



UNIVERSIDADE  
ESTADUAL DE LONDRINA

---

RODRIGO NAGATA

**DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES  
MICROESTRUTURAIS DE ESPUMAS INDUSTRIAIS DE SiC  
POR TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA E  
MICROTOMOGRÁFIA DE RAIOS-X**

RODRIGO NAGATA

**DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES  
MICROESTRUTURAIS DE ESPUMAS INDUSTRIAIS DE SiC  
POR TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA E  
MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS-X**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação, em Física, do Centro de Ciências Exatas da Universidade Estadual de Londrina, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Roberto Appoloni

Londrina  
2010

Catálogo Elaborado pela Divisão de Processos Técnicos da Biblioteca Central da  
Universidade Estadual de Londrina.

### **Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)**

N147d Nagata, Rodrigo.

Determinação das propriedades microestruturais de espumas industriais de SiC por transmissão de raios gama e microtomografia de raios - X / Rodrigo Nagata. Londrina, 2010 145 f. :il.

Orientador: Carlos Roberto Appoloni.

Dissertação (Mestrado em Física) – Universidade Estadual de Londrina, Centro de Ciências Exatas, Programa de Pós - Graduação em Física, 2010.

Inclui bibliografia.

1. Física nuclear – Teses. 2. Técnicas e aplicação nuclear – Teses. 3. Raio gama – Aplicações industriais – Teses. 4. Espumas cerâmicas – Teses. I. Appoloni, Carlos Roberto. II. Universidade Estadual de Londrina. Centro de Ciências Exatas. Programa de Pós - Graduação em Física. III. Título.

CDU 539.146

RODRIGO NAGATA

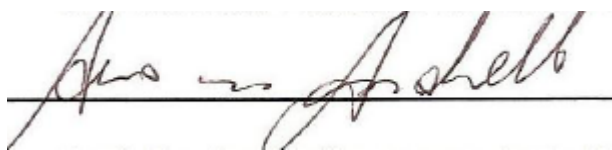
**DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES MICROESTRUTURAIS DE  
ESPUMAS INDUSTRIAIS DE SiC POR TRANSMISSÃO DE RAIOS  
GAMA E MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS-X**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação, em Física, do Centro de Ciências Exatas da Universidade Estadual de Londrina, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre.

**BANCA EXAMINADORA**



Prof. Dr. Carlos Roberto Appoloni  
UEL – Londrina – PR



Prof. Dr. Avacir Casanova Andrello  
UEL – Londrina – PR



Prof. Dr. Celso Peres Fernandes  
UFSC – Santa Catarina – SC

Londrina 25 de fevereiro de 2010

Aos meus pais, Carlos e Amélia

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus, por todas as graças que me foram concedidas até o momento;

Aos meus pais, Carlos e Amélia, por todos os sacrifícios que fizeram e que permitiram eu chegasse até esta fase de minha vida;

A todos os familiares que sempre me apoiaram e incentivaram;

Ao Professor Doutor Carlos Roberto Appoloni, pela orientação neste trabalho;

Aos professores doutores Avacir Casanova Andrello, Celso Peres Fernandes e Marcos de Castro Falleiros, pela participação em minhas bancas de defesa e/ou qualificação;

Aos amigos Jaquiel Salvi Fernandes, Leonardo Carmezini Marques e Antônio Marcos Clemente de Moraes, pela colaboração que foi essencial para a realização deste trabalho;

Aos amigos Antonio Carlos Patrocínio Júnior, Emerson Mário Boldo, Isaias Venâncio da Luz Filho e Tiago Dutra Galvão, pelo companheirismo durante o período deste Mestrado;

Aos alunos de pós-graduação em Física da Universidade Estadual de Londrina, pelo ótimo convívio no período de realização deste mestrado;

A todos os membros do Laboratório de Física Nuclear Aplicada e do Departamento de Física da Universidade Estadual de Londrina, pela ótima convivência e amizade;

A todos que passaram pelo “pensionato da Dona Rosa”, por toda a amizade;

Aos amigos Gustavo Machado Monteiro, Clodoaldo Tavares Santana de Oliveira e Izabel do Nascimento, pelo apoio e amizade;

À CAPES, pelo apoio financeiro que permitiu a realização deste trabalho.

Ao CENPES/PETROBRÁS, pelo suporte técnico que permitiu a realização deste trabalho.

*I was born not knowing  
and have had only a little  
time to change that here  
and there.*

(RICHARD P. FEYNMAN)

NAGATA, Rodrigo. **Determinação das propriedades microestruturais de espumas industriais de SiC por transmissão de raios gama e microtomografia de raios-X.** 145 f. 2010. Dissertação (Mestrado em Física) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina.

## RESUMO

Espumas cerâmicas são amplamente utilizadas nas indústrias siderúrgica e aeroespacial. O conhecimento da estrutura interna desse material é extremamente importante para que seu uso seja realizado de forma adequada. Neste trabalho a estrutura interna de espumas industriais de carbetos de silício de densidades de poros de 30 ppi, 45 ppi, 60 ppi, 80 ppi e 100 ppi foram analisadas através das técnicas de transmissão de raios gama e microtomografia de raios-X. Essas técnicas têm a vantagem de não perturbar as amostras, permitindo que medidas posteriores sejam realizadas. O aparato de transmissão de raios gama utilizado é composto por uma fonte  $^{241}\text{Am}$  (cujo pico de energia utilizado foi de 59,54 keV) com atividade de 100 mCi, uma mesa micrométrica de movimentação horizontal e vertical e um detector de iodeto de sódio dopado com tálio (NaI(Tl)). As medidas microtomográficas, realizadas em duas resoluções diferentes (24,8  $\mu\text{m}$  and 2,5  $\mu\text{m}$ ), foram feitas com o microtomógrafo Skyscan 1172. Através da técnica de transmissão de raios gama os perfis de porosidade dentro da amostra foram medidos e foi determinada a porosidade total da mesma. As imagens obtidas pela técnica de microtomografia de raios-X permitiram avaliar a influência do limiar de binarização nos resultados de porosidade total das amostras. Também foram determinadas a porosidade total das amostras e as distribuições de tamanhos de poros e de tamanhos das paredes das células. Os resultados mostraram boa concordância com a literatura. Os valores obtidos também foram comparados entre as duas resoluções espaciais empregadas e mostraram a importância da resolução para a determinação dos parâmetros estruturais.

**Palavras-chave:** Microtomografia de raios-X. Transmissão de raios gama. Espumas cerâmicas. Porosidade total.

NAGATA, Rodrigo. **Determination of microstructural properties of SiC industrial foams by gamma-ray attenuation and X-rays microtomography.** 145 f. 2010. Dissertation (Masters in Physics) – State University of Londrina, Londrina.

## ABSTRACT

Ceramic foams are widely used in metallurgical and aerospace industries. The knowledge of this material's internal structure is very important for its appropriate use. This research examines the internal structure of silicon carbide industrial foams with pore densities of 30 ppi, 45 ppi, 60 ppi, 80 ppi and 100 ppi by gamma-ray transmission and X-ray microtomography techniques. These techniques have the advantage of not disturbing the sample, thereby allowing new measurements to be performed. The gamma-rays transmission apparatus used for the research is composed of a  $^{241}\text{Am}$  radiation source (whose used energy peak is 59,54 keV) with 100 mCi activity, a table with micrometric horizontal and vertical movement and a NaI(Tl) detector. The microtomographic measurements, performed on two different resolutions (24,  $8\ \mu\text{m}$  and  $2,5\ \mu\text{m}$ ), were carried out with a Skyscan 1172 microtomograph. Through the gamma-rays transmission technique, the profiles of samples' porosity was plotted and the samples' total porosity were determined. The images obtained by X-ray microtomography technique allowed for the evaluation of the influence of the binarization threshold in the samples' total porosity results. The samples' total porosity, pore size distribution, and cell thickness distribution was determined, too. The results were in good agreement with the literature. The obtained results of the two spatial resolutions used were compared, as well. These showed the importance of the resolution for the determination of structural parameters.

**Keywords:** X-rays microtomography. Gamma-rays transmission. Ceramic foams. Total porosity.

## LISTA DE FIGURA

<b>Figura 1</b> – Emissão de raios-X da linha K. ....	26
<b>Figura 2</b> – Diagrama exemplificando a desexcitação gama .....	27
<b>Figura 3</b> – Fóton sofrendo espalhamento Rayleigh .....	30
<b>Figura 4</b> – Fóton sofrendo espalhamento Thomson .....	31
<b>Figura 5</b> – Elétron sendo ejetado depois de absorver o fóton incidente .....	32
<b>Figura 6</b> – Fóton sofrendo espalhamento Compton e ejetando um elétron.....	34
<b>Figura 7</b> – Coeficiente de atenuação linear do Pb em função da energia do fóton. Adaptado de (Kaplan, 1972).....	37
<b>Figura 8</b> – Mapeamento dos coeficientes de atenuação linear.....	39
<b>Figura 9</b> – Realização de medidas com um tomógrafo de primeira geração.....	41
<b>Figura 10</b> – Tomógrafo de segunda geração.....	42
<b>Figura 11</b> – Tomógrafo de terceira geração.....	42
<b>Figura 12</b> – Tomógrafo de quarta geração .....	43
<b>Figura 13</b> – Arranjo microtomográfico.....	44
<b>Figura 14</b> – Elementos estruturantes das métricas $d_4, d_8$ e $d_3 - 4$ . Extraída de (Imago - Manual Científico, 2002) .....	46
<b>Figura 15</b> – Imagem original (A) que sofre um processo de erosão resultando em (B). A Imagem (B) sofre um processo de dilatação resultando em (C). Extraída de (Imago - Manual Científico, 2002).....	47
<b>Figura 16</b> – Projeções formadas por raios paralelos e tomadas em ângulos diferentes. Extraída de KaK & Slaney (1999).....	49
<b>Figura 17</b> – Arranjo tomográfico com feixes incidindo com mesmo ângulo e espaçamentos iguais em detectores formando semicírculo. Extraída de KaK & Slaney (1999). ....	50
<b>Figura 18</b> – Arranjo tomográfico com feixes incidindo como mesmo ângulo e espaçamentos diferentes em detectores formando um plano. Adaptada de KaK & Slaney (1999). ....	51

<b>Figura 19</b> – Transformação de coordenadas cartesianas para coordenadas polares. Adaptada de KaK & Slaney (1999).....	52
<b>Figura 20</b> – Novos parâmetros a serem utilizados no algoritmo de reconstrução. Extraída de KaK & Slaney (1999). .....	52
<b>Figura 21</b> – Amostras utilizadas nas medidas de transmissão de raios gama.....	54
<b>Figura 22</b> – Amostras utilizadas nas medidas de microtomografia de raios-X. ....	55
<b>Figura 23</b> – Mesa micrométrica. Extraída de Moreira (2006).....	56
<b>Figura 24</b> – Espectro visualizado através do MCS-Plus .....	57
<b>Figura 25</b> – Tela de aquisição do software Samara.....	58
<b>Figura 26</b> – Níveis de energia do <sup>237</sup> Np. Extraído de (Firestone, 1999). ....	59
<b>Figura 27</b> – Detector cintilador.....	60
<b>Figura 28</b> – Microtomógrafo Skyscan 1172, com suporte para amostra em detalhe. Extraída de Moreira (2006). ....	62
<b>Figura 29</b> – Tela inicial do software NRecon .....	63
<b>Figura 30</b> – Imagem colorida (a) em tons de cinza (b). Extraída de (Imago - Manual Científico, 2002).....	64
<b>Figura 31</b> – Seleção de uma região de interesse (esquerda) e imagem recortada (direita) .....	65
<b>Figura 32</b> – Histograma de níveis de cinza. Extraído de (Imago - Manual Científico, 2002).....	66
<b>Figura 33</b> – Distribuição dos pontos na amostra.....	69
<b>Figura 34</b> – Perfil de porosidade na amostra 30 ppi A2.....	71
<b>Figura 35</b> – Perfil de porosidade na amostra 30 ppi A3.....	71
<b>Figura 36</b> – Perfil de porosidade na amostra 45 ppi B3.....	72
<b>Figura 37</b> – Perfil de porosidade na amostra 45 ppi B2.....	73
<b>Figura 38</b> – Perfil de porosidade na amostra 60 ppi C1.....	73
<b>Figura 39</b> – Perfil de porosidade na amostra 60 ppi C2.....	74
<b>Figura 40</b> – Perfil de porosidade na amostra 60 ppi C3.....	74
<b>Figura 41</b> – Perfil de porosidade na amostra 80 ppi D3.....	75
<b>Figura 42</b> – Perfil de porosidade na amostra 100 ppi E1 .....	75
<b>Figura 43</b> – Perfil de porosidade na amostra 100 ppi E2.....	76
<b>Figura 44</b> – Perfil de porosidade na amostra 80 ppi D1.....	76

<b>Figura 45</b> – Perfil de porosidade na amostra 80 ppi D2.....	77
<b>Figura 46</b> – Perfil de porosidade na amostra 100 ppi E3.....	77
<b>Figura 47</b> – Projeções tomadas com tensão de 50 kV (a), 60 kV (b) e 70 kV (c) para a amostra de 60 ppi na resolução de 2,5 $\mu m$ .....	81
<b>Figura 48</b> – Tubo de vidro preenchido com fio de nylon. Extraída de Marques (2005). .....	82
<b>Figura 49</b> – Perfil de porosidade das linhas de nylon. ....	83
<b>Figura 50</b> – Distribuição de tamanhos dos raios dos fios de nylon. ....	83
<b>Figura 51</b> – Porosidade em função do limiar para a amostra de 30 ppi.....	85
<b>Figura 52</b> – Porosidade em função do limiar para a amostra de 45 ppi.....	85
<b>Figura 53</b> – Porosidade em função do limiar para a amostra de 60 ppi.....	86
<b>Figura 54</b> – Porosidade em função do limiar para a amostra de 80 ppi.....	86
<b>Figura 55</b> – Porosidade em função do limiar para a amostra de 100 ppi.....	87
<b>Figura 56</b> – Ajuste linear para a amostra 30 ppi .....	88
<b>Figura 57</b> – Ajuste linear para a amostra 45 ppi .....	88
<b>Figura 58</b> – Ajuste linear para a amostra 60 ppi .....	89
<b>Figura 59</b> – Ajuste linear para a amostra 80 ppi .....	89
<b>Figura 60</b> – Ajuste linear para a amostra 100 ppi .....	90
<b>Figura 61</b> – Comparação entre a imagem original (a) e as imagens binarizadas com limiar 104 (b), 35 (c) e 175 (d) da amostra 30 ppi.....	91
<b>Figura 62</b> – Comparação entre a imagem original (a) e as imagens binarizadas com limiar 104 (b), 85 (c) e 125 (d) da amostra 45 ppi.....	92
<b>Figura 63</b> – Comparação entre a imagem original (a) e as imagens binarizadas com limiar 74 (b), 50 (c) e 105 (d) da amostra 60 ppi.....	93
<b>Figura 64</b> – Comparação entre a imagem original (a) e as imagens binarizadas com limiar 63 (b), 55 (c) e 70 (d) da amostra 80 ppi.....	94
<b>Figura 65</b> – Comparação entre a imagem original (a) e as imagens binarizadas com limiar 64 (b), 55 (c) e 70 (d) da amostra 100 ppi.....	95

<b>Figura 66</b> – Perfil de porosidade para a amostra de 30 ppi .....	96
<b>Figura 67</b> – Perfil de porosidade para a amostra de 45 ppi .....	97
<b>Figura 68</b> – Perfil de porosidade para a amostra de 60 ppi .....	97
<b>Figura 69</b> – Perfil de porosidade para a amostra de 80 ppi .....	98
<b>Figura 70</b> – Perfil de porosidade para a amostra de 100 ppi .....	98
<b>Figura 71</b> – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra 30 ppi.....	101
<b>Figura 72</b> – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra 45 ppi.....	102
<b>Figura 73</b> – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra 60 ppi.....	102
<b>Figura 74</b> – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra 80 ppi.....	103
<b>Figura 75</b> – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra 100 ppi.....	103
<b>Figura 76</b> – Distribuição de tamanhos de espessura das paredes das células para a amostra de 30 ppi.....	105
<b>Figura 77</b> – Distribuição de tamanhos de espessura das paredes das células para a amostra de 45 ppi.....	105
<b>Figura 78</b> – Distribuição de tamanhos de espessura das paredes das células para a amostra de 60 ppi.....	106
<b>Figura 79</b> – Distribuição de tamanhos de espessura das paredes das células para a amostra de 80 ppi.....	106
<b>Figura 80</b> – Distribuição de tamanhos de espessura das paredes das células para a amostra de 100 ppi.....	107
<b>Figura 81</b> – Porosidade em função do limiar para a amostra de 30 ppi.....	108
<b>Figura 82</b> – Ajuste linear para a amostra de 30 ppi .....	108
<b>Figura 83</b> – Porosidade em função do limiar para a amostra de 45 ppi.....	109
<b>Figura 84</b> – Ajuste linear para a amostra de 45 ppi .....	110
<b>Figura 85</b> – Porosidade em função do limiar para a amostra 60 ppi.....	111
<b>Figura 86</b> – Porosidade em função do limiar para a amostra 80 ppi.....	111
<b>Figura 87</b> – Porosidade em função do limiar para a amostra 100 ppi.....	112
<b>Figura 88</b> – Ajuste linear para a amostra 60 ppi .....	112
<b>Figura 89</b> – Ajuste linear para a amostra 80 ppi .....	113
<b>Figura 90</b> – Ajuste linear da amostra 100 ppi .....	113
<b>Figura 91</b> – Seção 751(a) da amostra 30 ppi binarizada com os limiares 64 (b), 5 (c) e 150 (d).....	114
<b>Figura 92</b> – Seção 198 (a) da amostra 45 ppi binarizada com os limiares 120 (b), 1 (c) e 250 (d).....	115

<b>Figura 93</b> – Seção 698 da amostra 60 ppi binarizada com os limiares 110 (b), 25 (c) e 195 (d).....	115
<b>Figura 94</b> – Seção 360 da amostra 80 ppi binarizada com os limiares 68 (b), 35 (c) e 95 (d).....	116
<b>Figura 95</b> – Seção 737 da amostra 100 ppi binarizada com os limiares 61 (b), 45 (c) e 80 (d).....	116
<b>Figura 96</b> – Perfil de porosidade para a amostra 30 ppi .....	117
<b>Figura 97</b> – Perfil de porosidade para a amostra 45 ppi .....	118
<b>Figura 98</b> – Perfil de porosidade para a amostra 60 ppi .....	118
<b>Figura 99</b> – Perfil de porosidade para a amostra 80 ppi .....	119
<b>Figura 100</b> – Perfil de porosidade para a amostra 100 ppi .....	119
<b>Figura 101</b> – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra de 30 ppi .....	121
<b>Figura 102</b> – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra de 45 ppi .....	122
<b>Figura 103</b> – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra de 60 ppi .....	122
<b>Figura 104</b> – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra de 80 ppi .....	123
<b>Figura 105</b> – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra de 100 ppi .....	124
<b>Figura 106</b> – Distribuição de tamanhos da espessura das paredes da amostra com 30 ppi .....	125
<b>Figura 107</b> – Distribuição de tamanhos da espessura das paredes da amostra com 45 ppi .....	125
<b>Figura 108</b> – Distribuição de tamanhos da espessura das paredes da amostra com 60 ppi .....	126
<b>Figura 109</b> – Distribuição de tamanhos da espessura das paredes da amostra com 80 ppi .....	126
<b>Figura 110</b> – Distribuição de tamanhos da espessura das paredes da amostra com 100 ppi .....	127
<b>Figura 111</b> – Distribuição de tamanhos nas resoluções 24,8 $\mu m$ (acima) e 2,5 $\mu m$ para a amostra 30 ppi.....	129
<b>Figura 112</b> – Distribuição de tamanhos nas resoluções 24,8 $\mu m$ (acima) e 2,5 $\mu m$ para a amostra 45 ppi.....	130
<b>Figura 113</b> – Distribuição de tamanhos nas resoluções 24,8 $\mu m$ (acima) e 2,5 $\mu m$ para a amostra 60 ppi.....	131

<b>Figura 114</b> – Distribuição de tamanhos nas resoluções 24,8 $\mu m$ (acima) e 2,5 $\mu m$ para a amostra 80 ppi.....	132
<b>Figura 115</b> – Distribuição de tamanhos nas resoluções 24,8 $\mu m$ (acima) e 2,5 $\mu m$ para a amostra 100 ppi.....	132
<b>Figura 116</b> – Distribuições de espessura das paredes nas resoluções de 24,8 $\mu m$ (acima) e 2,5 $\mu m$ (abaixo) para a amostra de 30 ppi.....	133
<b>Figura 117</b> – Distribuição de espessura das paredes nas resoluções de 24,8 $\mu m$ (acima) e 2,5 $\mu m$ (abaixo) para a amostra com 45 ppi.....	134
<b>Figura 118</b> – Distribuição de espessura das paredes nas resoluções de 24,8 $\mu m$ acima) e 2,5 $\mu m$ (abaixo) para a amostra de 60 ppi.....	134
<b>Figura 119</b> – Distribuição de espessura das paredes nas resoluções de 24,8 $\mu m$ (acima) e 2,5 $\mu m$ (abaixo) para a amostra de 80 ppi.....	135
<b>Figura 120</b> – Distribuição de espessura das paredes nas resoluções de 24,8 $\mu m$ (acima) e 2,5 $\mu m$ (abaixo) para a amostra de 100 ppi.....	135

