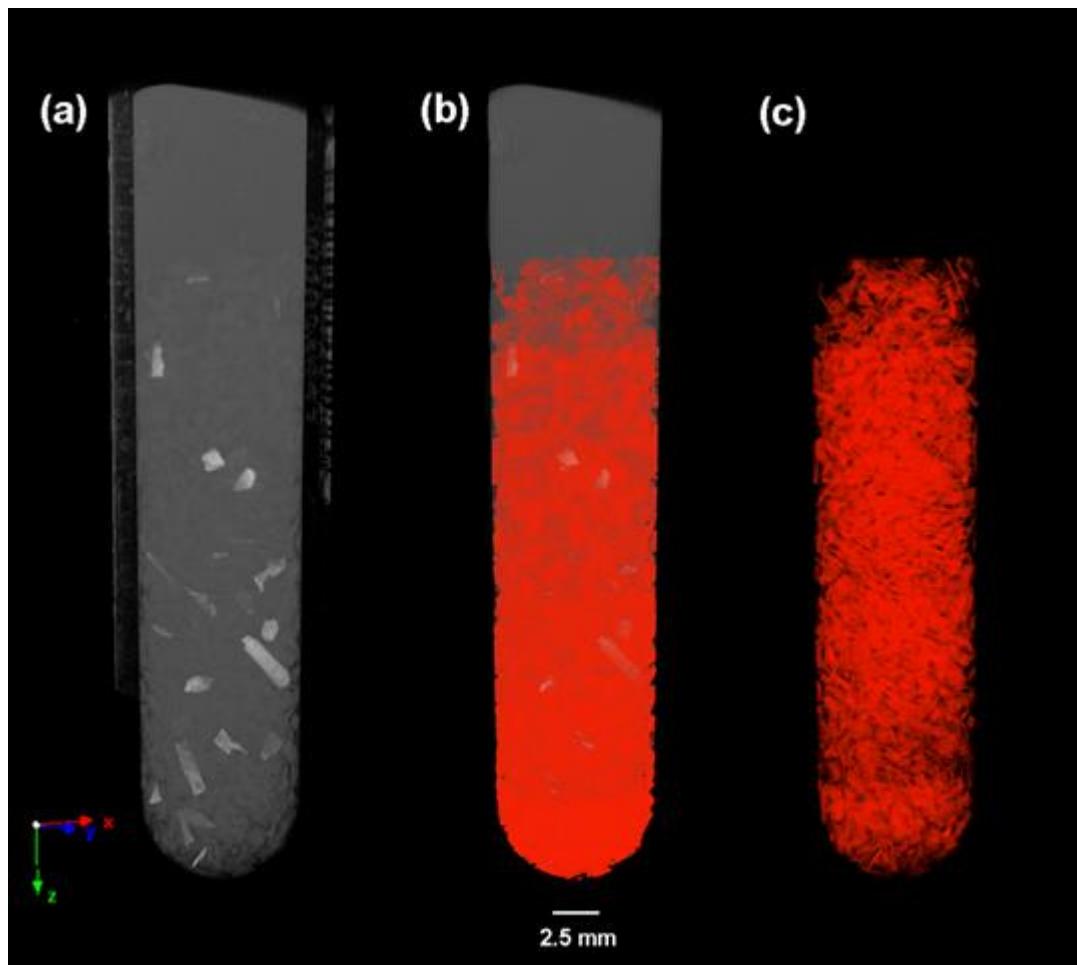


Figura 23 – a) Modelo 3D da amostra 0,71 mm; b) Modelo 3D da amostra 0,71 mm com os fragmentos destacados em vermelho e c) Somente os fragmentos plásticos 0,71 mm.