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> – Características da radiação $\gamma^1$ .....	28
<b>Tabela 2</b> – Dimensões das amostras de SiC utilizadas nas medidas de micotomografia de raios-X.....	55
<b>Tabela 3</b> – Comparação de valores para os coeficientes de atenuação linear da água e do alumínio.....	68
<b>Tabela 4</b> – Comparações entre valores de porosidade em uma mesma amostra .....	78
<b>Tabela 5</b> – Porosidade total das amostras de SiC .....	79
<b>Tabela 6</b> – Parâmetros de aquisição das projeções.....	80
<b>Tabela 7</b> – Comparação de limiares para as amostras analisadas .....	90
<b>Tabela 8</b> – Diferenças entre o maior e menor valor de porosidade dentro de uma mesma amostra.....	99
<b>Tabela 9</b> – Porosidade total das amostras de SiC microtomografadas.....	100
<b>Tabela 10</b> – Limiares correspondentes aos limites do intervalo de confiança .....	114
<b>Tabela 11</b> – Comparação de valores de porosidade total .....	120
<b>Tabela 12</b> – Comparação dos valores de porosidade obtidos com diferentes resoluções .....	128
<b>Tabela 13</b> – Comparação de resultados de porosidade (%) .....	136
<b>Tabela 14</b> – Comparação de resultados de porosidade (%) para a amostra de 60 ppi.....	137
<b>Tabela 15</b> – Comparação de resultados de raios de tamanhos de poros ( $\mu m$ ) para a amostra de 60 ppi .....	137
<b>Tabela 16</b> – Comparação de porosidades e tamanhos de poros para as amostras de 45 ppi .....	138
<b>Tabela 17</b> – Comparação de porosidades, tamanhos de poros e espessuras de paredes.....	139

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	18
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	20
2.1 TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA .....	20
2.2 MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS-X .....	21
2.3 TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA E MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS-X. ....	23
<b>3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b> .....	25
3.1 RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA .....	25
3.1.1 Raios-X.....	25
3.1.2 Raios Gama .....	26
3.2 INTERAÇÃO DA RADIAÇÃO COM A MATÉRIA .....	28
3.2.1 Espalhamento Rayleigh.....	29
3.2.2 Espalhamento Thomson.....	30
3.2.3 Efeito Fotoelétrico .....	31
3.2.4 Efeito Compton.....	33
3.2.5 Formação de Pares.....	35
3.3 COEFICIENTE DE ATENUAÇÃO DE MASSA E LINEAR.....	36
3.4 TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA .....	37
3.5 TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA .....	38
3.5.1 Sistemas Tomográficos .....	40
3.5.2 Microtomografia de Raios-X .....	43
3.5.2.1 Caracterização geométrica .....	45
3.5.2.2 Algoritmos de reconstrução e formação de imagens .....	47
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	54
4.1 AMOSTRAS .....	54
4.2 SISTEMA DE MEDIDAS DE TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA .....	55
4.2.1 Mesa Micrométrica .....	56
4.2.1.1 Softwares de controle da mesa micrométrica .....	57
4.2.2 Fonte Radioativa de <sup>241</sup> Am .....	59
4.2.3 Detector de Iodeto de Sódio Dopado com Tálcio (NaI(Tl)).....	60

4.3	MICROTOMÓGRAFO SKYSCAN 1172.....	61
4.3.1	Software NRecon .....	62
4.4	OUTROS SOFTWARES UTILIZADOS .....	63
4.4.1	WinXCom .....	63
4.4.2	Imago .....	64
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>67</b>
5.1	TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA .....	67
5.1.1	Acurácia da Técnica .....	67
5.1.2	Perfis de Porosidade e Porosidade Total das Amostras de SiC.....	68
5.2	MICROTOMOGRÁFIA DE RAIOS-X .....	80
5.2.1	Avaliação do Método de Análise .....	82
5.2.2	Resolução de 24,8 .....	84
5.2.2.1	Limiar de binarização.....	84
5.2.2.2	Perfis de porosidade e porosidade total.....	95
5.2.2.3	Distribuição de tamanhos de poros .....	100
5.2.2.4	Distribuição de espessura das paredes das células .....	104
5.2.3	Resolução de 2,5 $\mu m$ .....	107
5.2.3.1	Limiar de binarização.....	107
5.2.3.2	Perfis de porosidade e porosidade total.....	117
5.2.3.3	Distribuição de tamanhos de poros .....	120
5.2.3.4	Distribuição de tamanhos da espessura das paredes das células .....	124
5.2.4	Comparação dos Resultados Obtidos com as Duas Resoluções .....	127
5.2.4.1	Porosidade total.....	127
5.2.4.2	Distribuição de tamanhos de poros .....	128
5.2.4.3	Distribuição de espessura das paredes .....	133
5.3	COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS COM A LITERATURA.....	136
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES .....</b>	<b>140</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>142</b>

## INTRODUÇÃO

Existe uma grande quantidade de materiais que possuem espaços vazios em suas estruturas. Esses materiais podem ser encontrados tanto na natureza (solos, rochas,...) quanto na indústria (materiais cerâmicos, espumas metálicas,...).

Eles podem ser classificados, de acordo com a quantidade de espaços vazios. O limiar que separa esses materiais em dois grupos é a uma faixa de porosidade que varia de 30% a 40%. Abaixo desse limiar os materiais são chamados porosos e acima são chamados celulares. O segundo grupo ainda pode ser subdividido em materiais de células fechadas e materiais de células abertas (Maire, et al., 2003).

O conhecimento da estrutura interna é de extrema importância para a utilização adequada de todos esses materiais.

Espumas cerâmicas são muito utilizadas na indústria siderúrgica para filtragem de metais líquidos e na indústria aeroespacial como componentes de foguetes. Os principais parâmetros estruturais que devem ser conhecidos dessas espumas são a porosidade, a distribuição de tamanho dos poros e a distribuição de tamanho das paredes das células.

Algumas técnicas convencionais de medida de porosidade, como porosimetria por intrusão de mercúrio, impossibilitam que uma mesma amostra seja medida mais de uma vez. Em contrapartida, existem técnicas nucleares não invasivas que permitem que a mesma amostra possa ser reavaliada tantas vezes quanto for necessário.

A transmissão de raios gama tem sido utilizada para a determinação da porosidade total de variados materiais (solos Oliveria et al., 1998; Appoloni & Pottker, 2004), espumas industriais (Moreira, 2006; Rodrigues, 2004) e arenitos sintéticos (Marques, 2008)), com ótimos resultados.

A microtomografia de raios-X tem sido utilizada para gerar imagens que permitem caracterizar a estrutura interna de ossos (Cooper, 2004), biomateriais (Trater, 2005) e rochas reservatório (Moreira, 2006), entre outros materiais.

Neste trabalho 13 amostras de espumas cerâmicas de carbeto de silício (SiC) com densidades de poros de 30, 45, 60, 80 e 100 poros por polegadas

(ppi), foram analisadas com a técnica de transmissão de raios gama para a determinação da porosidade total de cada uma delas.

Também foram analisadas cinco amostras de SiC, cada uma com uma densidade de poros diferente (30, 45, 60, 80 e 100 ppi), pela técnica de microtomografia de raios-X. As medidas foram realizadas em duas resoluções diferentes (2,5  $\mu m$  e 24,8  $\mu m$ ) com o objetivo de determinar os principais parâmetros estruturais e comparar os resultados obtidos para cada resolução.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA

A. L. Conner et al. (1970) mediu os coeficientes de atenuação de massa dos elementos Be, C, Mg, Al, S, Ti, Fe, Ni, Cu, Zn, Zr, Nb, Mo, Ag, Sn, La, Gd, Hf, W, Au, Pb, Th, U e Pu utilizando feixes de raios gama provenientes de fontes de  $^{109}\text{Cd}$  (88,09 keV),  $^{141}\text{Ce}$  (145,41 keV),  $^{177}\text{Lu}$  (208,36 keV),  $^{203}\text{Hg}$  (279,12 keV),  $^{198}\text{Au}$  (411,80 keV),  $^{137}\text{Cs}$  (661,6 keV),  $^{65}\text{Zn}$  (1115,5 keV),  $^{140}\text{La}$  (1598,0 keV) e  $^{24}\text{Na}$  (2753,9 keV). Entre os equipamentos estavam um detector cintilador de iodeto de sódio dopado com tálio (NaI(Tl)), colimadores e eletrônica padrão. Os resultados obtidos apresentaram boa concordância com outros resultados da literatura.

S. V. Bodwadakar e J.C. Reis (1994) utilizaram a transmissão de raios gama para determinar o coeficiente de atenuação de massa e a porosidade de rochas reservatório. O aparato experimental contava com uma fonte de  $^{137}\text{Cs}$  (661,6 keV) e um detector cintilador de NaI. Os resultados foram comparados com medidas feitas pelo método de Arquimedes e mostraram boa concordância.

Oliveira et al. (1998) utilizaram a transmissão de raios gama para avaliar a estrutura de solos brasileiros bem agregados. Para tal foram utilizados uma fonte de  $^{241}\text{Am}$  (59,54 keV, 300 mCi), colimadores de chumbo, detector de NaI com cristal de 2" x 2" e eletrônica padrão de espectrometria gama. Foram medidas a porosidade total, macroporosidade e microporosidade dos solos. Também foram obtidos perfis de porosidade dos solos para diferentes profundidades.

A. H. El-Kateb et al. (2000) utilizaram a transmissão de raios gama para determinar os coeficientes de absorção de massa de ligas de latão, bronze, aço, alumínio-silício e chumbo antimônio. As fontes de raios gama foram o  $^{133}\text{Ba}$  (energias de 81 keV e 365 keV),  $^{22}\text{Na}$  (511 keV e 1274 keV),  $^{137}\text{Cs}$  (661,6 keV),  $^{54}\text{Mn}$  (835 keV) e  $^{60}\text{Co}$  (1173 keV e 1332 keV). O detector foi um cintilador de NaI de 3"x3" acoplado a um analisador multicanal. Os resultados mostraram boa concordância com valores calculados a partir do software Xcom.

Appoloni e Pottker (2004) determinaram a porosidade total de amostras de solo TRe, arenitos e cerâmicas porosas através da técnica de transmissão de raios gama. Para tal, utilizaram uma fonte radioativa de  $^{241}\text{Am}$  (59,54 keV, 100 mCi), detector cintilador de Iodeto de Sódio dopado com Tálio (NaI(Tl),

colimadores, mesa micrométrica de movimentação XYZ e eletrônica padrão de espectrometria gama. Os resultados mostraram que a transmissão de raios gama fornece valores compatíveis com os obtidos pelas técnicas convencionais, com a vantagem de ser uma técnica não destrutiva.

J. Kaewkhao et al. (2008) utilizaram a transmissão de raios gama para determinar os coeficientes de atenuação de massa de ligas de Cu/Zn. Eles também determinaram as seções de choque de interação total, números atômicos efetivos, densidade eletrônica efetiva e o livre caminho médio do fóton. Para tal foram utilizadas fontes de raios gama com energias de 356, 511, 662, 835 e 1275 keV e um detector cintilador de NaI com cristal de 2"x2" e resolução em energia 10,2% para a energia de 662 keV. Os resultados obtidos mostraram boa concordância com valores obtidos a partir do software WinXCom.

## 2.2 MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS-X

Olurin et al. (2002) utilizaram a técnica de microtomografia de raios-X para analisar os parâmetros morfométricos de espumas de alumínio. O equipamento utilizado foi um microtomógrafo Scanco  $\mu$ CT40. Os resultados mostraram que o método do limiar adaptativo depende do material que compõe a amostra e fornece bons resultados para as amostras utilizadas. Também foi mostrado que a resolução utilizada, que variou de 15  $\mu$ m a 37  $\mu$ m, influencia pouco os resultados se a estrutura do material for consideravelmente maior que a resolução. Valores de densidade e espessura das paredes das células foram compatíveis com os resultados obtidos por outras técnicas.

Appoloni et al. (2004) utilizaram a microtomografia de raios-X para caracterizar a estrutura interna de espumas cerâmicas de SiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. As medidas foram realizadas com um microtomógrafo de primeira geração operado a uma tensão de 28,3 kV. As imagens obtidas foram analisadas de duas formas diferentes: pelo método de transeptos e através do software Imago. Os resultados obtidos apresentaram boa concordância com resultados da literatura obtidos por outras técnicas.

Cooper et al. (2004) utilizaram a microtomografia de raios-X para caracterizar a estrutura interna de ossos corticais extraídos de fêmures humanos. As

medidas foram realizadas com um microtomógrafo Skyscan 1072, ajustado com tensão de 100 kV, rotação de 180° e passo angular de 0,45°. A resolução utilizada foi de 10  $\mu\text{m}$ . Os valores obtidos de porosidade cortical, área média de poros e densidade de poros foram comparados com resultados obtidos em medidas de microradiografia. Os dois primeiros parâmetros apresentaram boa concordância, mas os resultados de densidade de poros obtidos com microtomografia foram 14 % menores que os obtidos com microradiografia. Os autores acreditam que essa diferença pode diminuir se as medidas forem realizadas com uma resolução espacial menor.

Trater et al. (2005) utilizaram a microtomografia de raios-X para analisar a microestrutura de espumas de biopolímeros. Para tal foi utilizado um microtomógrafo Skyscan modelo 1072 ajustado em 40 kV e 100  $\mu\text{A}$ . A resolução variou entre 10  $\mu\text{m}$  e 20  $\mu\text{m}$ . Foram obtidos resultados como distribuição dos tamanhos das células, distribuição da espessura das células e porosidade. A variedade de opções de análise mostrou que a microtomografia de raios-X é superior a outras técnicas de análise de materiais através de imagens.

Goodall et al. (2007) utilizaram a microtomografia de raios-X para auxiliar na avaliação da produção de espumas de alumínio pelo método de poros esféricos replicados. As medidas microtomográficas foram realizadas na linha de feixe ID19 da instalação europeia de radiação sincrotron (ESRF) com resolução de 10  $\mu\text{m}$  para espumas com tamanho de célula de 400  $\mu\text{m}$  e 1,4  $\mu\text{m}$  para partículas com tamanhos de célula de 75  $\mu\text{m}$ . As imagens obtidas foram utilizadas para determinar a esfericidade das células e a taxa de aspecto das células. A associação desses parâmetros com resultados de testes mecânicos sugeriu que o comportamento mecânico dos materiais analisados não é bem descrito quando se associa a forma da célula a um elipsóide.

Morales-Rodríguez et al (2009) utilizaram a microtomografia de raios-X para analisar a porosidade de matrizes cerâmicas reforçadas por fibras longas. As medidas foram realizadas com um tomógrafo de laboratório padrão composto por um tubo de raios-X nanofocus e um detector médico de silício. A porosidade total obtida foi de 20 %, sendo que 79 % da porosidade total era de

porosidade aberta. Também foi medida a espessura dos poros conectados, cuja média resultou em 139  $\mu\text{m}$ .

### 2.3 TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA E MICROTOMOGRAFIA DE RIOS-X.

Rodrigues (2004) utilizou a técnica de transmissão de raios gama para medir a porosidade de espumas industriais de alumínio e de carbetos de silício. Ele também utilizou a microtomografia de raios-X para caracterizar a estrutura interna de espumas cerâmicas de carbetos de silício. As medidas de transmissão de raios gama foram realizadas com uma fonte radioativa de  $^{241}\text{Am}$  (59,54 keV, 100 mCi), detector cintilador de Iodeto de Sódio dopado com Tálcio (NaI(Tl)), colimadores, mesa micrométrica de movimentação XYZ e eletrônica padrão de espectrometria gama. As medidas de microtomografia de raios-X foram realizadas com um sistema Fein Focus, com resolução espacial de 53,48  $\mu\text{m}$ . Os resultados obtidos mostraram que as técnicas são adequadas para analisar esse tipo de material. A comparação entre os valores obtidos com transmissão de raios gama e microtomografia de raios-X mostrou boa concordância.

Rocha (2005) utilizou as técnicas de transmissão de raios gama e microtomografia de raios-X para analisar a estrutura interna de espumas cerâmicas de carbetos de silício. As medidas de transmissão de raios gama foram realizadas com uma fonte de  $^{241}\text{Am}$  (59,54 keV, 100 mCi), detector de NaI(Tl) mesa micrométrica de movimentação horizontal e vertical e eletrônica padrão de espectrometria gama. As medidas de microtomografia de raios-X foram realizadas com um sistema Fein Focus, com resolução de 32  $\mu\text{m}$ . Os resultados de transmissão de raios gama mostraram que, para a maioria das amostras, a porosidade de 40 pontos, divididos em 4 linhas (espaçadas de 1 cm) contendo 10 pontos (espaçados de 2 mm), pertencem à mesma população e que a porosidade total têm boa concordância com os valores fornecidos pelo fabricante. Os resultados da microtomografia de raios-X ficaram abaixo dos valores fornecidos pelo fabricante para a maioria das amostras, mas foi possível observar que as amostras que apresentaram concordância tinham poros no interior das paredes das células.

Moreira (2006) utilizou a técnica de transmissão de raios gama para determinar a porosidade total de amostras cerâmicas de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), de carbetos

de boro ( $B_4C$ ) e de uma amostra de titânio poroso. Ele utilizou ainda a microtomografia de raios-X para analisar amostras de arenito basáltico e de titânio poroso. Para as medidas de transmissão gama foi feito uso de uma fonte radioativa de  $^{241}Am$  (59,54 KeV, 100 mCi), detector cintilador de NaI(Tl), mesa micrométrica de movimentação horizontal e vertical e eletrônica padrão de espectrometria gama. Para as medidas de microtomografia foram utilizados os sistemas Fein Focus e Skyscan 1172, com resoluções de 19  $\mu m$ , 11  $\mu m$  e 3,8  $\mu m$ . Os resultados da microtomografia forneceram o perfil de porosidade, a porosidade total e a distribuição de tamanhos de poros das amostras, além de permitirem a reconstrução de um modelo tridimensional.

Marques (2008) utilizou as técnicas de transmissão de raios gama e microtomografia de raios-X para caracterizar a estrutura interna de amostras de arenito de sílica sintéticas. As medidas de transmissão de raios gama foram realizadas com uma fonte de  $^{241}Am$  (59,54 keV, 100 mCi), detector de NaI(Tl) mesa micrométrica de movimentação horizontal e vertical e eletrônica padrão de espectrometria gama. As medidas de microtomografia de raios-X foram realizadas com um microtomógrafo Skyscan 1172, com resoluções de 0,64  $\mu m$ , 1,28  $\mu m$  e 1,73  $\mu m$ . Os resultados obtidos pela transmissão de raios gama apresentaram boa concordância com os dados fornecidos pelo fabricante e mostraram que a confecção das amostras apresenta boa reprodutibilidade. As imagens obtidas pela microtomografia de raios-X permitiram avaliar a influência de alguns parâmetros de aquisição na qualidade das mesmas e, por conseqüência, nos resultados. Também foram determinados o perfil de porosidade, a porosidade total e a distribuição de tamanhos de poros das amostras.

### 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 3.1 RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA

Radiações eletromagnéticas, ou ondas eletromagnéticas, são a combinação de um campo elétrico e um campo magnético que se propagam transportando energia.

As radiações eletromagnéticas também podem se comportar como partículas, sendo que cada partícula tem massa nula e é um “pacote” de energia, também chamado fóton.

O espectro da radiação eletromagnética é bastante amplo e pode receber diferentes nomes dependendo da energia ou da origem das radiações (microondas, luz visível, ultravioleta, raios-X, raios gama...). Considerando as metodologias utilizadas no presente trabalho, as próximas seções se focarão nos raios-X e raios gama.

##### 3.1.1 Raios-X

Os raios-X foram descobertos em 1895 por Wilhelm Konrad Röntgen. Ele observou que a incidência de raios catódicos (feixe de elétrons) em um alvo sólido produzia uma radiação muito mais penetrante que a luz visível.

Eles podem ser produzidos de duas formas: pela desaceleração dos elétrons que compõe o feixe ao se aproximarem do alvo (Bremsstrahlung) ou pela desexcitação dos átomos que compõe o alvo.