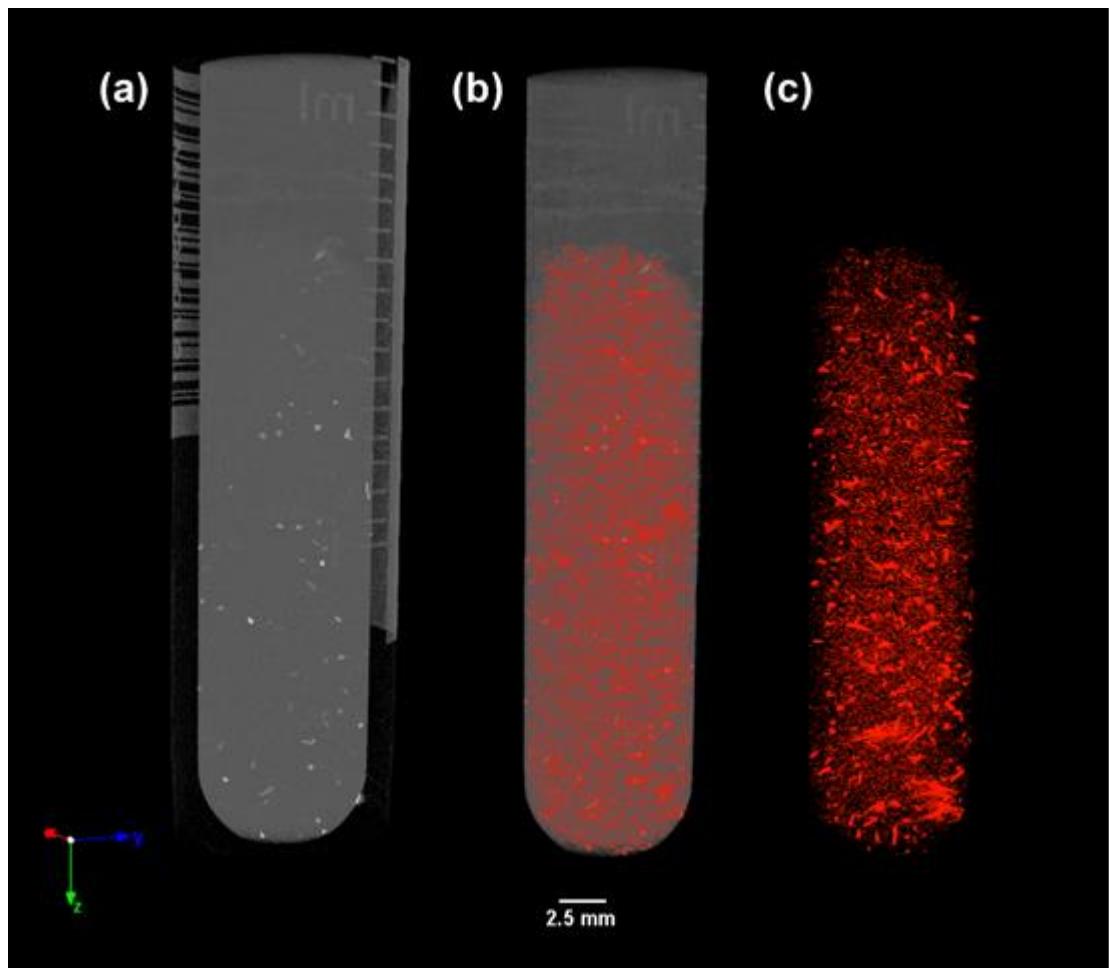


Figura 24 – a) Modelo 3D da amostra 0,18 mm; b) Modelo 3D da amostra 0,18 mm com os fragmentos destacados em vermelho e c) Somente os fragmentos plásticos 0,18 mm.

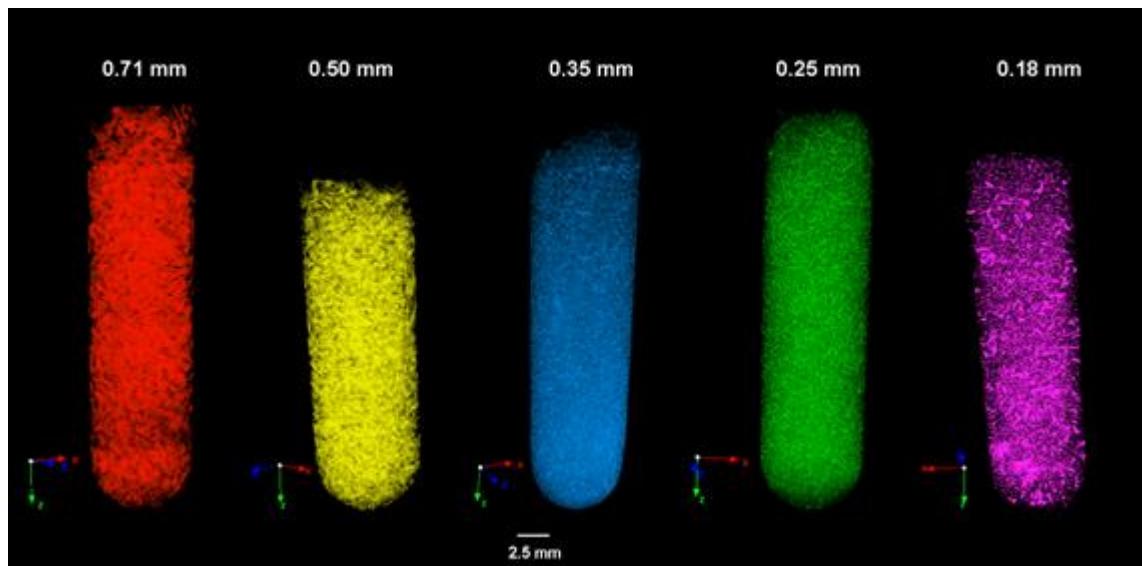


Figura 25- Modelos 3D para as amostras 0,71 mm; 0,50 mm; 0,35 mm; 0,25 mm e 0,18 mm.

6. CONCLUSÕES

O presente estudo evidenciou a utilização da técnica microCT, fazendo uso de uma metodologia desenvolvida em laboratório, para a quantificação de fragmentos de MP em meio aquoso. O impacto dos MPs no ambiente é um problema significativo e que requer ação imediata. É necessário um trabalho coletivo para reduzir o uso de plásticos e descartar adequadamente os resíduos de forma a proteger os oceanos e os seres vivos que deles dependem.

Apesar da técnica microCT sempre apresentar uma limitação devido à resolução em contraste, os resultados obtidos a evidenciaram como uma ferramenta adequada e capaz de auxiliar na verificação da contaminação de meios aquosos por MPs, utilizando a metodologia proposta.

Os resultados forneceram uma visão tridimensional dos fragmentos plásticos, a utilização de fragmentos de mesma densidade nas amostras pode melhorar os resultados obtidos para quantificar fragmentos plásticos presentes em meio aquoso. Ainda assim, foi demonstrado que amostras com densidades mais baixas fornecem resultados muito menos satisfatórios, pois a substância apresenta menor contraste com o gelo na microCT devido à densidade semelhante de ambas.

Essa técnica não destrutiva permitiu mostrar as estruturas dos microplásticos e distribuição, com a vantagem de não precisar, necessariamente, de uma preparação complexa. Ainda, possibilitou obter, o número de fragmentos plásticos e o volume destes por amostra. Foi possível verificar também as diversas geometrias e formato desses MPs.

A avaliação completa dos impactos ambientais dos MPs requer uma compreensão abrangente de suas características físicas, além de considerações sobre a interação com organismos, ecossistemas e processos ambientais. Portanto, estudar não apenas o número, mas também o tamanho, volume e massa dos MPs é essencial para uma análise mais precisa e completa dos efeitos desses poluentes no meio ambiente.

Assim, com esse estudo, espera-se ter contribuído para que futuramente os pesquisadores possam contar com a padronização de técnicas e metodologias que permitam realizar comparações mais efetivas entre as pesquisas com microplásticos no

mundo, resultando na tão necessária diminuição do impacto dessa substância no meio ambiente e nos seres vivos.

SUGESTÕES

Como sugestão para trabalhos futuros pode-se citar:

- Utilizar a metodologia proposta para estudar os sedimentos existentes no fundo de lagoas, mares e rios.
- Determinar uma metodologia capaz de quantificar a contaminação de areias dos leitos dos rios ou praias, por microplástico.
- Aplicar esta metodologia em amostras colhidas diretamente do meio ambiente já que este estudo utilizou uma metodologia desenvolvida inteiramente em laboratório.

REFERÊNCIAS

ABIPET- *Associação Brasileira da Indústria do PET – 10º Censo* (2015), disponível em <file:///C:/Users/renat/Downloads/D%C3%A9cimo%20Censo%20da%20Reciclagem%20de%20PETno%20Brasil.pdf>, acesso em 19/08/2019.