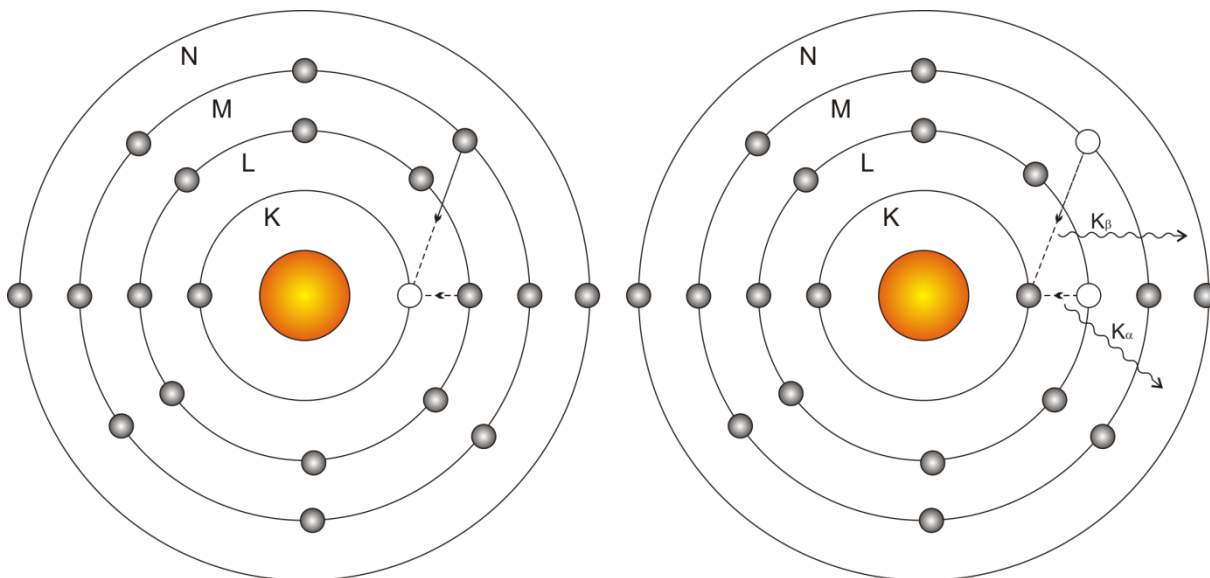
Um átomo é excitado quando um elétron de uma das camadas mais internas (K ou L) é arrancado do mesmo, deixando uma vacância. A desexcitação ocorre quando um elétron de uma camada mais externa preenche essa vacância e emite um raio-X de energia igual à diferença de energia de ligação entre as duas camadas.

Esses raios-X podem ser nomeados de acordo com a camada onde está a vacância e com a camada de onde saiu o elétron que preenche a vacância.

Quando a vacância está na camada K, por exemplo, e é preenchida por um elétron proveniente da camada L, o raio-X emitido é chamado  $K_{\alpha}$ . Se o

elétron sai da camada M, o raio-X é chamado  $K_{\beta}$ . A Figura 1 mostra um átomo com uma vacância na camada K e as duas emissões de raios-X possíveis.

**Figura 1** – Emissão de raios-X da linha K.



Se a vacância está na camada L e o elétron sai da camada M, o raio-X é chamado  $L_{\alpha}$ . Se o elétron sai da camada N, o raio-X é chamado  $L_{\beta}$ .

### 3.1.2 Raios Gama

Quando o núcleo de um átomo está em um estado excitado, ele pode decair para um estado menos excitado ao emitir radiação eletromagnética. Essa radiação é conhecida como raio gama, que pode ter energia da ordem de dezenas de keVs a MeVs (Pessoa, 1978).

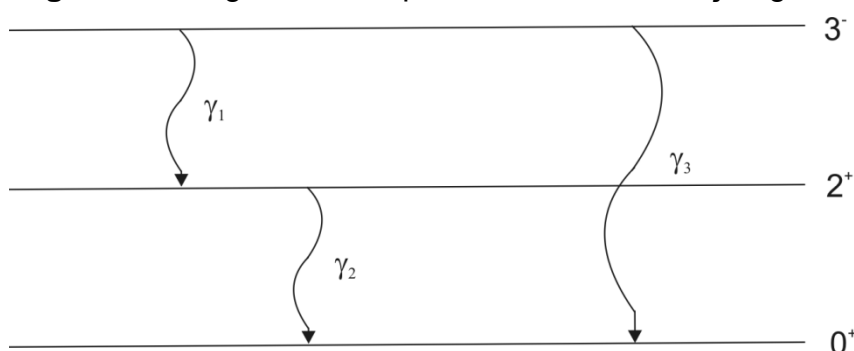
As transições entre níveis nucleares devem conservar o momento angular e a paridade, o que faz com que a radiação emitida tenha características bem definidas.

A partir do eletromagnetismo clássico, as ondas eletromagnéticas podem ser classificadas em multipolos, com a ordem multipolar dependendo do momento angular ( $L$ , em unidades de  $\hbar$ ) associado à onda. Para cada valor de  $L$  existem dois tipos de ondas eletromagnéticas (ondas tipo elétricas e ondas tipo magnéticas), cada uma com uma paridade diferente (Kaplan, 1972).

A ordem multipolar é obtida fazendo-se o cálculo  $2^L$ . Isso significa que se uma onda tiver momento angular igual a 1 ela será um dipolo, se tiver momento angular igual a 2 será um quadrupolo e assim sucessivamente.

A paridade da onda é obtida pelo cálculo  $(-1)^L$  para as ondas do tipo elétrico e  $(-1)^{L+1}$  para as ondas do tipo magnético. Um exemplo de como classificar a radiação gama pode ser extraído do diagrama da Figura 2.

**Figura 2** – Diagrama exemplificando a desexcitação gama



A Figura 2 mostra um diagrama representando o estado fundamental, o primeiro estado excitado e o segundo estado excitado de um determinado núcleo. Se esse núcleo estiver no segundo estado excitado, ele pode decair para o primeiro estado excitado, emitindo a radiação  $\gamma_1$ , ou para o estado fundamental, emitindo a radiação  $\gamma_3$ . Se ele estiver no primeiro estado excitado, ele pode decair para o estado fundamental emitindo o fóton  $\gamma_2$ .

O momento angular da radiação  $\gamma_1$  será dado por:

$$|3 - 2| \leq L \leq |3 + 2| \Rightarrow 1 \leq L \leq 5$$

Isso significa que os valores possíveis de  $L$  são:  $L=1$ ,  $L=2$ ,  $L=3$ ,  $L=4$  e  $L=5$ . O estado inicial da transição tem paridade negativa enquanto o estado final tem paridade positiva. Para que a paridade seja conservada, o fóton tem que ter paridade negativa. Desta forma a radiação  $\gamma_1$  pode ter as características listadas na Tabela 1.

**Tabela 1 – Características da radiação**

Momento angular (L)	Ordem multipolar	Paridade	Tipo de radiação
1	$2^1 = \text{Dipolo}$	$(-1)^1 = -1$	Elétrica
2	$2^2 = \text{Quadrupolo}$	$(-1)^{2+1} = -1$	Magnética
3	$2^3 = \text{Octopolo}$	$(-1)^3 = -1$	Elétrica
4	$2^4 = \text{16-polo}$	$(-1)^{4+1} = -1$	Magnética
5	$2^5 = \text{32-polo}$	$(-1)^5 = -1$	Elétrica

O momento angular da radiação  $\gamma_2$  será dado por:

$$|2 - 0| \leq L \leq |2 + 0| \Rightarrow 2 \leq L \leq 2$$

Como a radiação  $\gamma_2$  só pode ter momento angular  $L=2$  e as paridades dos estados inicial e final são positivas, essa radiação deve ser um quadrupolo do tipo elétrico com paridade positiva.

O momento angular da radiação  $\gamma_3$  será dado por:

$$|3 - 0| \leq L \leq |3 + 0| \Rightarrow 3 \leq L \leq 3$$

Como a radiação  $\gamma_3$  só pode ter momento angular  $L=3$  e as paridades dos estados inicial (negativa) e final (positiva) são diferentes, essa radiação deve ser um octopolo do tipo elétrico com paridade negativa.

### 3.2 INTERAÇÃO DA RADIAÇÃO COM A MATÉRIA

Quando um feixe de raios gama ou raios X atravessa uma amostra, existe a possibilidade, para cada fóton que compõe o feixe, de interagir com a matéria e ser retirado do feixe. A probabilidade de que isso aconteça é proporcional à distância que esse feixe percorre dentro da amostra. Dessa forma, pode-se escrever a equação (Davisson, 1979):

$$dB = -\mu B dx \quad (3.1)$$

onde  $dB$  é o número de fótons retirados do feixe,  $\mu$  é o coeficiente de atenuação linear,  $B$  é o número de fótons e  $dx$  é a distância percorrida pelo feixe.

Se o feixe for monoenergético e  $\mu$  for constante, a equação (3.1) ser integrada resultando em:

$$B = B_0 e^{-\mu x} \quad (3.2)$$

onde  $B_0$  é o número de fótons incidentes.

Nota-se pela equação (3.2) que a interação da radiação com a matéria depende do coeficiente de atenuação linear. Existem duas formas dos fótons serem retirados do feixe: serem absorvidos por partículas que compõe o material, dando energia cinética a elas, ou tendo suas trajetórias alteradas, ao sofrerem espalhamento, também por partículas do material. Assim, o coeficiente de atenuação pode ser expresso por (Kaplan, 1972):

$$\mu = \mu_a + \mu_s \quad (3.3)$$

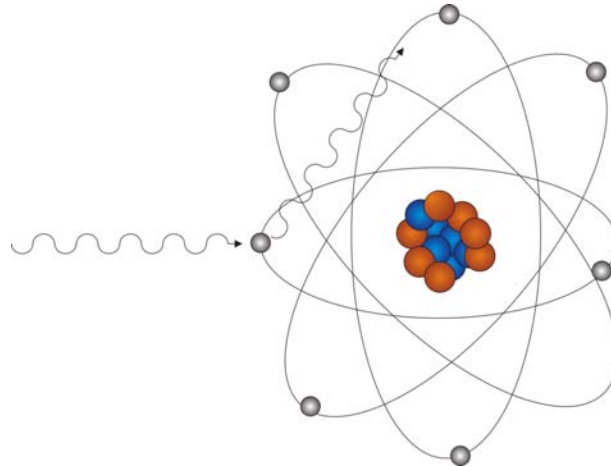
onde  $\mu_a$  é o coeficiente de atenuação devido à absorção de fótons e  $\mu_s$  é o coeficiente de atenuação devido ao espalhamento de fótons.

Os dois principais processos de absorção de fótons são o efeito fotoelétrico e a formação de pares, enquanto os principais efeitos de espalhamento de fótons são o espalhamento Rayleigh, o espalhamento Thomson e o espalhamento Compton.

### 3.2.1 Espalhamento Rayleigh

O espalhamento Rayleigh ocorre quando um fóton interage elasticamente com um elétron ligado, mudando sua trajetória e seu momento linear sem mudar sua energia, como mostrado na Figura 3. Este tipo de colisão também é chamada de colisão coerente.

**Figura 3** – Fóton sofrendo espalhamento Rayleigh



A seção de choque do espalhamento Rayleigh em função do número atômico é dada por (Burcham, 1974):

$$d\sigma_R = r_0^2 |f_\theta|^2 \cdot \left( \frac{1 + \cos^2 \theta}{2} \right) d\Omega \quad (3.4)$$

onde  $r_0 = e^2/mc^2$  é o raio clássico do elétron,  $f_\theta$  é o fator de espalhamento atômico e  $d\Omega$  é o ângulo sólido em relação ao ângulo do elétron.

### 3.2.2 Espalhamento Thomson

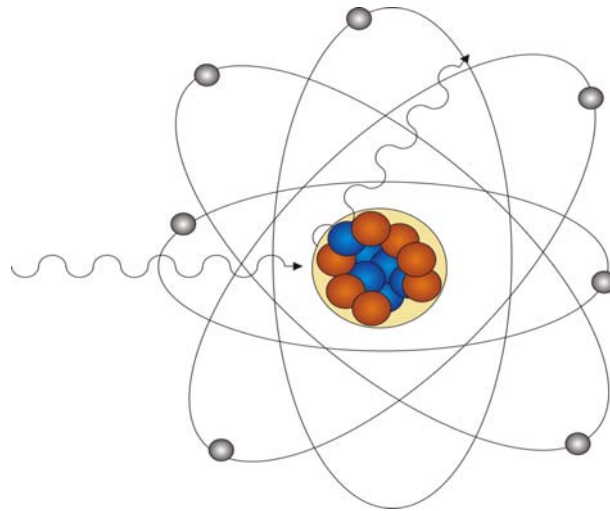
O espalhamento Thomson, em que o fóton é espalhado pela carga nuclear, também é um espalhamento elástico, ou coerente, uma vez que após a colisão há uma mudança no momento linear do fóton, mas não em sua energia. Na Figura 4 pode ser vista uma representação do efeito Thomson.

Esse efeito foi proposto por J.J. Thomson, que o explicou através do eletromagnetismo clássico. Ele considerou que a radiação eletromagnética interagia com os elétrons do átomo que compõe o material, fazendo-os oscilar. Essa oscilação emitiria uma onda eletromagnética com as mesmas características da inicial. Através dessas considerações Thomson deduziu a seguinte expressão para a seção de choque diferencial de ondas eletromagnéticas espalhadas pelos elétrons (Burcham, 1974):

$$d\sigma_T = r_0^2 \cdot \left( \frac{1 + \cos^2\theta}{2} \right) d\Omega \quad (3.5)$$

onde  $\theta$  é o ângulo de espalhamento e  $d\Omega$  é o ângulo sólido.

**Figura 4 – Fóton sofrendo espalhamento Thomson**



Considerando  $d\Omega = 2\pi \sin\theta d\theta$  e  $\theta$  variando de  $\theta = 0$  a  $\theta = \pi$ , obtêm-se a equação:

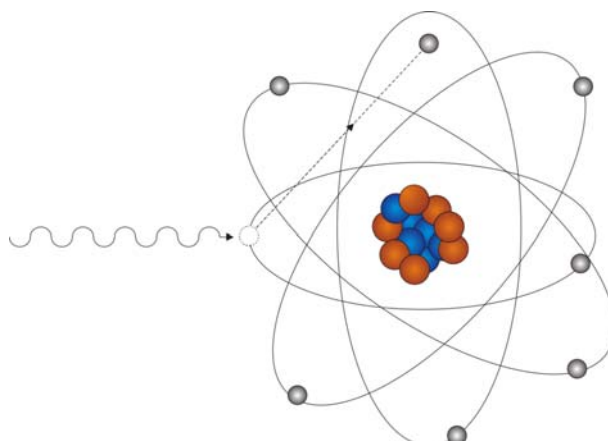
$$\sigma_T = \frac{8\pi}{3} r_0^2 \quad (3.6)$$

Entretanto, verificou-se mais tarde que o efeito Thomson ocorre devido à interação com a carga nuclear  $Ze$ , onde  $Z$  é o número atômico. Em razão disso, a massa que deve ser utilizada na expressão para  $r_0$  não é a massa  $m$  dos elétrons, mas sim a massa nuclear.

### 3.2.3 Efeito Fotoelétrico

O efeito fotoelétrico é um fenômeno em que o fóton é absorvido pelo átomo com o qual interage, causando a ejeção de um elétron, como pode ser visto na Figura 5.

**Figura 5** – Elétron sendo ejetado depois de absorver o fóton incidente



A teoria do efeito fotoelétrico foi apresentada por Albert Einstein em 1905. Utilizando a equação para o quantum de energia de Planck ( $E = h\nu$ ), Einstein propôs que as ondas eletromagnéticas eram compostas por pacotes de energia, interagindo com a matéria como se fossem partículas. Dessa forma, um elétron poderia ser arrancado do material obedecendo à equação (Kaplan, 1972):

$$E = h\nu - E_L \quad (3.7)$$

onde  $h$  é a constante de Planck,  $\nu$  é a frequência do fóton e  $E_L$  é a energia de ligação do elétron. Assim, toda energia do fóton incidente é transferida para o fóton ejetado.

Os elétrons com maior probabilidade de sofrerem efeito fotoelétrico são aqueles que estão nas camadas com maior energia de ligação (K ou L), uma vez que o elétron precisa conservar seu momento para absorver o fóton. Neste caso o momento de recuo é absorvido pelo núcleo do átomo.

Segundo (Kaplan, 1972), 80% da absorção fotoelétrica ocorre na camada K, com a seção de choque para os elétrons dessa camada correspondendo a:

$$\sigma_f = \frac{8\pi}{3} \left( \frac{e^2}{m_0 c^2} \right)^2 Z^5 \left( \frac{1}{137} \right)^4 4\sqrt{2} \left( \frac{m_0 c^2}{h\nu} \right)^{\frac{7}{2}} \quad (3.8)$$

onde a constante  $1/137$ , que também é conhecida e denotada por  $\alpha$ , é a chamada constante de estrutura fina.

### 3.2.4 Efeito Compton

O espalhamento Compton é o espalhamento inelástico, ou incoerente, de fótons em elétrons pouco ligados, que são ejetados após absorver parte da energia dos fótons. A diferença de energia entre o fóton e energia de ligação do elétron é tão grande que se pode considerar que houve colisão de um fóton com um elétron livre.

Observando a Figura 6, em que um elétron de energia  $h\nu$  é espalhado com um ângulo  $\theta$  ao colidir com um elétron, que é espalhado com ângulo  $\phi$ , e considerando as equações relativísticas para a conservação da energia e do momento, obtêm-se as seguintes equações (Davisson, 1979):

$$\frac{c'}{v'} - \frac{c}{v} = \lambda' - \lambda = \frac{h}{mc} (1 - \cos \theta) \quad (3.9)$$

$$h\nu' = \frac{h\nu}{1 + \alpha(1 - \cos \theta)} \quad (3.10)$$

$$T = h\nu \frac{\alpha(1 - \cos \theta)}{1 + \alpha(1 - \cos \theta)} \quad (3.11)$$

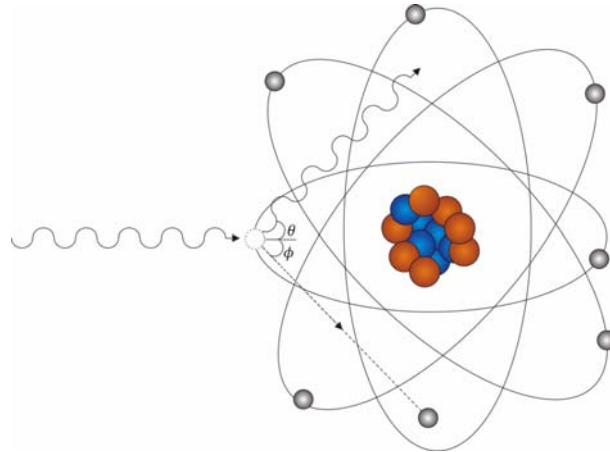
$$T = h\nu \left[ \frac{2\alpha}{1 + 2\alpha + (1 + \alpha)^2 \operatorname{tg}^2 \phi} \right] \quad (3.12)$$

$$\cos \theta = 1 - \frac{2}{(1 + \alpha)^2 \operatorname{tg}^2 \phi + 1} \quad (3.13)$$

$$\cot \phi = (1 + \alpha) \operatorname{tg} \left( \frac{\theta}{2} \right) \quad (3.14)$$

onde  $\alpha = hv/mc^2$ ,  $m$  é a massa do elétron,  $c$  é a velocidade da luz e  $T$  é a energia adquirida pelo elétron espalhado.

**Figura 6** – Fóton sofrendo espalhamento Compton e ejetando um elétron.



A partir da mecânica quântica, Klein e Nishina calcularam a seção de choque por elétron para fótons espalhados no ângulo sólido  $d\Omega$  na direção  $\theta$ , dada por (Davisson, 1979):

$$\frac{d\sigma_c}{d\Omega} = \frac{1}{2} r_0^2 \left( \frac{h\nu'}{h\nu} \right)^2 \left( \frac{h\nu}{h\nu'} + \frac{h\nu'}{h\nu} - \text{sen}^2\theta \right) \quad (3.15)$$

Substituindo a equação (3.10) na equação (3.15), obtêm-se:

$$\frac{d\sigma_c}{d\Omega} = \frac{1}{2} r_0^2 \left\{ \frac{1}{[1+\alpha(1-\cos^2\theta)]} \left[ 1 + \cos^2\theta + \frac{\alpha^2(1-\cos\theta)^2}{1+\alpha(1-\cos\theta)} \right] \right\} \quad (3.16)$$

Para fótons com baixas energias, ou seja, para  $\alpha \ll 1$ , a equação (3.16) se torna a equação (3.5), que é a equação para seção de choque diferencial para o espalhamento Thomson. A seção de choque total para o espalhamento Compton é obtida integrando (3.16) sobre todas as coordenadas angulares:

$$\sigma_c = 2\pi r_0^2 \left\{ \frac{1+\alpha}{\alpha^2} \left[ \frac{2(1+\alpha)}{1+2\alpha} - \frac{1}{\alpha} \ln(1+2\alpha) \right] + \frac{1}{2\alpha} \ln(1+2\alpha) - \frac{1+3\alpha}{(1+2\alpha)^2} \right\} \quad (3.17)$$

### 3.2.5 Formação de Pares

Quando um fóton interage com o campo coulombiano do núcleo existe a possibilidade de ser formado um par elétron-pósitron.

Em 1928 Paul A. M. Dirac desenvolveu uma equação que relacionava a relatividade restrita com a mecânica quântica (a equação de Dirac). Essa equação deveria descrever elétrons livres cuja energia seria dada pela relação entre massa e energia de Einstein ( $E^2 = m_0^2 c^4 + p^2 c^2$ ). Entretanto, ao se extrair a raiz, surgiria uma solução de energia negativa para cada solução com energia positiva. Isso implica em dizer que existe um nível de energia com massa de repouso  $+m_0 c^2$  (que seria o elétron) e um nível de energia com massa de repouso  $-m_0 c^2$ .

Para resolver esse problema Dirac propôs a existência de um “mar” de níveis de energia negativos (chamado mar de Dirac) que começaria em  $-m_0 c^2$  e se estenderia até o infinito negativo, estando totalmente preenchido. O preenchimento dos níveis de energia negativos explicava a não observação de partículas com estas características. Caso um elétron do “mar” recebesse energia a energia mínima de  $2m_0 c^2$ , ele poderia ser promovido aos níveis de energia positiva e seria então criado um “buraco” no “mar”. Esse buraco deveria se comportar e ter as mesmas características que o elétron, mas com carga positiva, podendo ser representado por uma nova partícula.

Essa nova partícula foi descoberta em 1932, por Carl David Anderson, em um experimento envolvendo a câmara de Wilson e raios cósmicos. Para explicar a produção do pósitron, Dirac propôs que a colisão de dois fótons poderia gerar um par elétron-pósitron. Stuart Blackett e Giuseppe Occhialini também detectaram o pósitron e constataram que um raio gama pode se transformar em um par elétron-pósitron ao interagir com campo eletromagnético do núcleo de um átomo.

A energia mínima necessária para que o raio gama se transforme num par elétron-pósitron também é  $2m_0 c^2$ , ou seja, 1,022 MeV.

A seção de choque para a formação de pares requer cálculos complexos para ser deduzida. Para produzir um pósitron de energia cinética  $T_+$ , ela pode ser expressa por (Burcham, 1974):

$$d\sigma_p = \frac{\sigma_0 Z^2 P}{h\nu - 2mc^2} dT_+ \quad (3.18)$$

onde

$$\sigma_0 = \frac{1}{137} \left( \frac{\mu_0 e^2}{4\pi m} \right)^2 = 5,8 \times 10^{-32} \text{ m}^2$$

e  $P = p(h\nu, Z)$  é a distribuição de energia entre elétrons e pósitrons.

### 3.3 COEFICIENTE DE ATENUAÇÃO DE MASSA E LINEAR

Como foi visto na seção 3.1, o coeficiente de atenuação expressa a probabilidade de interação da radiação com a matéria. Assim, ele pode ser escrito em função da seção de choque de cada um dos tipos de radiação citados (Burcham, 1974):

$$\sigma_{Total} = N(\sigma_R + \sigma_f + \sigma_p) + NZ\sigma_c \quad (3.19)$$

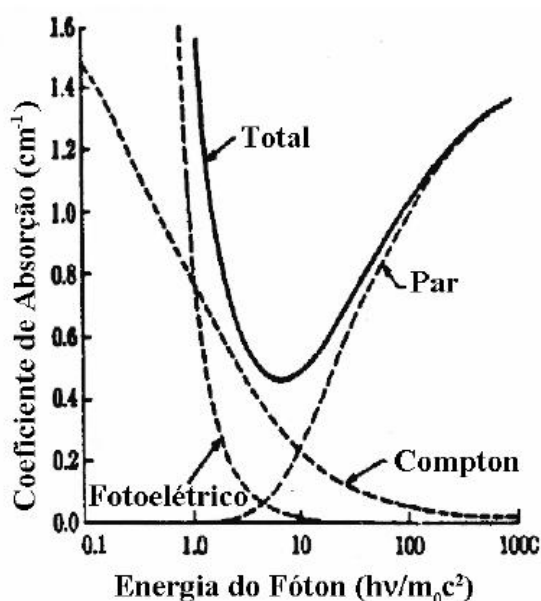
onde  $N$  é o número de átomos absorventes por metro cúbico e  $Z$  é o número atômico.

A unidade de medida da seção de choque total ( $\sigma_{total}$ ) é  $cm^2/g$  é também é conhecida como coeficiente de atenuação de massa ( $\mu_m$ ). Para se obter o coeficiente de atenuação linear, é necessário multiplicar o coeficiente de atenuação de massa pela densidade do material ( $\rho$ ) com o qual a radiação está interagindo:

$$\mu = \mu_m \cdot \rho \quad (3.20)$$

Como a seção de choque para cada tipo de interação depende da energia do fóton, o coeficiente de atenuação linear também irá depender da energia, como é apresentado na Figura 7.

**Figura 7** – Coeficiente de atenuação linear do Pb em função da energia do fóton. Adaptado de (Kaplan, 1972).



### 3.4 TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA

A análise de materiais pela técnica de transmissão de raios gama consiste na detecção de um feixe colimado de raios gama que atravessa uma amostra e é atenuado por ela. Isso é expresso pelas equações (3.1) e (3.2).

A equação (3.2) pode ser escrita de forma mais representativa, exprimindo a intensidade do feixe de raios gama ao se dividir o número de fótons medidos pelo tempo de medida:

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (3.21)$$

onde  $I$  é a intensidade do feixe atenuado e  $I_0$  é a intensidade do feixe incidente. A equação (3.21) também é conhecida como lei de Lambert-Beer.

A partir da equação de Lambert-Beer pode-se calcular o valor do coeficiente de atenuação linear da amostra:

$$\mu = \frac{1}{x} \ln \left( \frac{I_0}{I} \right) \quad (3.22)$$

Obtendo-se o valor de  $\mu$  é possível determinar o valor da porosidade total de uma amostra através da equação (Phogat & Alymore, 1989):

$$\phi = 100 \cdot \left( \frac{\mu_p - \mu}{\mu_p} \right) \quad (3.23)$$

onde  $\mu_p$  é o coeficiente de atenuação de partícula, o coeficiente de atenuação de uma amostra totalmente sem poros, e  $\mu$  é o coeficiente de atenuação da amostra porosa, obtido pela equação (3.22).

Difícilmente se obtém uma amostra totalmente sem poros da mesma matriz que a amostra porosa que se deseja medir. Isso impossibilita que o coeficiente de atenuação de partícula seja medido diretamente. Assim, é necessário obtê-lo de outras formas. Uma maneira é utilizar um software que calcule o coeficiente de atenuação de massa, como, por exemplo, o software WinXCom (seção 0) e utilizar o valor da densidade para calcular  $\mu_p$  através da equação (3.20).

### 3.5 TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA

A tomografia computadorizada é uma técnica que foi desenvolvida durante a década de 60 para fins médicos. Ela fornece imagens (seções de corte) do interior da amostra a partir da medida da atenuação de um feixe de radiação sob diferentes ângulos.

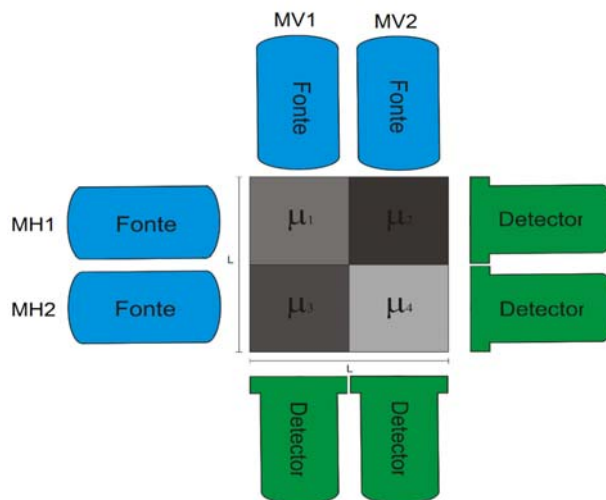
O primeiro tomógrafo computadorizado foi desenvolvido pelo engenheiro britânico Godfrey Hounsfield. Para tal, ele utilizou algoritmos

desenvolvidos pelo físico sul-africano Allan McLoad Cormack. Os dois receberam por suas contribuições o prêmio Nobel de medicina em 1979.

Um tomógrafo é composto basicamente por uma fonte de radiação (em geral um tubo de raios-X), um sistema de detecção, um sistema de rotação e um sistema de translação (que deve ser perpendicular à direção do feixe), além dos equipamentos eletrônicos de controle. O sistema fonte-detector deve rotacionar simultaneamente ao redor do paciente.

A imagem tomográfica é formada a partir do mapeamento dos coeficientes de atenuação linear da amostra, ou seja, da medida do valor e da posição do coeficiente de atenuação em cada região da amostra. Um exemplo de como esse mapeamento funciona pode ser dado a partir da Figura 8.

**Figura 8** – Mapeamento dos coeficientes de atenuação linear.



Na Figura 8 são feitas quatro medidas de atenuação do feixe de radiação, sendo duas na posição vertical (MV1 e MV2) e duas na posição horizontal (MH1 e MH2). Essas medidas podem ser escritas, segundo a equação (3.21) como:

$$\mu_1 + \mu_3 = \frac{1}{L} \ln \left( \frac{I_0}{I_{MV1}} \right) \quad (3.28)$$

$$\mu_2 + \mu_4 = \frac{1}{L} \ln \left( \frac{I_0}{I_{MV2}} \right) \quad (3.29)$$

$$\mu_1 + \mu_2 = \frac{1}{L} \ln \left( \frac{I_0}{I_{MH_1}} \right) \quad (3.30)$$

$$\mu_3 + \mu_4 = \frac{1}{L} \ln \left( \frac{I_0}{I_{MH_2}} \right) \quad (3.31)$$

Isolando os valores dos coeficientes de atenuação linear obtêm-se as equações:

$$\mu_1 + \mu_3 = \frac{1}{L} \ln \left( \frac{I_0}{I_{MV_1}} \right) \quad (3.28)$$

$$\mu_2 + \mu_4 = \frac{1}{L} \ln \left( \frac{I_0}{I_{MV_2}} \right) \quad (3.29)$$

$$\mu_1 + \mu_2 = \frac{1}{L} \ln \left( \frac{I_0}{I_{MH_1}} \right) \quad (3.30)$$

$$\mu_3 + \mu_4 = \frac{1}{L} \ln \left( \frac{I_0}{I_{MH_2}} \right) \quad (3.31)$$

Para valores de L e I<sub>0</sub> conhecidos, resultam quatro equações (3.28 a 3.31) com quatro incógnitas ( $\mu_1, \mu_2, \mu_3$  e  $\mu_4$ ). Assim é possível determinar os valores dos coeficientes de atenuação linear e suas posições dentro da amostra. Com esses dados uma matriz de coeficientes de atenuação linear pode ser montada.

Ao se relacionar um tom de cinza para cada valor de coeficiente de atenuação linear, uma matriz de coeficientes de atenuação lineares é transformada numa imagem em tons de cinza. O exemplo apresentado é de uma imagem com 4 pixels.

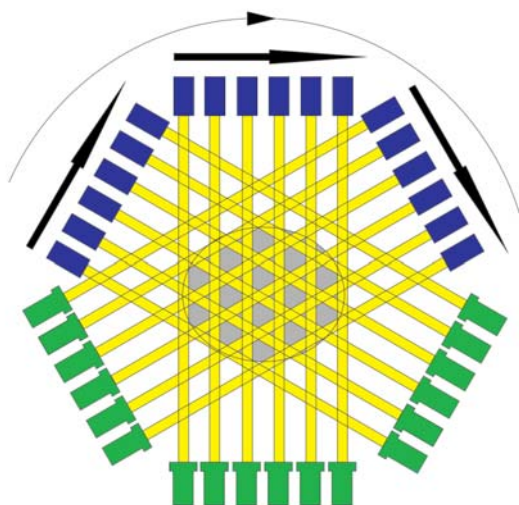
### 3.5.1 Sistemas Tomográficos

Como já foi mencionado, os tomógrafos foram criados com finalidades médicas. Considerando que o paciente fica exposto a uma fonte de radiação durante as medidas, a evolução dos sistemas tomográficos ocorreu com o

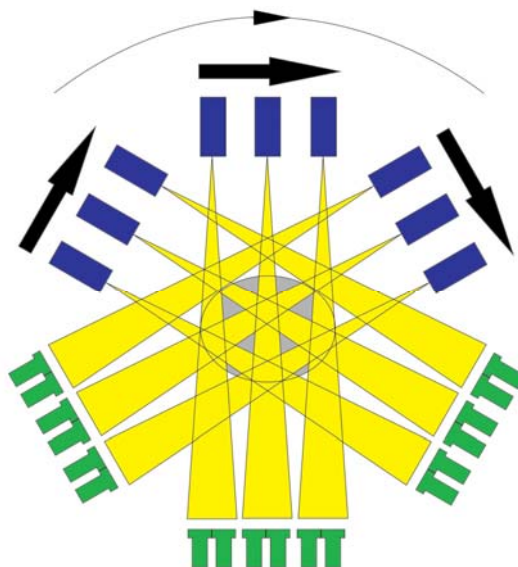
objetivo de melhorar a resolução e qualidade das imagens e ao mesmo tempo minimizar a dose de radiação a que o paciente era submetido.

Os primeiros sistemas tomográficos, chamados tomógrafos de primeira geração, possuíam um arranjo que permitia que as medidas fossem realizadas de forma similar à mostrada na Figura 8. Um detector media a atenuação que o corpo do paciente causava na radiação colimada de uma fonte de raios-X. O conjunto fonte-detector era então transladado horizontalmente para que fosse feita outra medida. Essa operação se repetia até que toda a linha horizontal do corpo fosse medida. O sistema fonte-detector era então rotacionado em um grau ( $1^\circ$ ) e as medidas com o sistema fonte-detector transladando horizontalmente começavam. Quando o sistema completava  $180^\circ$  ou  $360^\circ$  de rotação o sistema se movimentava verticalmente para que outra “fatia” fosse medida. A mostra como eram feitas as medidas.

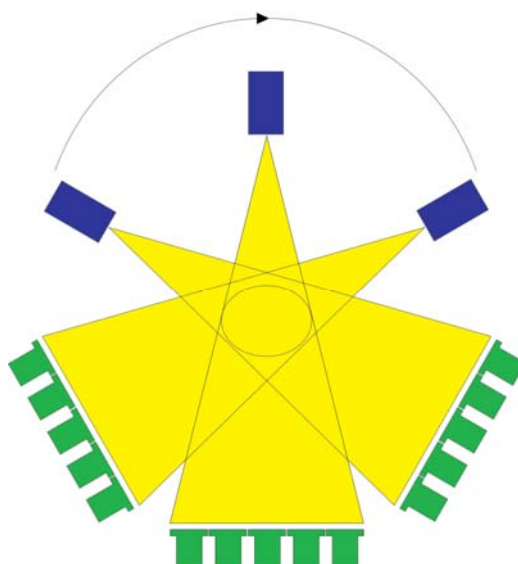
**Figura 9** – Realização de medidas com um tomógrafo de primeira geração



Nos tomógrafos de segunda geração o feixe não era mais colimado e tinha forma de leque, com uma abertura de  $3^\circ$  a  $10^\circ$ , resultando no uso de um número maior de detectores. O processo de translação continuava o mesmo, mas o ângulo de rotação era equivalente ao ângulo de abertura do feixe.

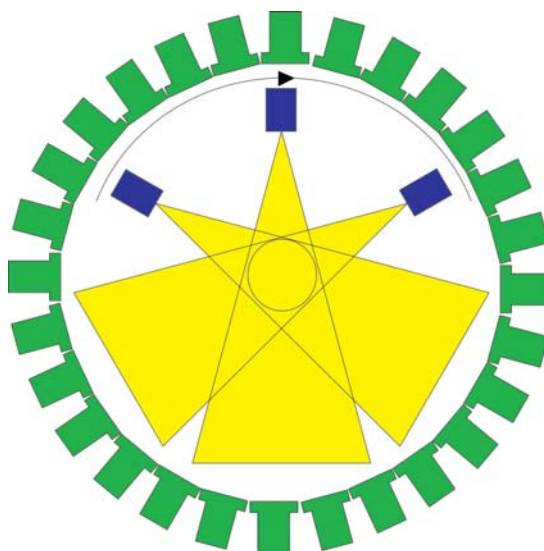
**Figura 10 – Tomógrafo de segunda geração**

A abertura do feixe nos tomógrafos de terceira geração é grande o suficiente para cobrir todo o corpo do paciente, o que faz com que o número de detectores aumente ainda mais. Desta forma não é mais necessário transladar o sistema fonte-detector, apenas rotacioná-lo.

**Figura 11 – Tomógrafo de terceira geração**

Nos tomógrafos de quarta geração há detectores nos 360° ao redor do paciente. Assim, apenas a fonte, cuja abertura do feixe continua cobrindo todo o corpo do paciente, é rotacionada.

**Figura 12** – Tomógrafo de quarta geração



### 3.5.2 Microtomografia de Raios-X

Devido à sua grande capacidade a tomografia computadorizada passou a ser utilizada também para análise de materiais. Inicialmente eram utilizados tomógrafos médicos, mas logo foram construídos tomógrafos específicos.

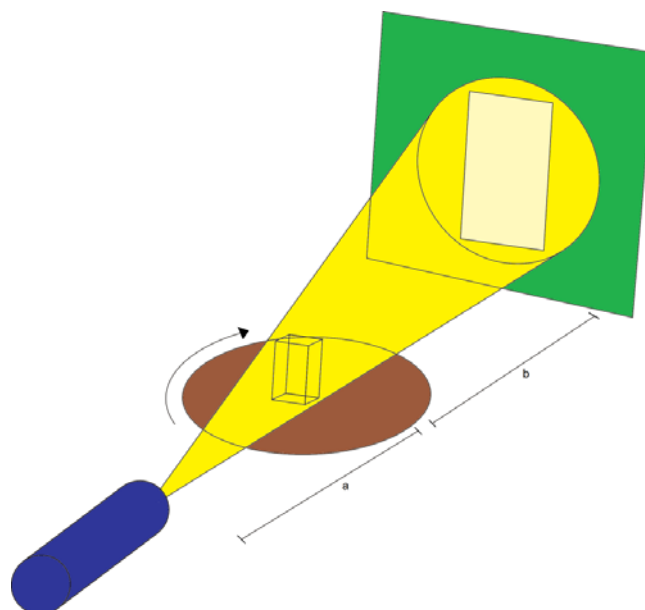
A primeira grande diferença entre um tomógrafo médico e um tomógrafo industrial está no sistema de rotação. Nos tomógrafos médicos o sistema fonte-detector rotaciona ao redor do paciente, mas nos tomógrafos industriais o sistema fonte-detector é mantido fixo e a amostra é rotacionada de 0° a 180° ou de 0° a 360°.

Outra diferença é que a maioria dos tomógrafos industriais utiliza um feixe cônico (ao invés de usar um feixe em forma de leque) combinado com uma câmara CCD. Isso permite que as medidas sejam realizadas sem transladar a amostra e com um intervalo de tempo menor.

Além disso, não há o problema de limitação do tempo de medida por causa da dose de radiação que o paciente receberia.

O desenvolvimento tecnológico permitiu que fossem geradas imagens com escalas cada vez menores e a tomografia computadorizada evoluiu para a microtomografia computadorizada, capaz de gerar imagens com resolução da ordem de micrometros. A Figura 13 mostra o esquema básico do funcionamento de um microtomógrafo com feixe cônico.

**Figura 13 – Arranjo microtomográfico**



Os tomógrafos industriais e os microtomógrafos oferecem ainda a opção de escolher qual será a resolução da imagem.

A resolução da imagem informa qual é o menor tamanho que um objeto pode ter para ser observado na imagem tomográfica. Isso significa que se a resolução utilizada é de  $30 \mu\text{m}$ , por exemplo, uma estrutura menor que  $30 \mu\text{m}$  não será identificada na imagem microtomográfica.

A resolução depende do detector e da distância fonte-amostra e amostra-detector. Ela pode ser calculada pela equação:

$$R = \frac{X}{M} \quad (3.32)$$

onde  $R$  é a resolução,  $X$  é o tamanho do pixel do detector e  $M$  é o fator de magnificação. Este último é obtido pela equação:

$$M = \frac{a+b}{a} \quad (3.33)$$

onde  $a$  é a distância fonte-amostra e  $b$  é a distância amostra-detector, como pode ser visto na Figura 13.

### 3.5.2.1 Caracterização geométrica

Um meio poroso pode ser representado por imagens binárias, que têm apenas as cores branco e preto. Esse meio pode ser caracterizado pela função de fase de poro  $Z(\mathbf{x})$ :

$$Z(\mathbf{x}) = \begin{cases} 1 & \text{quando } \mathbf{x} \text{ pertence ao espaço poroso} \\ 0 & \text{quando } \mathbf{x} \text{ não pertence ao espaço poroso} \end{cases} \quad (3.34)$$

onde  $\mathbf{x}$  é a posição do pixel em relação a um referencial arbitrário.

A porosidade  $\langle \phi \rangle$  representa a probabilidade de que um pixel arbitrário pertença à fase porosa e será dada pela média estatística da função de fase de poros:

$$\phi = \langle Z(\mathbf{x}) \rangle \quad (3.35)$$

A função de correlação  $\langle C(\mathbf{u}) \rangle$  representa a probabilidade de serem encontrados dois pixels que pertencem à fase porosa separados por uma distância  $\mathbf{u}$ . Ela pode ser escrita como:

$$C(\mathbf{u}) = \langle Z(\mathbf{x})Z(\mathbf{x} + \mathbf{u}) \rangle \quad (3.36)$$

Para que objetos presentes em uma imagem binária possam ser descritos pela morfologia matemática é necessário compará-los a outros objetos, de métrica conhecida, chamados elementos estruturantes. Esses elementos possuem métricas, diferentes da métrica euclidiana, que descrevem a conexão entre um pixel aleatório e sua vizinhança. As métricas mais utilizadas são as métricas  $d_4$ ,  $d_8$  e  $d_{3-4}$ , cujos elementos estruturantes podem ser vistos na Figura 14.