ABIPET- *Associação Brasileira da Indústria do PET- Benefícios da Reciclagem de PET* (2019) disponível em <http://www.abipet.org.br/index.html>, acesso em 19/08/2019.

ALVES, H.; LIMA, I.; DE ASSIS, J. T., et al, 2015, “Mineralogy evaluation and segmentation using dual-energy microtomography”. *X-Ray Spectrometry*, v. 44, pp. 99-104.

ALVES, H.; LIMA, I.; LOPES, R.T., 2014, “Methodology for attainment of density and effective atomic number through dual energy technique using microtomographic images”. *Applied Radiation and Isotopes*, v. 89, pp. 6-12.

AMBROSE, J., 1973, “Computerized transverse axial scanning (tomography). 2. Clinical application”. *Brazilian Journal of Radiology*, v. 46, n. 552, pp. 1023.

ANDRADY, A., 2011, “Microplastics in the marine environment”. *Marine Pollution Bulletin*, v.62, n.8, pp.1596-1605, <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2011.05.030>

ARAÚJO, O.M.O.; SHARMA, K.V.; MACHADO, A.S., et al, 2018. “Representative elementary volume in limestone sample”. *Journal of Instrumentation*, v. 13, pp. C10003-C10003.

ARAÚJO, O. M. O., MACHADO, A. S., MACHADO, A. C., TELES, A. P., SANTOS, T. M. P., LOPES, R. T., 2016, "Espectro de raios X simulados para sistemas de radiografia e tomografia.", *XXXIV - Congresso Nacional de Ensaios Não Destrutivos e Inspeção*.

ARAÚJO, O. M. O., BASTOS, J. S., MACHADO, A., SANTOS, T., FERREIRA, C., CLARO, A. P. A., LOPES, R. T., 2018, "MicroCT parameters for multimaterial elements assessment." *Journal of Physics: Conference Series*, 975, 012053.

BISWAL, B, et al., 2023, “Chapter 3 -Microplastics in aquatic and atmospheric environments: Recent advancements and future perspectives”. *Emerging Aquatic Contaminants*, pp. 49-84, <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-96002-1.00008-0>.

BONSE, U., 2006, “Developments in X-ray tomography”. *V. Bellingham: SPIE*.

BRUKER MicroCT, 2017, “MicroCT 3D registration after tooth canal procedure: removed volume, drill debris and touched untouched surface”. *Method not MN110*.

BUSHBERG, J. T., SEIBERT, J. A., LEIDHOLDT, E. M. JR., BOONE, J. M., 2002, “The Essential Physics Medical Imaging”. 2ed. *Philadelphia, Lippincott Williams and Wilkins*.

BUZUG, T. M., 2008, “Computed Tomography from Photon Statistics to Modern Cone-Beam CT”. *Springer-Verlag Berlin Heidelberg*.

CAMPOS, P. et al., 2019, “Maternal bisphenol A exposure disrupts spermatogenesis in adult rat offspring”. *Journal of Toxicology and Environmental Health*. 12 fev.19.

CANEVAROLO JR., 2002, Sebastião V. “Ciência dos Polímeros: Um texto básico para tecnólogos e engenheiros”. 2.ed. São Paulo: *Artliber Editora*.

CHOI, H., JEONG, J., 2020, “Despeckling Algorithm for Removing Speckle Noise from Ultrasound Images” *Symmetry*, v.12, pp. 938

CIERNIAK, R., 2011, “X-ray computed tomography in biomedical engineering”. 2ed. London: *Springer*.

CNUDDE, V., BOONE, M. N., 2013, “High-resolution X-ray computed tomography in geosciences: A review of the current technology and applications”, *Earth-Science Reviews*, v.123, pp. 1 – 17.

COMARK, A. M., 1963, “Representation of a Function by Its Line Integrals, with Some Radiological Applications”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 34.

DE ORTE, M. et al., 2019, “Response of bleached and symbiotic sea anemones to plastic microfiber exposure”. *Environmental Pollution*. 6 mar.19

DIN 66165-1:2016, “Particle Size Analysis – Sieving Analysis – Part 1: Fundamentals”, *DIN Deutsches Institut für Normung E. V., German Institute for Standardization*, Berlin 2016

DW, 2022, “Uso de plástico pode quase triplicar até 2060, diz relatório”, *Natureza e meio ambiente/ Global*, 03/06/2022, disponível em <https://www.dw.com/pt-br/uso-de-pl%C3%A1stico-pode-quase-triplicar-at%C3%A9-2060-diz-relat%C3%B3rio/a-62026505#:~:text=Cerca%20de%20460%20milh%C3%83es%20de,consumidores%20globais%20de%20pl%C3%A1stico%20atualmente>, acesso em 15/11/2023.

- FELDKAMP, L. A., DAVIS, L. C., KRESS, W., 1984, "Pratical cone-beam algorithm.", *Journal Optical Society of America.*, v. 1, n. 6, pp. 612-619.
- FEYNMAN, R., LEIGHTON, R., SANDS, M., 2006, "The Feynman Lectures on Physics, def.", 2 ed., *California Institute of Technology, Basic Books.*
- GELHARDT, B. *et al*, 2021, "Granulometric distribution of metals in road-deposited sediments by using different sieving methods", *Environmental Advances*, v.5, 100094.
- GE SENSING & INSPECTION TECHNOLOGIES, 2017, "datos|x acquisition, Acquisition software for computed tomography", v. 2.5.0, *General Electric Company*.
- GE Sensing & Inspection Technologies, 2017, "datos|x reconstruction, CT data optimisation and reconstruction software", v. 2.5.0, *General Electric Company*.
- GONZALEZ, R.C., WOODS, R.E., 1992, "Digital Image Processing", *Addison-Wesley Publishing Company*, Inc.
- GONZALEZ, R. C., WOODS, R. E., 2000, "Processamento de imagens digitais", *Edgard Blucher*.
- GONZALEZ, R.C., WOODS, R.E., 2002, "Digital Image Processing", 2ed., *New Jersey, USA: Prentice Hall*.
- GONZALES, R., & WOODS, R. 2010. "Digital Images Processing". *Journal of Petroleum Science and Engineering*, v. 74, pp. 51-66.
- HALLIDAY, D. *et al.*, 2008, "Fundamentals of Physics", vol. 2, *John Wiley & Sons, Hoboken*.
- HANDBOOK, Bruker-microCT , "CT-Analyser", *Bruker*. 2013, 1.13
- HARPER, C. A.; PERRIE, E. M., 2003, "Plastics Materials and Process: A Concise Encyclopedia". *Hoboken: John Wiley & Sons*, Inc.
- HIDALGO-RUZ, V. *et al.*, 2012, "Microplastics in the Marine Environment: A Review of the Methods Used for Identification and Quantification". *Environmental Science & Technology*, v. 46, n. 6, pp. 3060-3075. DOI: 10.1021/es2031505

HORTON, A. A.; WALTON, A.; SPURGEON, D. J., *et al*, 2017, "Microplastics in Freshwater and Terrestrial Environments: Evaluating the Current Understanding to Identify the Knowledge Gaps and Future Research Priorities", *Science of The Total Environment*, v.586, pp.127–141.

HOUNSFIELD, G., 1973, "Computerized transverse axial scanning (tomography). Part I.

Description of a system". *British Journal of Radiology*, v. 46, pp. 1016.

HUANG, Z. *et al.*, 2020, "Both speckle reduction and contrast enhancement for optical coherence tomography via sequential optimization in the logarithmic domain based on a refined Retinex model", *Applied Optics* v. 59, pp. 11087.

JAMBECK, J.R., ANDRADY, A. *et al*, 2015, "Plastic waste inputs from land into the ocean", *Science*, v. 347, p. 768-771.

KALENDER, W. A., 2006, "X-ray computed tomography.", *Physics in Medicine & Biology*, v. 51, n. 13, pp 29-43.

KALENDER, W. A., HENDEE, W., 2011, "Computed tomography: Fundamentals, System Technology, Image Quality, Applications", 3 ed., *Erlangen, Publicis Publishing*.

KNOLL, G. F., 2000, "Radiation Detection and Measurement", 3 ed., *John Wiley & Sons*, Inc.

LANDIS, E. N., KEANE, D. T., 2010, "X-ray microtomography.", *Materials Characterization*, v. 61, pp. 1305-1316.