**Figura 14** – Elementos estruturantes das métricas  $d_4$ ,  $d_8$  e  $d_{3-4}$ . Extraída de (Imago - Manual Científico, 2002)



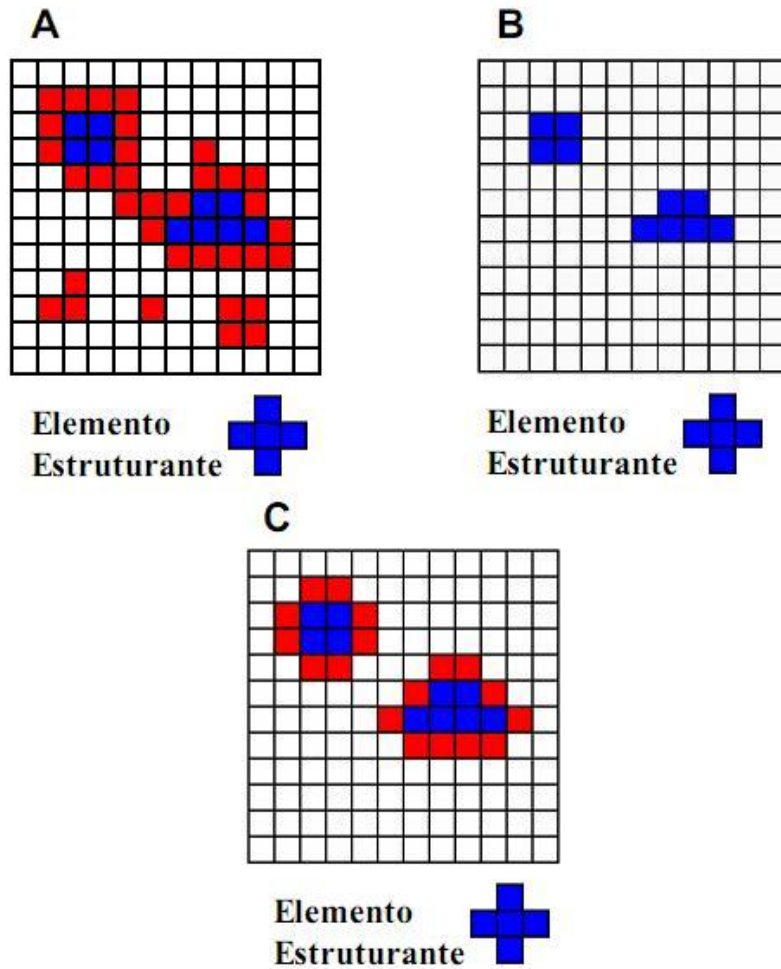
A distribuição de tamanhos de poros pode ser obtida após se aplicarem, em uma imagem binária, as operações de erosão e dilatação. A operação de erosão consiste em considerar cada pixel de uma determinada fase da imagem o pixel central de um elemento estruturante. Os pixels cuja vizinhança contém todo o elemento estruturante são mantidos e os que não contem são descartados, gerando-se uma nova imagem. A operação de dilatação também consiste em considerar todos os pixels de uma determinada fase da imagem o pixel central de um elemento estruturante. Entretanto, ela cria na imagem o que estiver faltando do elemento estruturante, gerando outra nova imagem. Esses dois processos aplicados a uma imagem podem ser vistos na Figura 15.

Em imagens binárias 2D a distribuição de tamanhos de poros é dada por:

$$F(r) = \frac{\phi - \phi(r)}{\phi} \quad (3.37)$$

onde  $\phi$  é a porosidade da imagem binária original e  $\phi(r)$  é a porosidade da imagem após a abertura com uma esfera de raio  $r$ .

**Figura 15** – Imagem original (A) que sofre um processo de erosão resultando em (B). A Imagem (B) sofre um processo de dilatação resultando em (C). Extraída de (Imago - Manual Científico, 2002)



### 3.5.2.2 Algoritmos de reconstrução e formação de imagens

Na seção 0 foi utilizado um exemplo simples de como recuperar os valores de coeficiente de atenuação de uma amostra e, com eles, montar uma imagem bidimensional. Entretanto para matrizes muito grandes o número de incógnitas e equações é tão alto que seriam necessárias várias horas para a reconstrução de uma única imagem.

Existem muitos algoritmos para reconstrução de imagem, mas o mais conhecido e utilizado é o algoritmo de retroprojeção filtrada. A retroprojeção ocorre da seguinte forma: O valor medido da atenuação de um feixe de radiação (ou uma projeção) é associado a todos os elementos ao longo do feixe. A sobreposição de retroprojeções feitas em diferentes ângulos  $\theta$  fará com que se crie um contraste entre elementos de coeficientes de atenuação diferentes. Por isso, quanto maior for o número de projeções mais nítida será a imagem.

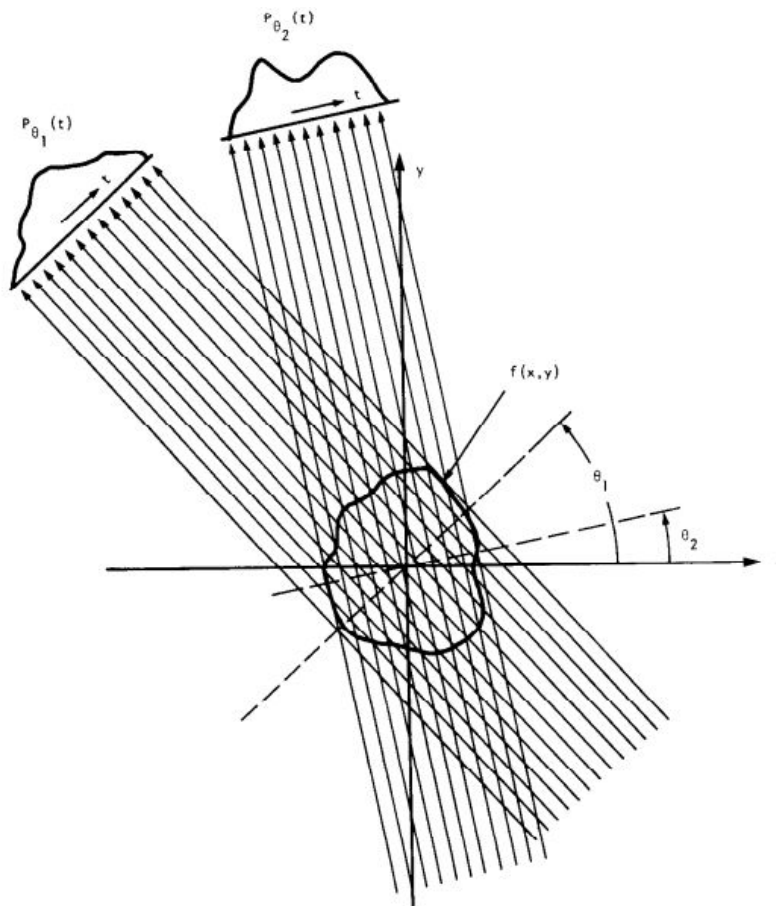
Entretanto, quando se faz uma retroprojeção valores de coeficientes de atenuação são associados a espaços vazios. Isso faz com que a imagem formada fique “borrada”. Para eliminar os borrões é necessário aplicar um filtro (executar a filtragem). O filtro é uma operação matemática efetuada em uma imagem que atenua ou enfatiza diferentes frequências, destacando diferentes características da imagem. O processo de filtragem poderá associar valores negativos à projeção. Esses valores serão cancelados com a sobreposição de retroprojeções com valores positivos, diminuindo os “borrões” da imagem.

No processo de retroprojeção se considera que a atenuação do feixe é uniforme durante toda a sua trajetória, de forma que a atenuação calculada é proporcional à atenuação medida.

Considerando o feixe como uma linha que atravessa a amostra, o objeto é modelado a partir de uma distribuição da atenuação do raio-X ao longo desta linha, a integral sobre ela representa a atenuação total sofrida pelo feixe que atravessa o objeto.

A projeção é formada pela combinação de um arranjo de integrais de linha de uma série de raios paralelos denotada por  $P_{\theta}(t)$  para um  $\theta$  constante, como pode ser observado na Figura 16.

**Figura 16** – Projeções formadas por raios paralelos e tomadas em ângulos diferentes. Extraída de Kak & Slaney (1999).



A projeção pode ser escrita como (Kak & Slaney, 1999):

$$P_{\theta}(t) = \int f(x, y) ds \quad (3.38)$$

onde  $f(x, y)$  representa uma integral de linha dos parâmetros  $(\theta, t)$ . A função utilizada pelo algoritmo, adotada para rotações de  $0^{\circ}$  a  $180^{\circ}$  é (Kak & Slaney, 1999):

$$f(x, y) = \int_0^{\pi} Q_{\theta}(x \cos \theta + y \sin \theta) d\theta \quad (3.39)$$

onde:

$$Q_{\theta}(t) = \int_{-\infty}^{\infty} S_{\theta}(w) |w| e^{j2\pi w t} dw \quad (3.40)$$

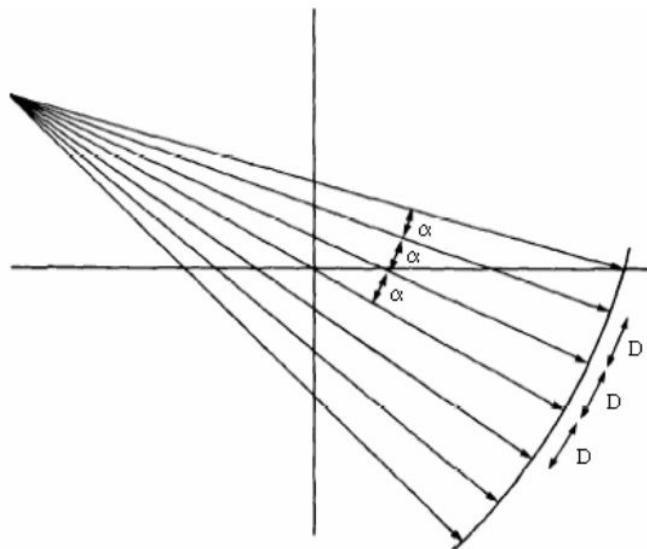
sendo que  $S_{\theta}(w)$  é a transformada unidimensional de Fourier da projeção  $P_{\theta}(t)$ , que é igual a uma transformada de uma fatia bidimensional do objeto original.

Para rotações de  $0^{\circ}$  a  $360^{\circ}$  o limite superior da equação (3.39) deve ser alterado para  $2\pi$ .

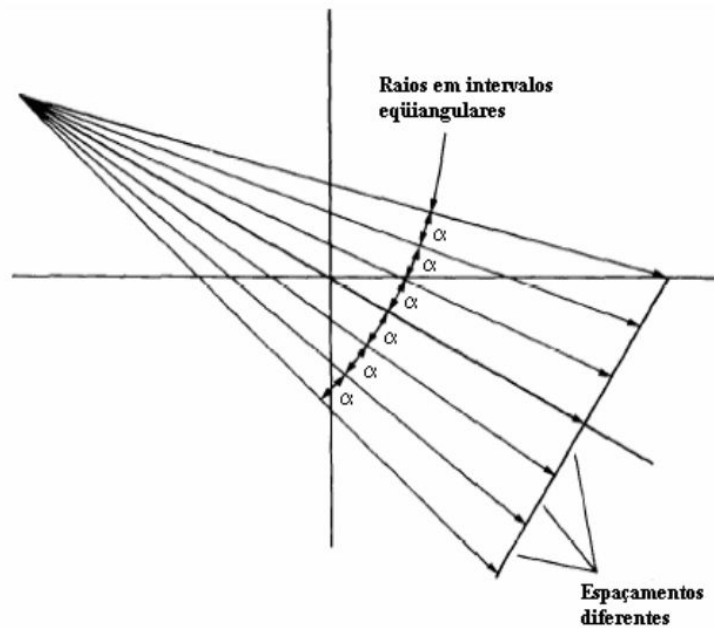
Para sistemas tomográficos que trabalham com feixes cônicos a função  $f(x,y)$ , mostrada na equação (3.39) para feixes paralelos, deve ser modificada. Existem dois tipos de arranjos tomográficos para feixes cônicos, que diferem quanto ao formato dos detectores e a forma que os feixes incidem neles.

A Figura 17 mostra o arranjo em que detectores são montados formando um arco e os feixes incidem com espaçamentos iguais. A Figura 18 mostra o outro tipo de arranjo, em que os feixes chegam aos detectores com espaçamentos diferentes devido ao fato de os detectores estarem formando um plano.

**Figura 17** – Arranjo tomográfico com feixes incidindo com mesmo ângulo e espaçamentos iguais em detectores formando semicírculo. Extraída de KaK & Slaney (1999).



**Figura 18** – Arranjo tomográfico com feixes incidindo como mesmo ângulo e espaçamentos diferentes em detectores formando um plano. Adaptada de KaK & Slaney (1999).



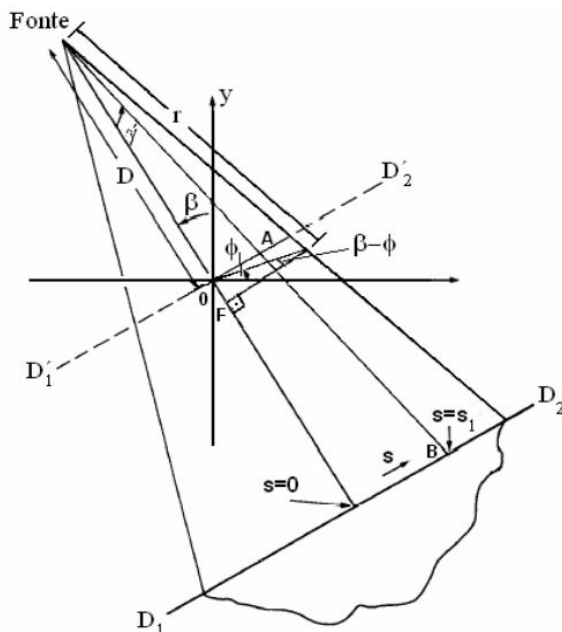
Para descrever projeções com feixe em cônico, a função  $f(x, y)$  deve ser escrita em coordenadas polares. A partir da função  $f(x, y)$  é transformada na função  $f(r, \phi)$  pelas equações:

$$\begin{cases} x = r \cos \phi \\ y = r \sin \phi \end{cases} \quad (3.41)$$

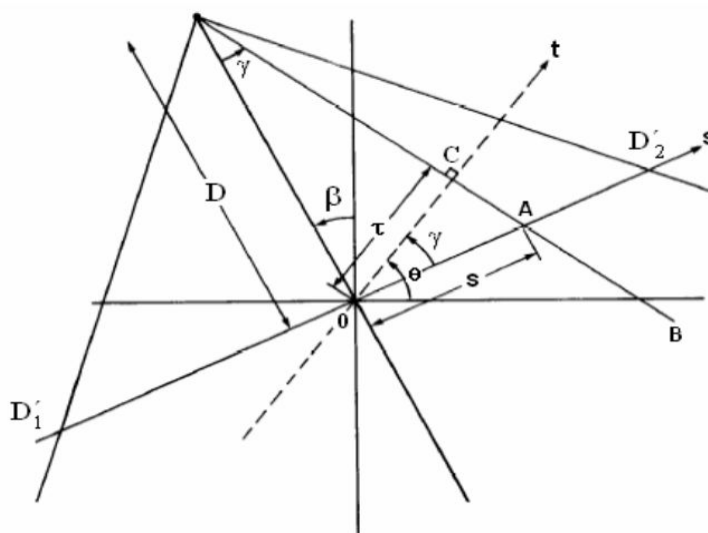
Para simplificar e ter uma melhor visualização, considere na Figura 19 o detector imaginário  $D'_1 - D'_2$ , que passa pela origem, e as seguintes transformações que seguem a seguir:

$$\begin{cases} t = s \cos \gamma \\ t = \frac{sD}{\sqrt{D^2 + s^2}} \\ \theta = \beta + \gamma \\ \theta = \beta + \tan^{-1} \frac{s}{D} \end{cases} \quad (3.42)$$

**Figura 19** – Transformação de coordenadas cartesianas para coordenadas polares. Adaptada de KaK & Slaney (1999).



**Figura 20** – Novos parâmetros a serem utilizados no algoritmo de reconstrução. Extraída de KaK & Slaney (1999).



Utilizando o conjunto de equações (3.42) e com algumas operações matemáticas a função  $f(r, \phi)$  pode ser escrita como (Kak & Slaney, 1999):

$$f(r, \phi) = \frac{1}{2} \int_{-\tan^{-1}\left(\frac{s_m}{D}\right)}^{2\pi - \tan^{-1}\left(\frac{s_m}{D}\right)} \int_{-s_m}^{s_m} P_{\beta+\gamma} \left( \frac{sD}{\sqrt{D^2+s^2}} \right) h \left[ r \cos \left( \beta + \tan^{-1} \left( \frac{s}{D} \right) - \phi \right) \right] \frac{D^3}{(D^2+s^2)^2} ds d\beta \quad (3.43)$$

onde  $S_m$  é o maior valor de  $s$  em cada projeção que corresponde a  $t_m$  em projeções paralelas e a expressão  $P_{\beta+\gamma} \left( \frac{sD}{\sqrt{D^2+S^2}} \right)$  corresponde à integral do raio  $\overline{SA}$  na projeção paralela  $P_{\theta}(t)$ .

A equação (3.43), descrita para rotações de  $0^\circ$  a  $360^\circ$ , tem solução não-trivial e pode ser vista em detalhes no terceiro capítulo de KaK & Slaney (1999).

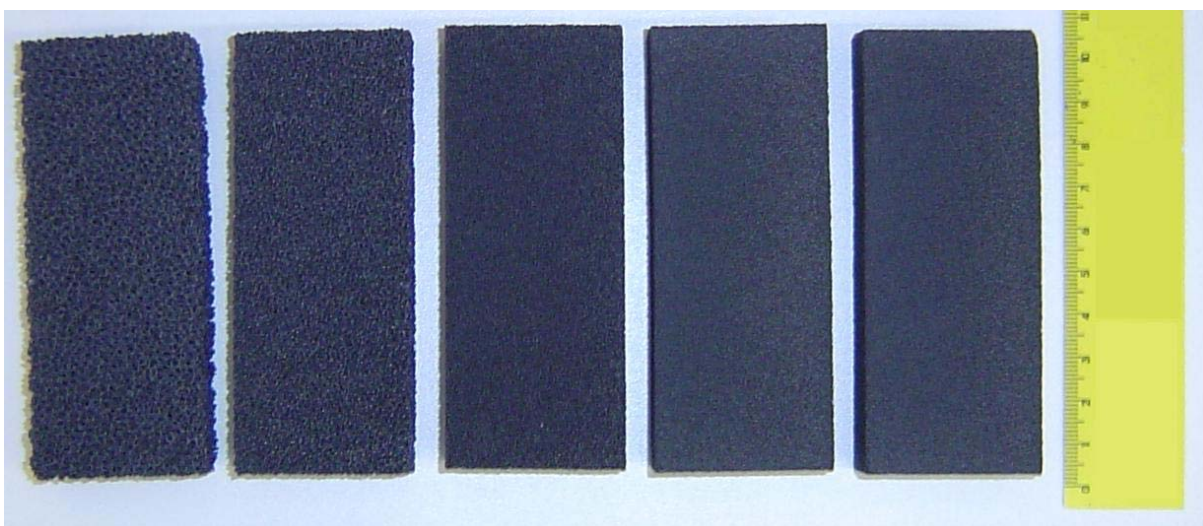
## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 AMOSTRAS

Neste trabalho foram utilizadas espumas cerâmicas de carbeto de silício (SiC). Essas espumas foram fabricadas pela empresa americana Erg Aerospace e têm em sua composição 66% de silício e 34% de carbono, com densidade de partícula de  $3,21 \text{ g/cm}^3$ .

Para as medidas de transmissão de raios gama foram utilizadas treze amostras em forma de poliedro com bases retangulares e com dimensões nominais de  $2 \times 4 \times 10 \text{ cm}$ . Essas amostras foram divididas em cinco grupos de diferentes densidades de poros: 30 poros por polegada (ppi), 45 ppi, 60 ppi, 80 ppi e 100 ppi. Havia duas amostras no grupo de 30 ppi (diferenciadas pelos códigos A2 e A3), duas amostras no grupo de 45 ppi (B2 e B3) e três amostras nos grupos 60 ppi (C1, C2 e C3), 80 ppi (D1, D2, D3) e 100 ppi (E1, E2 e E3). A Figura 21 mostra uma foto em que há uma amostra de cada grupo.