LIMA, I., 2006, "Caracterização de estruturas internas ósseas através das técnicas de microtomografia computadorizada tridimensional e fluorescência de raios X", *Tese de D.Sc.*, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

LÖDER, M., GERDTS, G., 2015, "Methodology Used for the Detection and Identification of Microplastics—A Critical Appraisal". *Marine Anthropogenic Litter*. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-319-16510-3_8

MACHADO, A. C.; LIMA, I.; LOPES, R.T., 2014. "Effect of 3d computed microtomography resolution on reservoir rocks". *Radiation Physics and Chemistry*, v. 95, p. 405-407.

MACHADO, A. S., 2015, “Caracterização geológica de rochas carbonáticas através da técnica de microtomografia computadorizada de raios X”. *D.Sc Tese, Programa de Engenharia Nuclear, UFRJ*, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

MACHADO, A. C., *et al.*, 2015, “Investigação 3D da distribuição de fibras de aço em concreto reforçado por microtomografia de raios X”, *Revista Ibracom de Estruturas e Materiais*, v. 8, pp. 714-720.

MACHADO, A. S., 2015, “X-ray microtomography characterization of carbonate microbialites from a hypersaline coastal lagoon in the Rio de Janeiro State-Brazil”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, v. 784, pp. 574-580.

MACHADO, A.S., MACHADO, A. C., TELES, A.P., ARAUJO, O. M. O., SANTOS, T. M. P., LIMA, I., LOPES, R.T., 2016, "Potenciais aplicações da técnica de microtomografia de computadorizada na industria.", *Revista Abende.*, v. 12, pp. 36-43.

MACHADO, A. C.; TELES, A. P.; PEPIN, A., *et al*, 2016, “Porous media investigation before and after hydrochloric acid injection on a pre-salt carbonate coquinas sample”. *Applied Radiation and Isotopes*, v. 110, pp. 160-163.

MACHADO, A. S., OLIVEIRA, D. F., FILHO, H. S. G., LATINI, R., BELLIDO, A. V. B., ASSIS, J. T., ANJOS, M. J., LOPES, R. T., 2017, "Archeological ceramic artifacts characterization through computed microtomography and X-ray fluorescence.", *X-ray Spectrometry.*, v. 46, pp. 427-434.

MARQUES, F. J. M. O., 2009, “Controlo de qualidade em tomografia computadorizada”. *M.Sc, Dissertação, Universidade de Lisboa*, Lisboa, Portugal.

MAYO, S., *et. al.*, 2010, “Micron-scale 3D imaging of wood and plant microstructure using high-resolution X-ray phase-contrast microtomography”, *Journal of Structural Biology*, v.171, pp. 82-188.

MERCOSUL/GMC/RES Nº 25/99, “Regulamento técnico Mercosul: Embalagens descartáveis de Poli (tereftalato de etileno) - PET - multicamada destinadas ao acondicionamento de bebidas não alcóolicas carbonatadas”.

MONTAGNER, C., 2018, “Microplásticos: Contaminantes de preocupação global no Antropoceno”. *Revista Virtual de Química*.

NATTERER, F., 2001. “The Mathematics of Computerized Tomography”. *Classics in Applied Mathematics*, Philadelphia: SIAM.

NETO, J., 2011, “A microtomografia computadorizada de raios X integrada à petrografia no estudo tridimensional de porosidade em rochas”. *Revista Brasileira de Geociências*, v. 41, pp. 498-508.

OECD (Organisation for Economic Co-operation and Development), “Global plastic waste set to almost triple by 2060”, 03/06/2022, disponível em

<https://www.oecd.org/environment/global-plastic-waste-set-to-almost-triple-by-2060.htm>

OLIVEIRA, D. F, 2010, “Desenvolvimento de sistema de inspeção por técnicas radiográficas na análise de perda de adesão em dutos compósitos”. *D.Sc, Tese, Programa de Engenharia Nuclear, UFRJ*, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

OLIVEIRA, M. F. S.; LIMA, I., et al, 2011. “Petrophysical analysis of limestone rocks by nuclear logging and 3D high-resolution X-ray computed microtomography”. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research. Section A, Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment (Print)*, v. 652, pp. 905-910.

OLIVEIRA, M. F. S.; LIMA, I.; BORGHI, L., et al, 2012. “X-ray microtomography application in pore space reservoir rock”. *Applied Radiation and Isotopes*, v. 1, pp. 1-5.