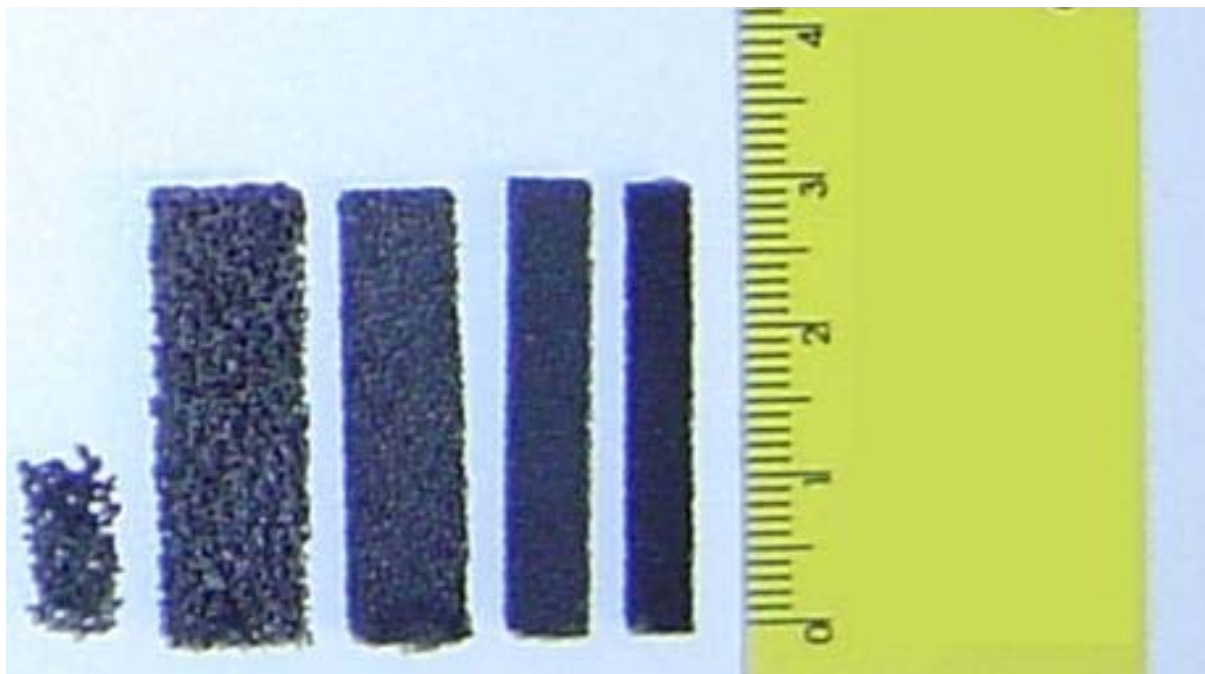
**Figura 21** – Amostras utilizadas nas medidas de transmissão de raios gama



Nas medidas de microtomografia de raios-X foram utilizadas cinco amostras, cada uma com densidade de poros de 30 ppi, 45 ppi, 60 ppi, 80 ppi e 100ppi respectivamente. Essas amostras não foram manipuladas, ou seja, foram medidas exatamente como foram adquiridas do fabricante. As dimensões das

amostras podem ser vistas na Tabela , enquanto fotos das amostras são mostradas na Figura 22.

**Figura 22** – Amostras utilizadas nas medidas de microtomografia de raios-X.



**Tabela 2** – Dimensões das amostras de SiC utilizadas nas medidas de microtomografia de raios-X.

Amostra (ppi)	Dimensões (cm x cm x cm)
30	1,06 x 0,51 x 0,49
45	3,02 x 0,94 x 0,54
60	3,01 x 0,78 x 0,41
80	3,04 x 0,47 x 0,48
100	3,35 x 0,35 x 0,41

#### 4.2 SISTEMA DE MEDIDAS DE TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA

As medidas de transmissão de raios gama foram realizadas no Laboratório de Física Nuclear Aplicada (LFNA) da Universidade Estadual de Londrina (UEL). O sistema utilizado é composto por uma mesa de movimentação

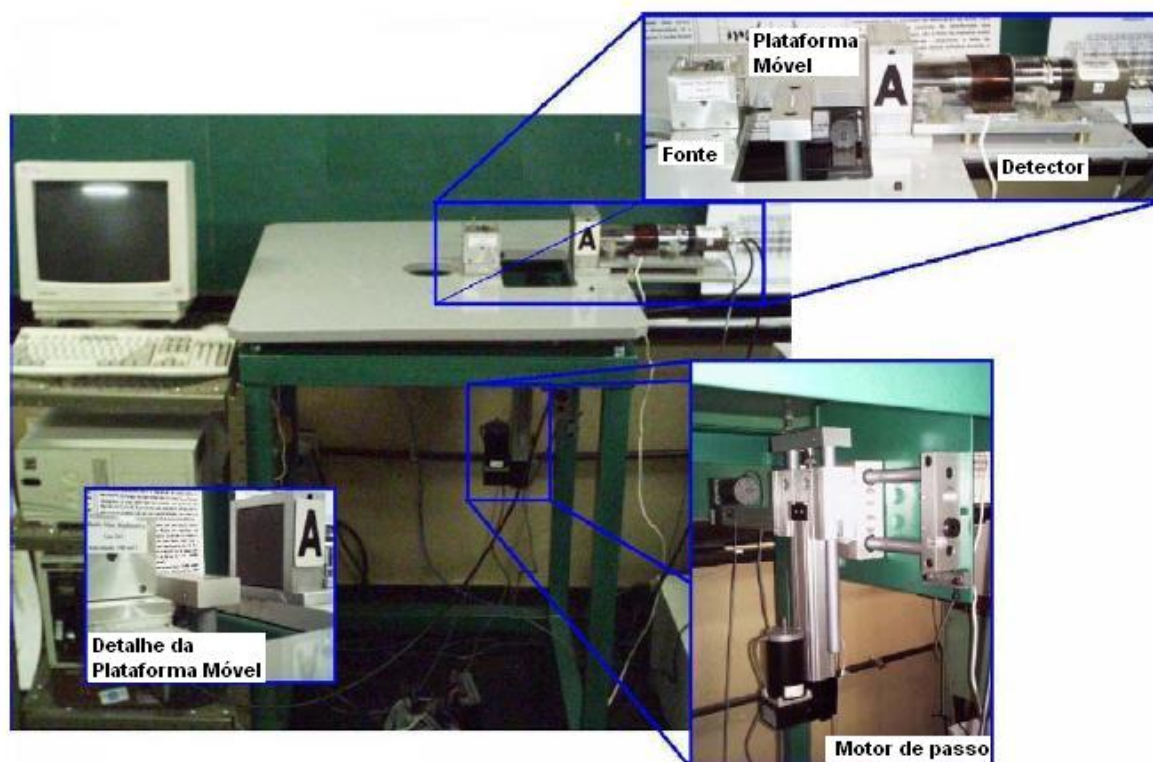
micrométrica, uma fonte de amerício 241 ( $^{241}\text{Am}$ ) e um detector de iodeto de sódio dopado com tálio ( $\text{NaI}(\text{Tl})$ ).

#### 4.2.1 Mesa Micrométrica

A mesa automatizada de movimentação micrométrica é equipada com um motor de passo e uma plataforma móvel, o que permite movimentar a amostra horizontalmente e verticalmente, ou seja, com dois graus de liberdade. Como o próprio nome já sugere, a menor unidade de movimentação é de um micrometro ( $1\ \mu\text{m}$ ).

A Figura 23 mostra uma foto da mesa micrométrica, sobre a qual estão a fonte radioativa e o detector, com alguns elementos em destaque.

**Figura 23** – Mesa micrométrica. Extraída de Moreira (2006).



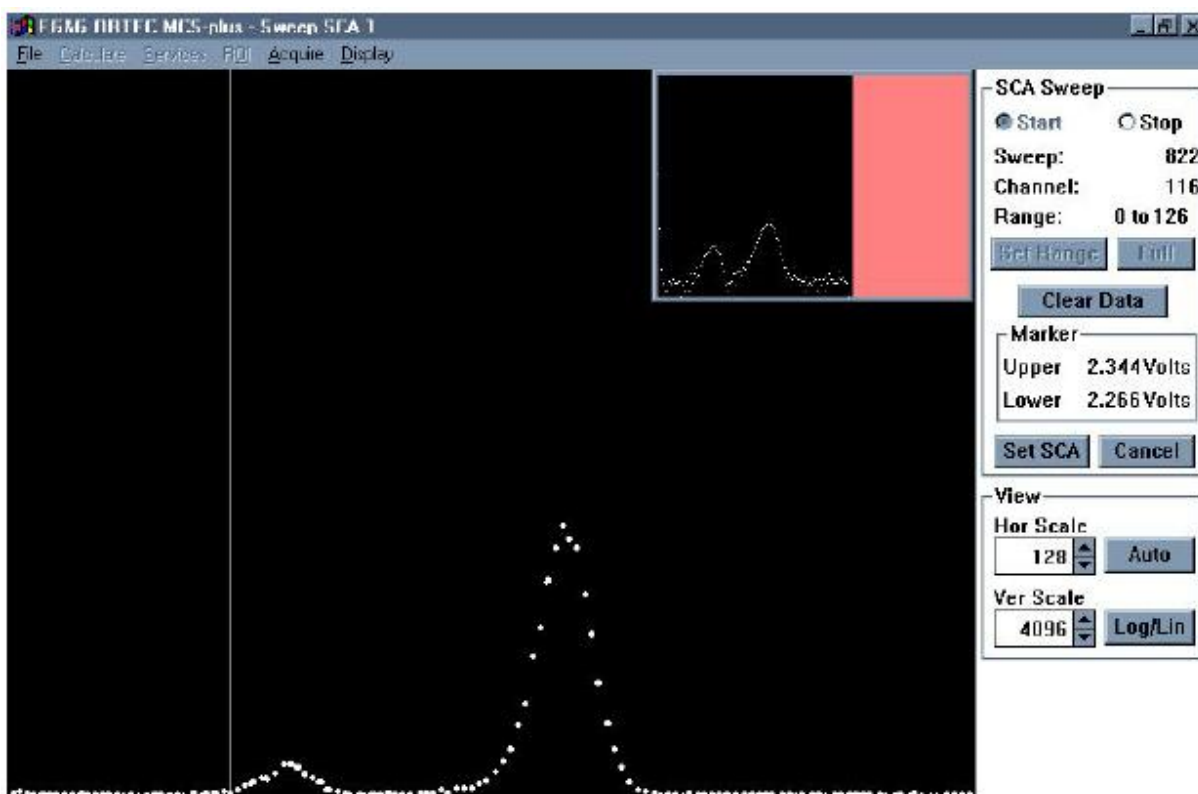
#### 4.2.1.1 Softwares de controle da mesa micrométrica

Os softwares MCS-Plus e SAMARA são os softwares que gerenciam a mesa micrométrica, sendo, desta forma, essenciais para a realização das medidas.

O MCS-Plus (ORTEC) é um software que permite a visualização do espectro da fonte radioativa utilizada, ou seja, mostra a intensidade da radiação detectada em função da tensão correspondente à energia. Com ele é possível selecionar o intervalo de tensão correspondente ao pico de interesse. Os dados obtidos através deste software são necessários para a utilização do software SAMARA.

Na Figura 24 pode ser observado o espectro levantado para a fonte de  $^{241}\text{Am}$ . O pico maior, à direita, corresponde à energia de 59,54 KeV, enquanto o menor, à esquerda, corresponde ao pico de 26,35 KeV.

**Figura 24** – Espectro visualizado através do MCS-Plus



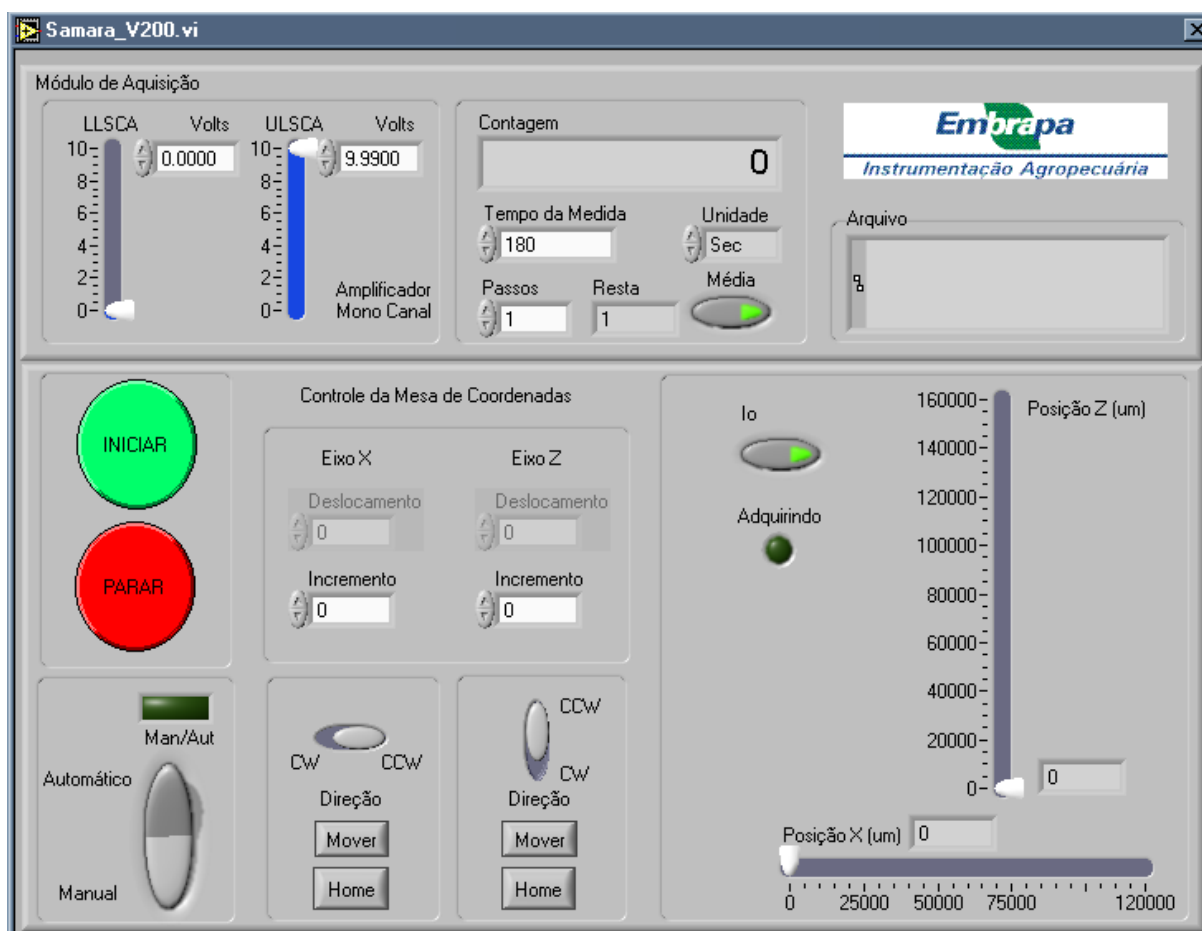
O software SAMARA, desenvolvido pelo CNPDIA/EMBRAPA, de São Carlos, gerencia a movimentação e a aquisição de dados com a mesa micrométrica.

Ele necessita do intervalo de tensão fornecido pelo software MCS-Plus, para que sejam contados apenas os fótons com energia dentro do pico de energia de interesse, e do tempo de duração de cada medida.

A movimentação da amostra ocorre ao se fornecer ao software as posições iniciais e finais de medida e o incremento de posição, na horizontal e na vertical.

O software SAMARA também permite que sejam feitas quatro medidas consecutivas em um mesmo ponto, sendo o tempo de cada medida igual ao tempo pré-estabelecido para uma medida, para que seja registrado apenas o valor médio dessas quatro medidas. Ele ainda tem uma função para que seja medido o valor do feixe inicial após a realização das medidas.

**Figura 25** – Tela de aquisição do software Samara

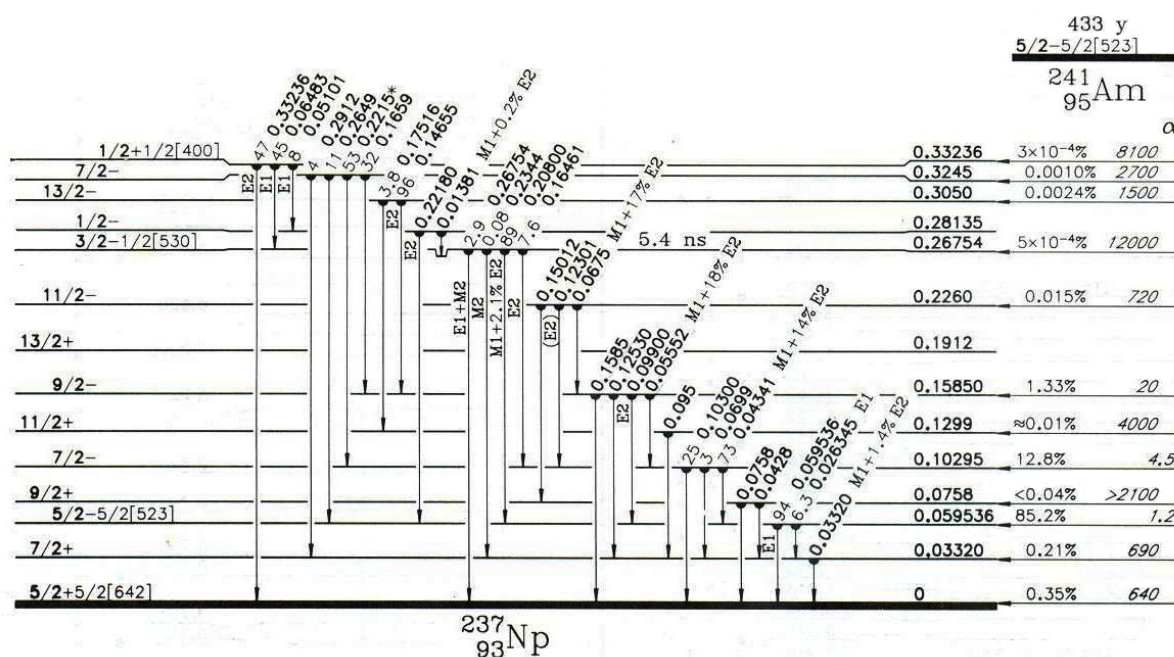


#### 4.2.2 Fonte Radioativa de $^{241}\text{Am}$

A fonte de raios gama utilizada neste trabalho foi uma fonte  $^{241}\text{Am}$ , com atividade de  $100\ \mu\text{Ci}$  e blindada com chumbo. Na saída da fonte e na entrada do detector são utilizados colimadores cilíndricos de chumbo para que o feixe tenha um diâmetro de dois milímetros.

O  $^{241}\text{Am}$  tem 432,2 anos de meia vida e decai, por emissão de partículas  $\alpha$ , para o Netúnio 237 ( $^{237}\text{Np}$ ). Esse decaimento ocorre com uma probabilidade de 85,2 % para o segundo estado excitado do  $^{237}\text{Np}$ , que se desexcita emitindo radiação gama de 59,54 keV, conforme a Figura 26.

**Figura 26** – Níveis de energia do  $^{237}\text{Np}$ . Extraído de (Firestone, 1999).



O segundo estado excitado do  $^{237}\text{Np}$  possui energia de 59,54 KeV, momento angular 5/2 e paridade negativa. O estado fundamental do  $^{237}\text{Np}$  tem energia zero, momento angular 5/2 e paridade positiva. A desexcitação mais provável do segundo estado excitado ocorre para o estado fundamental do  $^{237}\text{Np}$  por emissão de raios gama com energia de 59,54 keV, sendo que esta transição ocorre para um dipolo do tipo elétrico. Também pode ocorrer, com probabilidade de 6,71%, uma transição do segundo estado excitado para o primeiro estado excitado, que tem

energia de 33,19 keV, momento angular 7/2 e paridade positiva. O raio gama emitido por essa transição tem energia de 26,35 keV e é do tipo dipolo elétrico.

Existem ainda 12,8 % de probabilidade do  $^{241}\text{Am}$  decair para o quarto estado excitado do  $^{237}\text{Np}$ , cuja energia é de 102,96 keV, o momento angular é 7/2 e a paridade é negativa. A desexcitação mais provável para este estado é uma transição para o segundo estado excitado com uma emissão de um raio gama com energia de 43,42 keV do tipo dipolo magnético.

Assim, o fato da fonte de  $^{241}\text{Am}$  decair com alta probabilidade para o segundo estado excitado do  $^{237}\text{Np}$  implica na emissão de raios gama cujo pico de energia mais intenso de 59,54 keV. Por esta razão este foi o pico de energia escolhido para a realização deste trabalho.

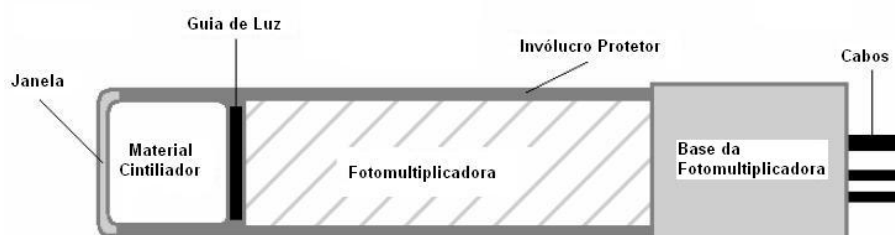
#### 4.2.3 Detector de Iodeto de Sódio Dopado com Tálcio (NaI(Tl)).

Neste trabalho foi utilizado um detector cintilador de Iodeto de Sódio dopado com Tálcio (NaI(Tl)).

Os detectores cintiladores estão entre os mais usados para detectar radiação eletromagnética. Basicamente, eles funcionam da seguinte forma: alguns materiais emitem sinais de luz (cintilam) ao interagir com a radiação e posteriormente se desexcitam. Através de uma fotomultiplicadora, esses sinais de luz podem ser amplificados e transformados em sinais elétricos, que são facilmente contados (Leo, 1993).

A estrutura básica de um detector cintilador pode ser vista na Figura 27.