PELEGRINI, K., et al., 2023, “Microplastics Pollution: Identification, Distribution, and Characterization on the Southern Coast of Brazil”, Disponível em: <http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.4471752>, acesso em 10/10/23.

PINHEIRO, C.J.G., 2008, “Desenvolvimento de um algoritmo para quantificação de microestrutura em tomografia 3D de objetos complexos obtidas com radiação sincrotron”. *Tese de D.Sc., UFRJ/COPPE/Programa de Engenharia Nuclear - Rio de Janeiro, RJ, Brasil*.

PORTARIA N° 987, DE 08 DE DEZEMBRO 1998, *D.O.U. - Diário Oficial da União; Poder Executivo*, de 09 de dezembro de 1998.

RADON, J., 1917, “On determination of functions from their integral values along certain manifolds”. *IEEE Transactions on Magical Imaging*, v.5, n. 4, pp.170-176.

REIS NETO et al., 2011, “A microtomografia computadorizada de raios x integrada à petrografia no estudo tridimensional de porosidade em rochas”. *Revista Brasileira de Geociências*, v. 41, n. 3, pp. 498-508, disponível em

<https://www.scielo.br/j/bjgeo/a/SjwQc3gyFnmGjvRBssGNfbq/?lang=pt&format=pdf>, acesso em 02/10/2021.

REVISTA FAPESP, “A Ameaça dos Microplásticos”, edição 281, Jul/19, disponível em <file:///C:/Users/renat/OneDrive/Documentos/COPPE/Polímeros/revistapesquisa.fapesp.br-A%20ameaça%20dos%20microplásticos.pdf>; acesso em 10/08/2019.

ROCHA-SANTOS, T.; DUARTE, A., 2015, “A critical overview of the analytical approaches to the occurrence, the fate and the behavior of microplastics in the environment”, *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, v. 65, pp. 47-53.

RÖNTGEN, W. C., 1895, “On a New Kind of Rays.”, *Nature.*, v. 53, n. 1369, pp. 274-277.

SALES, E.S., BIANCO, L.C.B., NETO, J.C. Q.; CAMPOS, E. F., LOPES, R. T., 2008, “Tomografia Computadorizada na Análise de Dano em Arenitos Inconsolidados.”, *Avances em Análisis por Técnicas de Rayos X*, Arica., v. 14. pp. 305-312.

SAITO, T. 2021. “Spectrometric Analyses of Microplastics”. *Analytical Sciences*, v.37, pp. 927-928.

SALES, E., 2010, “Estudo da qualidade óssea através das técnicas de microtomografia e microfluorescência de raios X”, *Tese de D.Sc.*, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

SANTOS, T. M. P.; MACHADO, A. S.; ARAÚJO, O. M. O., *et al.*, 2018, “Evaluation of the influence of acquisition parameters of microtomography in image quality applied by carbonate rocks”, *Journal of Physics: Conference Series*, v. 975.

SANTOS, T. M. P.; MACHADO, A. S.; ARAÚJO, O.M.O., *et al*, 2018. “Optimization of image resolution parameters to characterize carbonate rocks through representative elementary volume analysis”, *Journal of Instrumentation*, v. 13, pp. C06001-C06001.

SEMENSATTO, D. *et al.*, 2022, “The importance of integrating morphological attributes of microplastics: a theoretical discussion to assess environmental impacts”. *Environmental Science and Pollution Research Intl.* <https://doi.org/10.1007/s11356-022-24567-4>

SHARMA, K. V.; ARAÚJO, O. M. O.; NICOLINI, J. V., *et al*, 2018. “Laser-induced alteration of microstructural and microscopic transport properties in porous materials: Experiment, modeling and analysis”. *Materials & Design*, v. 155, pp. 307-316.

TELES, A. P., 2016, “Aplicação da microtomografia computadorizada de Raios X por Dupla-Energia na caracterização de materiais porosos”. *D.Sc, Tese, Programa de Engenharia Nuclear, UFRJ*, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

TELES, A. P.; LIMA, I.; LOPES, R.T., 2016, “Rock porosity quantification by dual-energy X-ray computed microtomography”, *Micron*, v. 83, pp. 72-78.