**Figura 27 – Detector cintilador.**



Existem diversos materiais, orgânicos e inorgânicos, que cintilam e podem ser utilizados para compor um detector. Para isso uma de suas principais características deve ser a fluorescência, ou seja, eles devem se desexcitar imediata e rapidamente emitindo luz visível após serem excitados pela radiação.

Os materiais mais utilizados como cintiladores inorgânicos são os cristais formados a partir de metais alcalinos e halogênios dopados com uma pequena quantidade de impureza ativadora.

O Iodeto de Sódio dopado com Tálcio é o cristal mais utilizado em detectores cintiladores em razão de sua farta emissão de luz e boa resolução em energia.

#### 4.3 MICROTOMÓGRAFO SKYSCAN 1172

O microtomógrafo utilizado neste trabalho foi o microtomógrafo modelo 1172, fabricado pela empresa belga Skyscan. Ele está instalado no Centro de Pesquisas da Petrobrás (CENPES), localizado no Rio de Janeiro. A Figura 28 mostra uma foto do microtomógrafo.

Esse microtógrafo tem uma fonte de raios-X microfoco, modelo L7901-1, fabricada pela empresa Hamamatsu Photonics. O tubo de raios-X tem alvo feito de tungstênio, janela de berílio com espessura de 150  $\mu\text{m}$  e opera a tensões que variam de 20 KV a 100 KV e correntes que variam de 0 a 250  $\mu\text{A}$ , com potência máxima de 10 W (100 kV Microfocus X-Ray Source L7901-01 - Instruction Manual, 2004).

O detector do microtomógrafo é uma câmara CCD digital (abreviação para o nome em inglês, charged coupled device), modelo C4742-55-12HRF, também fabricada pela empresa Hamamatsu Photonics. Ela tem resolução máxima de 4000x2624 pixels (Digital CCD Camera C4742-55-12HRF - Instruction Manual, 2004).

O microtomógrafo permite escolher entre três opções de filtro para o tubo de raios-X: sem filtro, filtro de alumínio e filtro de alumínio mais filtro de cobre.

Para a realização das medidas é necessário escolher os parâmetros de aquisição. A escolha adequada dos parâmetros é essencial para a obtenção de boas imagens.

Entre os principais parâmetros de aquisição estão a tensão do tubo (que vai determinar a intensidade do feixe transmitido), o filtro (que diminui a intensidade do feixe e “limpa” o espectro de energia), o número de frames (número de medidas de projeções cuja média será uma medida de projeção), o passo angular e o ângulo total de rotação (que determinam quantas projeções serão medidas), o número de pixels da câmara (4000x2624, 2048x1024 ou 1024x512) e o tempo de exposição de cada projeção.

**Figura 28** – Microtomógrafo Skyscan 1172, com suporte para amostra em detalhe. Extraída de Moreira (2006).

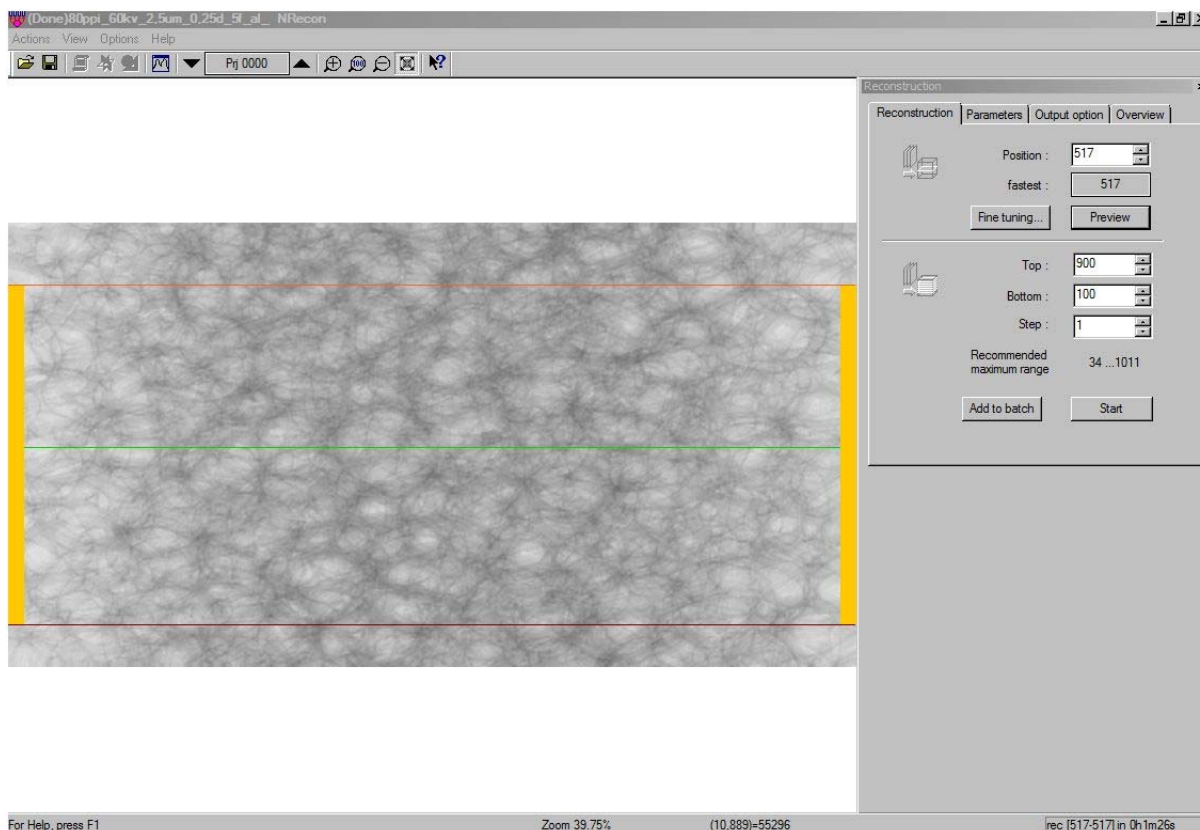


#### 4.3.1 Software NRecon

O NRecon é um software desenvolvido pela empresa Skyscan, e disponibilizado juntamente com o microtomógrafo 1172, para a reconstrução das imagens 2D a partir das projeções microtomográficas. Nele está implementado o algoritmo de retroprojeção filtrada com correção para feixe cônico (Feldkamp, 1984). A Figura 29 mostra a tela inicial do NRecon.

Esse software pode trabalhar com um cluster de computadores diminuindo o tempo necessário para reconstruir as imagens. Ele ainda possui ferramentas que permitem a otimização dos parâmetros de reconstrução.

**Figura 29** – Tela inicial do software NRecon



## 4.4 OUTROS SOFTWARES UTILIZADOS

### 4.4.1 WinXCom

Embora seja possível encontrar na literatura coeficientes de atenuação para muitos elementos e energias, nem sempre se encontra o valor para o elemento desejado ou para a energia desejada.

Por esta razão o software XCOM foi desenvolvido no National Institute of Standards and Technology (NIST). Esse software fornece as seções de choque para qualquer elemento, composto ou mistura desejado, para energias entre 1 keV e 100 GeV (Berger, et al., 1998).

O XCOM utiliza um grande banco de dados extraído de (Veigele, 1973), (Hubbell, 1975), (Leroux, 1977), (Hubbell, 1979), (Henke, 1982), (Hubbell, 1982), sendo que alguns dos valores sofreram correções. Esses dados são interpolados ou combinados para fornecer os coeficientes de atenuação de massa (Berger, et al., 1998).

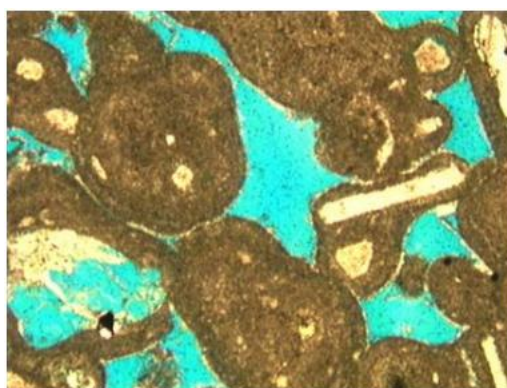
Como pode ser visto em (Gerward, 2001) e (Gerward, 2004), o software XCOM, originalmente criado para trabalhar no sistema operacional DOS, foi reprojetoado para trabalhar com o sistema operacional Windows e rebatizado com o nome WinXCOM.

#### 4.4.2 Imago

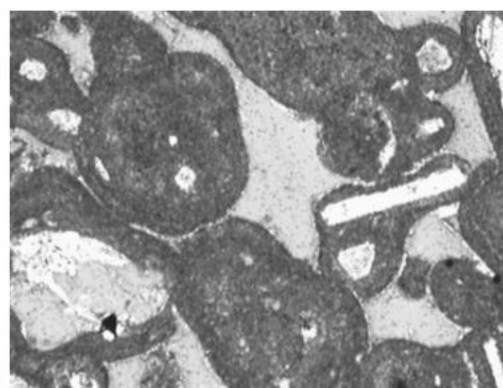
O software Imago é um software de análise de imagens 2D, desenvolvido em conjunto pelo Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas (LMPT) da Universidade Federal de Santa Catarina, pela empresa Engineering Simulation and Scientific Software (ESSS) e pelo Centro de Pesquisas da Petrobrás (CENPES).

O Imago trabalha com qualquer imagem digital como dado de entrada. Em geral são utilizadas imagens em tons de cinza, os quais podem variar de 0 a 255, onde 0 corresponde ao preto e 255 corresponde ao branco. Esse é padrão de uma imagem codificada em uma estrutura de dados de 8 bits/pixel. A Figura 30 mostra a comparação entre uma imagem colorida e em tons de cinza.

**Figura 30** – Imagem colorida (a) em tons de cinza (b). Extraída de (Imago - Manual Científico, 2002).



(a)



(b)

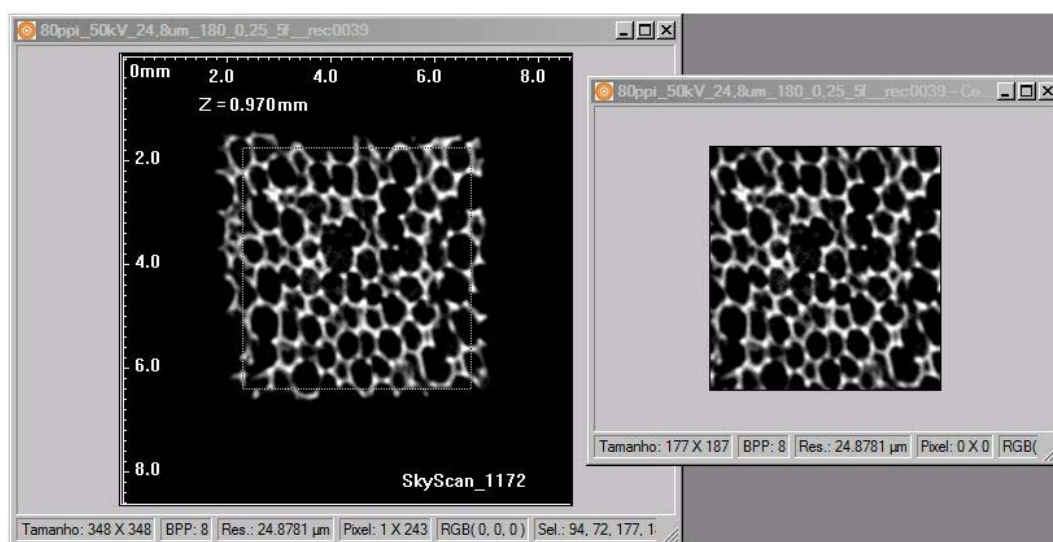
A imagem em tons de cinza pode ser processada para a realização da análise ou pode ser analisada diretamente. O Imago possui ferramentas de filtragem que permitem eliminar ruídos que atrapalhem a análise da imagem.

O primeiro passo da análise propriamente dita é a escolha de uma região de interesse, uma área retangular da imagem em tons de cinza. É necessário tomar cuidado com a escolha da região de interesse, “aproveitando” o máximo possível da amostra sem selecionar regiões que não pertencem à amostra. Após essa escolha é utilizada a ferramenta “recortar” para gerar uma imagem apenas com a área selecionada. Isso é mostrado na Figura 31.

Na seqüência é realizada a etapa mais importante da análise de imagens, que é a segmentação de imagens. O processo de segmentação de imagens consiste em separar cada fase da amostra escolhendo um limiar, um tom de cinza limite entre duas fases.

Para que seja realizada a segmentação o Imago gera um histograma de níveis de cinza, no qual é possível ver a freqüência com que cada nível de cinza aparece na imagem. Um exemplo de histograma de níveis de cinza é mostrado na Figura 32.

**Figura 31** – Seleção de uma região de interesse (esquerda) e imagem recortada (direita)

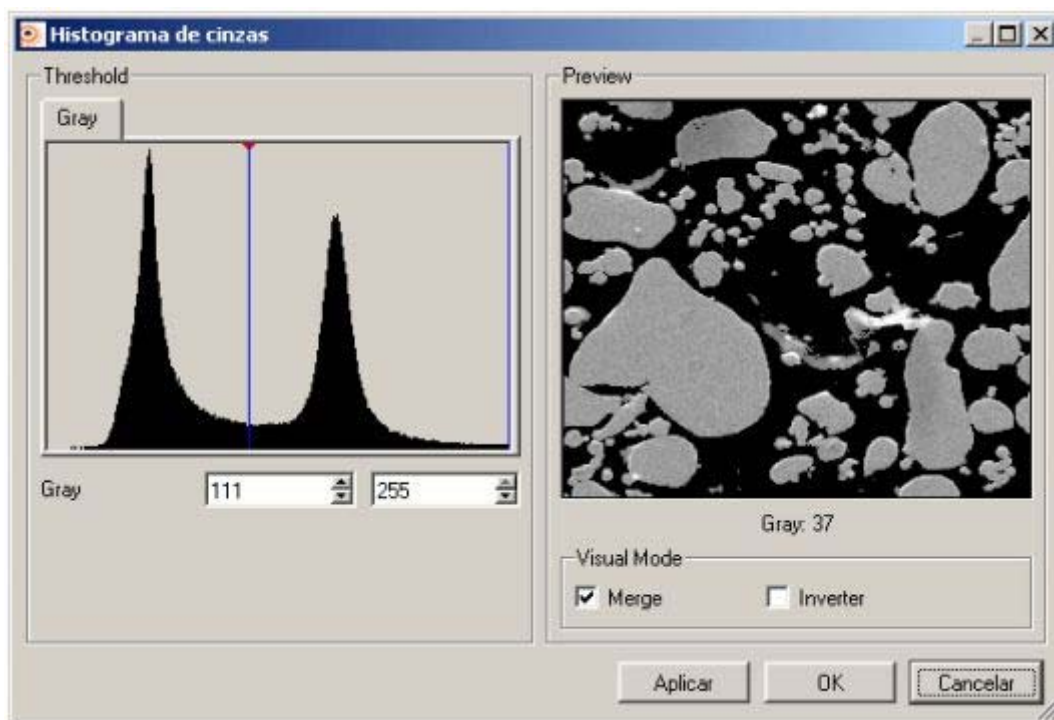


O sistema de segmentação implementado no Imago é chamado segmentação binária, no qual a imagem é segmentada em apenas duas fases. Uma

dessas fases terá a cor preta e a outra fase terá a cor branca. Esse tipo de segmentação também é chamado de binarização.

A binarização é normalmente utilizada para separar a fase porosa da fase sólida de uma amostra. Ela deve ser realizada com muito cuidado e atenção, pois ela vai gerar a imagem binária da qual serão extraídos todos os parâmetros estruturais, como porosidade e distribuição de tamanhos de poros.

**Figura 32** – Histograma de níveis de cinza. Extraído de (Imago - Manual Científico, 2002).



## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA

A eletrônica da mesa micrométrica foi ligada 24 horas antes da realização das medidas para garantir a estabilidade do equipamento. A tensão aplicada no detector de NaI(Tl) foi de 1150 V.

Antes de cada nova medida foi levantado um novo espectro e selecionado o intervalo de tensão correspondente ao pico de 59,54 keV através do software MCS-Plus (seção 0). Esse intervalo de tensão variou menos de 5 % durante o período de realização das medidas.

Em todas as medidas foi utilizado um recurso do software de aquisição SAMARA (seção 0) para que cada medida fosse o resultado de uma média de quatro medidas consecutivas. Os tempos de medidas relatados neste trabalho se referem ao tempo de cada uma das medidas da média e não ao tempo total de uma medida.

Todos os tempos de medida foram escolhidos de forma que o feixe transmitido tivesse mais de 100000 contagens, o que garante uma boa estatística para as medidas.

#### 5.1.1 Acurácia da Técnica

A técnica de transmissão de raios gama é utilizada para medir os coeficientes de atenuação das amostras.

Para testar a acurácia do sistema de transmissão de raios gama utilizado, foram medidos previamente o coeficiente de atenuação da água e do alumínio. Para a medida do coeficiente de atenuação da água foi utilizada uma caixa de acrílico de dimensões nominais de 10x10x5 cm, com o feixe de raios gama atravessando a amostra pela espessura de 5 cm. Medidas feitas com um paquímetro digital, mostraram que o valor médio era de  $4,427 \pm 0,064$  cm para a distância entre as bordas internas da caixa, que correspondia à “espessura” da amostra de água.

As medidas foram feitas em 16 pontos da amostra com duração de 400 segundos para cada ponto. As medidas da intensidade do feixe inicial ( $I_0$ ) foram

feitas em 10 pontos, antes das medidas na amostra, com duração de 400 segundos em cada ponto e realizaram-se com o feixe atravessando a caixa de acrílico vazia, para que a atenuação feita pelo acrílico pudesse ser desconsiderada.

A medida do coeficiente de atenuação do alumínio foi feita em uma placa de alumínio com espessura média de  $0,106 \pm 0,002$  cm. Foram feitas 10 medidas, cada uma com 180 segundos de duração, na amostra e duas medidas para a intensidade inicial do feixe, sendo uma antes e outra depois das medidas na amostra.

Os resultados obtidos, num intervalo de confiança de 95 %, podem ser vistos na Tabela , que compara os valores do coeficiente de atenuação da água e do alumínio fornecidos pela literatura e pelo software WinXCom (multiplicando o coeficiente de atenuação de massa fornecido por este software pela densidade do material) para a linha de energia de 59,54 KeV da fonte de amerício.

**Tabela 3** – Comparação de valores para os coeficientes de atenuação linear da água e do alumínio.

	Presente trabalho	Ferraz (1974)	Marques (2008)	WinXCom
Coeficiente de atenuação linear da água (cm-1)	0,2010 – 0,2018	0,198 – 0,202	0,200 – 0,204	0,207
Coeficiente de atenuação linear do alumínio (cm-1)	0,71 – 0,74	-----	0,68 – 0,80	0,76

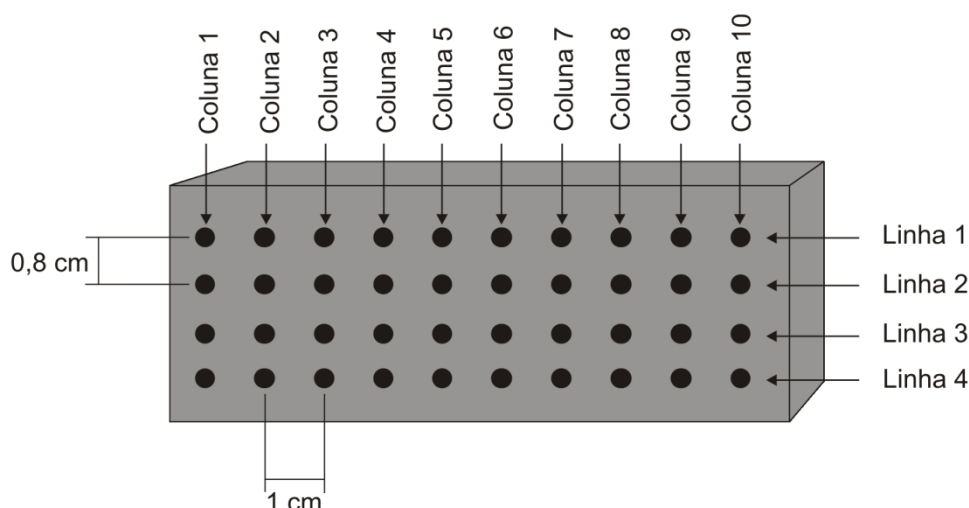
A concordância dos dados obtidos neste trabalho com os encontrados na literatura mostra que o equipamento utilizado está bem calibrado e é confiável.

### 5.1.2 Perfis de Porosidade e Porosidade Total das Amostras de SiC

As medidas de atenuação do feixe de raios gama pelas amostras de Carbetto de Silício, que tinham dimensões 2x4x10 cm, foram realizadas com o feixe atravessando cada amostra pela espessura de 2 cm.

Em cada amostra foram medidos 40 pontos, divididos em 4 linhas de 10 pontos. O espaçamento entre os pontos de uma mesma linha foi de 1 cm e o espaçamento entre as linhas de 0,8 cm. Isso pode ser visualizado na Figura 33.

**Figura 33** – Distribuição dos pontos na amostra



O valor médio da espessura de cada amostra e o valor médio do feixe inicial foram utilizados, junto com a medida da atenuação do feixe em cada ponto, na equação (3.22) para o cálculo do coeficiente de atenuação linear de cada ponto.