TELES, A. P., 2016, “Aplicação da microtomografia computadorizada de Raios X por Dupla-Energia na caracterização de materiais porosos”, *Tese de D.Sc., UFRJ/COPPE/Programa de Engenharia Nuclear* - Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

TIMOUMI, A. *et al.*, 2023, “Comparison of methods to explore the morphology and granulometry of biological particles with complex shapes: Interpretation and limitations”, *Powder Technology*, v. 415, pp. 118067.

TSENG *et al.*, 2018, “Geometric characterization of soil structure through unconventional analytical tools. Soil and Tillage Research”, v. 181, pp. 37-45, disponível em <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167198718302666> , acesso em 01/05/2021.

TU, C., CHEN, T., ZHOU, Q. *et al*, 2020, “Biofilm formation and its influences on the properties of microplastics as affected by exposure time and depth in the seawater”, *Science of the Total Environment*, v. 734, pp. 139237.

TURRA, A. *et al.*, 2014, “Three-dimensional distribution of plastic pellets in sandy beaches: Shifting paradigms”. *Scientific Reports*.

VILAR, A. B.; DOS SANTOS, T. M. P.; MACHADO, A. S., *et al*, 2017, “X-ray microtomography system for small and light samples using a flat panel detector”. *Review of Scientific Instruments*, v. 88, pp. 105112.

WANG, X., BOLAN, N., TSANG, D. C. W., SARKAR, B., *et al*, 2021, “A review of microplastics aggregation in aquatic environment: Influence factors, analytical methods, and environmental implications”. *Journal of Hazardous Materials*, v.402, pp. 123496.

WANG, J., ZHAO, X., WU, A., TANG, Z., *et al*, 2021, “Aggregation and stability of sulfate-modified polystyrene nanoplastics in synthetic and natural waters”, *Environmental Pollution*, v. 268, pp.114240.

ZHANG, H. *et al.*, 2018, “Enhanced adsorption of oxytetracycline to weathered microplastic polystyrene: Kinetics, isotherms and influencing factors”, *Environmental Pollution*, v. 243, pp. 1550.

ANEXO I

Please cite this article as: F. P. Funcke, *et al.*, X- Ray Spectrometry (2023), DOI: 10.1002/xrs.3351

Received: 29 September 2022 | Revised: 30 March 2023 | Accepted: 3 April 2023
DOI: 10.1002/xrs.3351

RESEARCH ARTICLE

X-RAY
SPECTROMETRY WILEY

An analytical computed microtomography methodology for identification of microplastic fragments in aqueous media

R. P. Funcke  | O. M. O. de Araújo  | A. S. Machado  | D. F. Oliveira  | R. T. Lopes 

Nuclear Instrumentation Laboratory,
Federal University of Rio de Janeiro, Rio
de Janeiro, Brazil

Correspondence

R. T. Lopes, Nuclear Instrumentation
Laboratory, Federal University of Rio de
Janeiro, Rio de Janeiro, Brazil.
Email: rlopes@coppe.ufrj.br

Funding information

Coordination for the Improvement of the
Higher Education Personnel,
Grant/Award Number:
88887.476179/2020-00; Brazilian Council
of Science and Technological
Development

Abstract

The impact of microplastics (MPs) on the environment is a major concern that affects not only marine life but also the entire ecosystem. MPs are defined as tiny artificial polymer-based particles, measuring less than 5 mm in length. The impact of these compounds on human health concerns the metabolic alterations, reproductive disorders, neurological disorders, and hormone-dependent tumors. Due to the problems involved in the improper disposal of this material in nature (in beaches, rivers, lakes, ponds, and oceans), and also, all the risks of MPs both for the ecosystem and for all beings alive, it became extremely important to develop a methodology that makes it possible to quantify this material when present in aqueous media. Therefore, the aim of this study is to present a methodology developed in the laboratory to quantify MP fragments present in an aqueous media. For this, phantoms were developed with plastic fragments from 0.18 to 0.71 mm, in diameter, which were later analyzed using the computed microtomography technique (microCT). The microCT is a non-invasive imaging technique that uses X-rays to produce detailed 3D images of the internal structure of an object. The results showed a good contrast pattern, and the quantitative analysis represented satisfactory results for all samples, with relative error below 20%.

KEY WORDS

computed microtomography, contamination of aqueous media, microplastic fragments