O coeficiente de atenuação de partícula foi calculado com o software WinXCom (seção 0) a partir das composições das amostras informadas na seção 0. Como o valor obtido através do software é o coeficiente de atenuação de massa, fornecido em  $\text{cm}^2/\text{g}$ , ele foi multiplicado pela densidade do material, fornecida pelo fabricante, para se obter o coeficiente de atenuação linear de partícula.

Os dados do coeficiente de atenuação linear medido e de partícula foram utilizados na equação (3.23) para calcular a porosidade em cada ponto medido. As incertezas para cada ponto medido foram calculadas pela equação de propagação de erros (Oguri et al., 2005):

$$\sigma_f = \sqrt{\left(\frac{\partial f}{\partial x}\right)^2 \sigma_x^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial y}\right)^2 \sigma_y^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial z}\right)^2 \sigma_z^2 + \dots} \quad (5.1)$$

onde  $f$  é a equação da qual se quer obter o desvio e depende de  $x, y, z, \dots$ .

A equação (5.1) foi aplicada na equação (3.22) e obteve-se:

$$\sigma_{\mu} = \sqrt{\left[-\frac{1}{x^2} \ln\left(\frac{I_0}{I}\right)\right]^2 \sigma_x^2 + \left(\frac{1}{xI_0}\right)^2 \sigma_{I_0}^2 + \left(\frac{1}{xI}\right)^2 \sigma_I^2} \quad (5.2)$$

onde  $\sigma_x$  é o desvio padrão da média para as medidas de espessura da amostra,  $\sigma_{I_0}$  é o desvio padrão da média das medidas de feixe inicial e  $\sigma_I$  é obtido pela equação:

$$\sigma_I = \sqrt{\left[\frac{\partial}{\partial B} \left(\frac{B}{t}\right)\right]^2 \sigma_B^2} = \frac{\sigma_B}{t} \quad (5.3)$$

onde B é o número de contagens, t é o tempo de medida e é constante e  $\sigma_B$  é a raiz quadrada do número de contagens.

Aplicando-se a equação (5.1) na equação (3.23), obtêm-se:

$$\sigma_{\phi} = 100\sigma_{\mu} \quad (5.4)$$

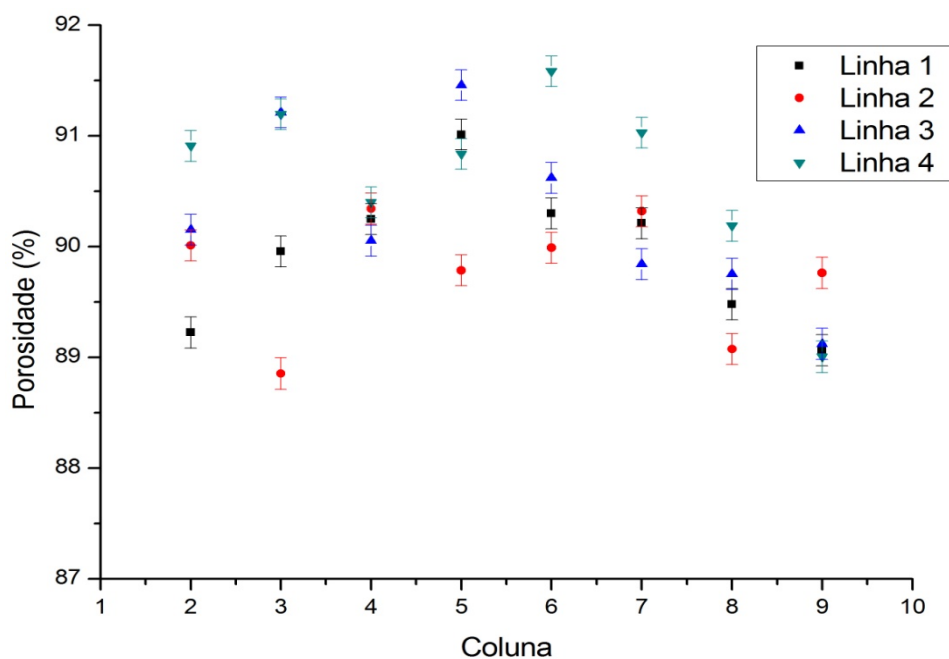
onde  $\sigma_{\mu}$  foi calculado a partir da equação (5.2). Uma vez que  $\mu_p$  foi obtido através do software WinXcon,  $\sigma_{\mu_p}$  foi considerado nulo neste cálculo.

Com os resultados de porosidade obtidos para cada ponto podem ser gerados os perfis de porosidade da amostra, que mostram a variação e a distribuição da porosidade dentro da amostra.

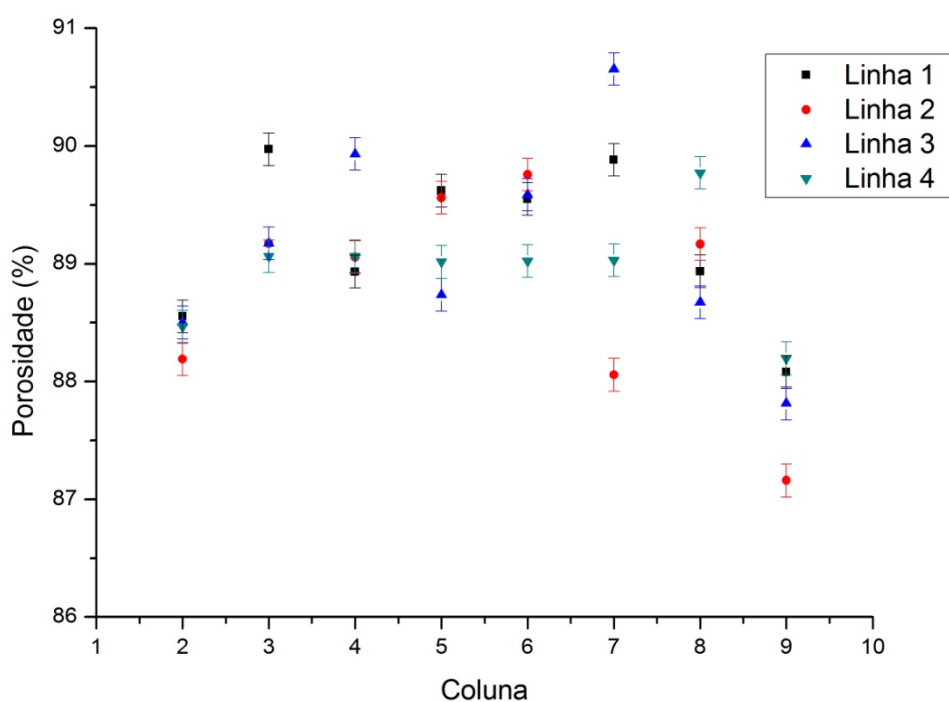
A análise dos valores obtidos mostrou que os pontos das colunas 1 e 10 apresentam porosidades que chegam a ser 7,55 % e 8,31 %, respectivamente, menores que a porosidade média. Isso pode estar relacionado ao método de corte da amostra, que pode ter causado uma densificação na região das bordas. Por esse motivo, os pontos das extremidades foram excluídos das análises.

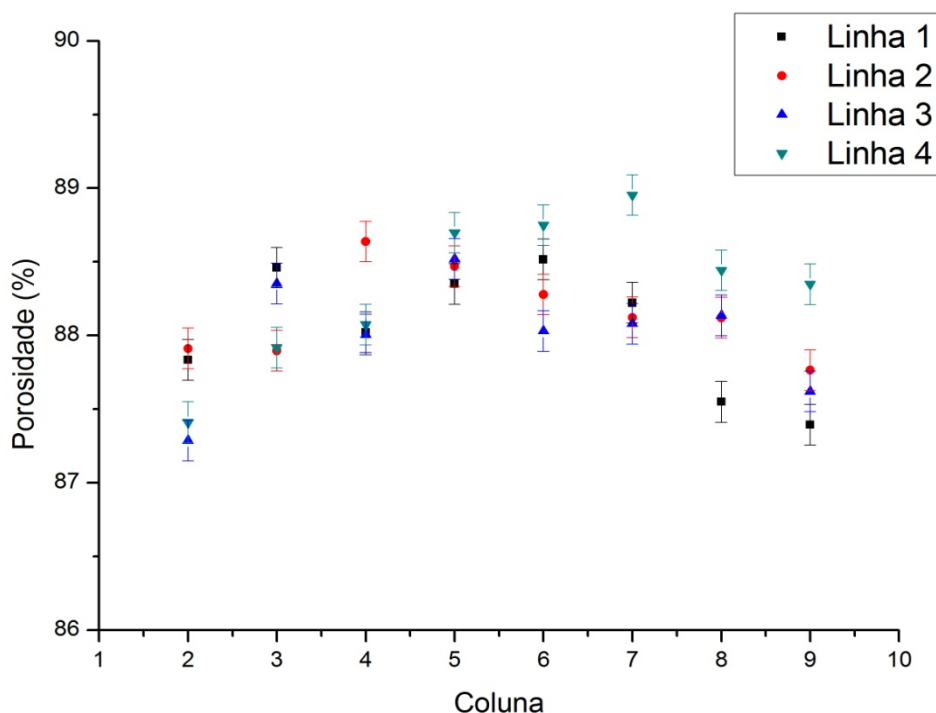
As Figuras 34, 35 e 36 mostram os perfis de porosidade das amostras 30 ppi A2, 30 ppi A3 e 45 ppi B3, respectivamente. Nesses gráficos os pontos estão bastante distribuídos e as linhas se sobrepõem, o que mostra que a porosidade é mais homogênea nessa região.

**Figura 34** – Perfil de porosidade na amostra 30 ppi A2



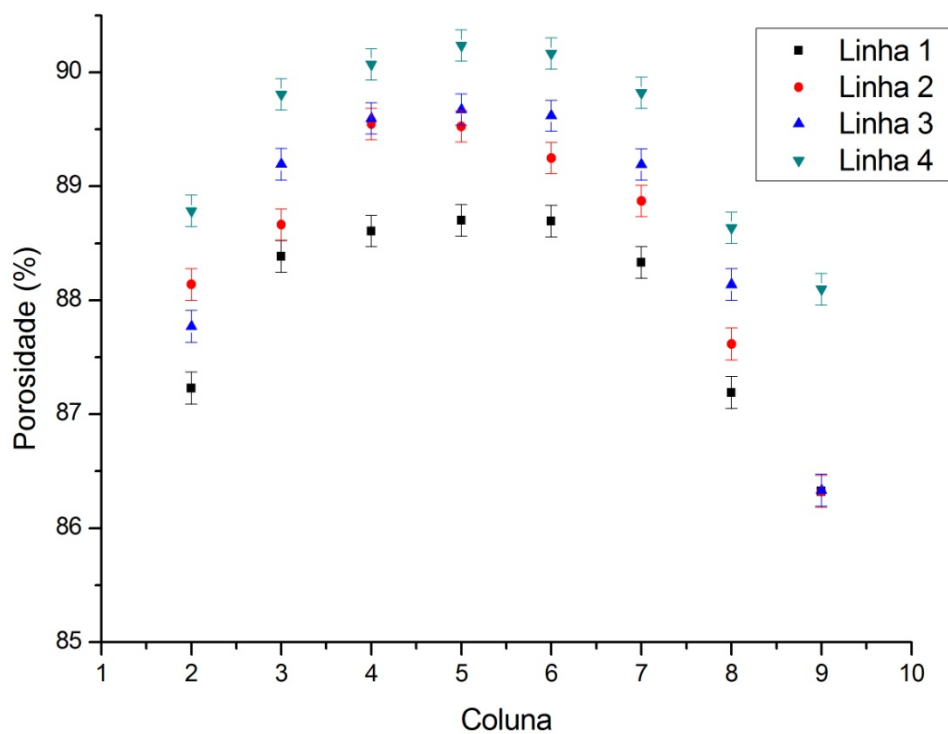
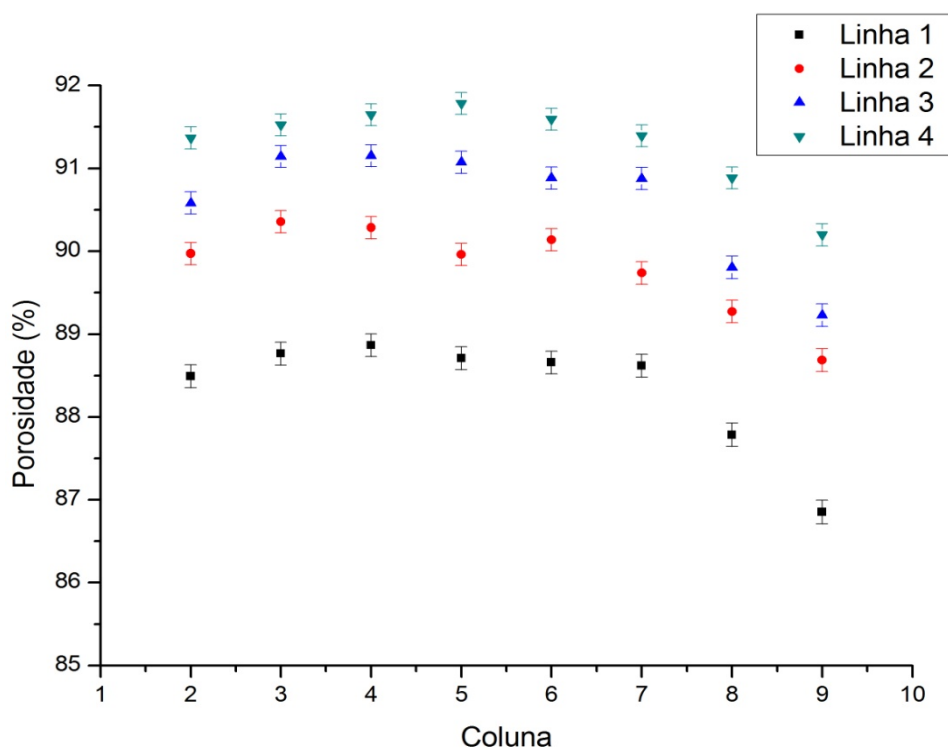
**Figura 35** – Perfil de porosidade na amostra 30 ppi A3

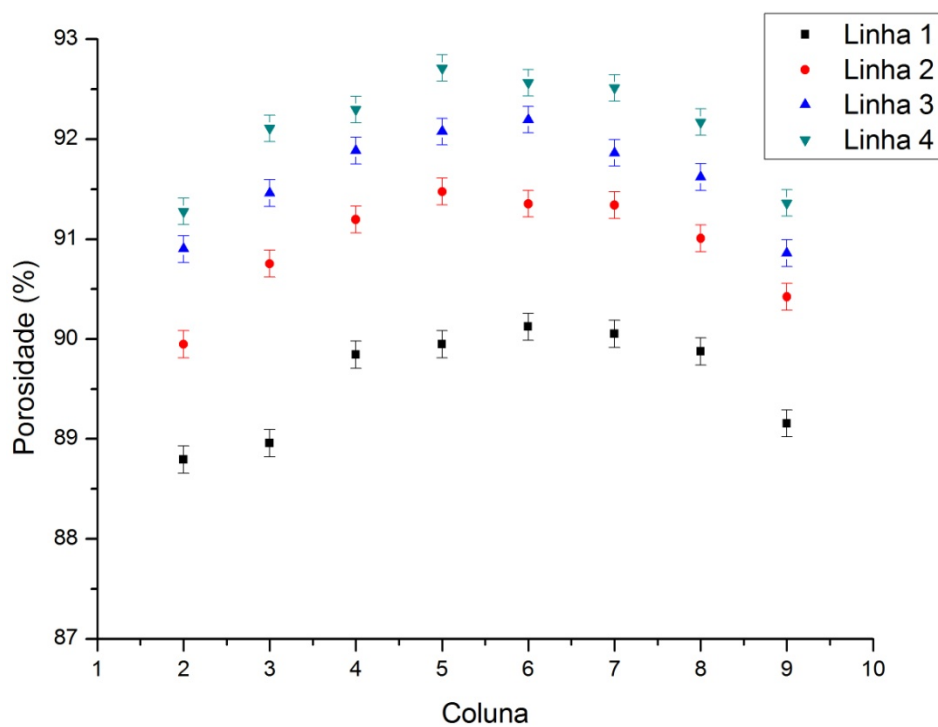
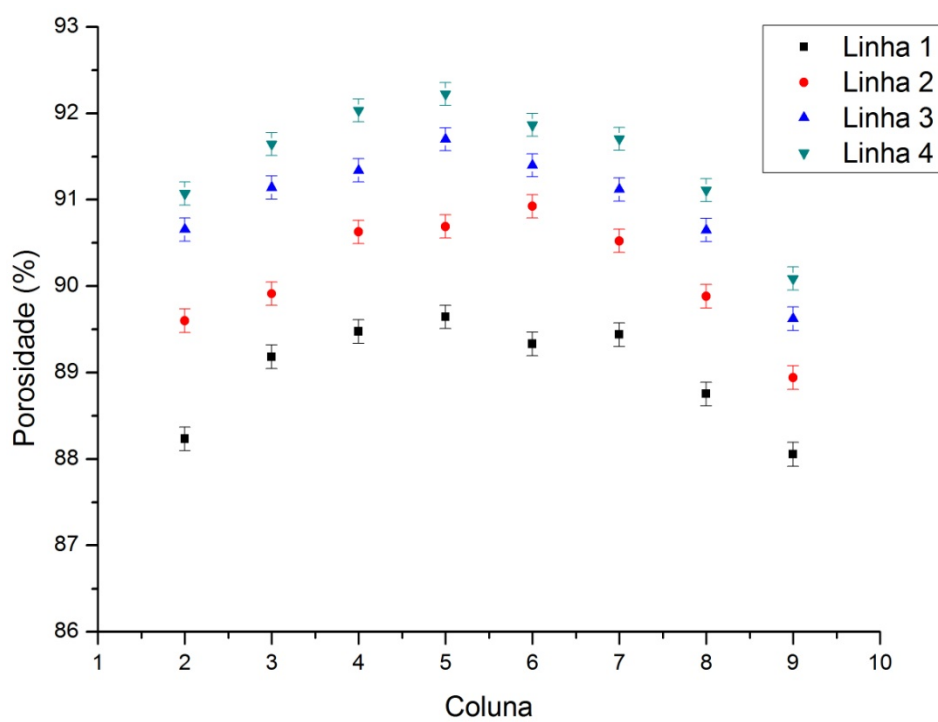


**Figura 36 – Perfil de porosidade na amostra 45 ppi B3**

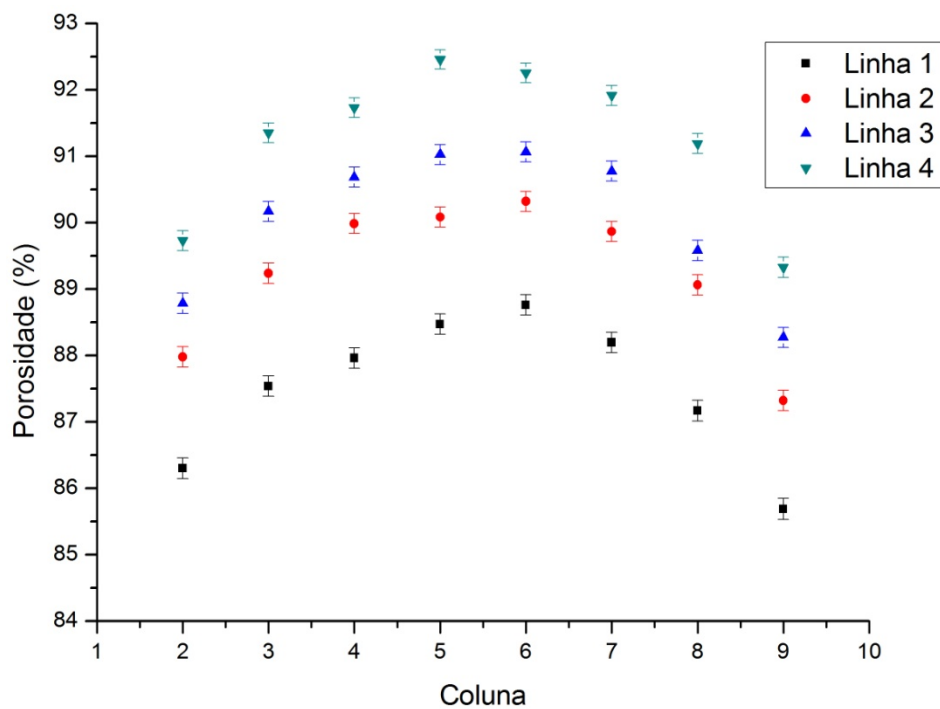
As Figuras 37 a 43 mostram os perfis de porosidade das amostras 45 ppi B2, 60 ppi C1, 60 ppi C2, 60 ppi C3, 80 ppi D3, 100 ppi E1 e 100 ppi E2. A porosidade nessas amostras segue o mesmo padrão: A porosidade é maior nas colunas centrais e tende a aumentar quando se passa da linha 1 para a linha 4

As Figuras 44, 45 e 46 mostram os perfis de porosidade das amostras 80 ppi D1, 80 ppi D2 e 100 ppi E3. O padrão do perfil de porosidade nessas amostras é o mesmo que nas amostras anteriores, mas com uma diferença: a porosidade tende a diminuir quando se passa da linha 1 para a linha 4.

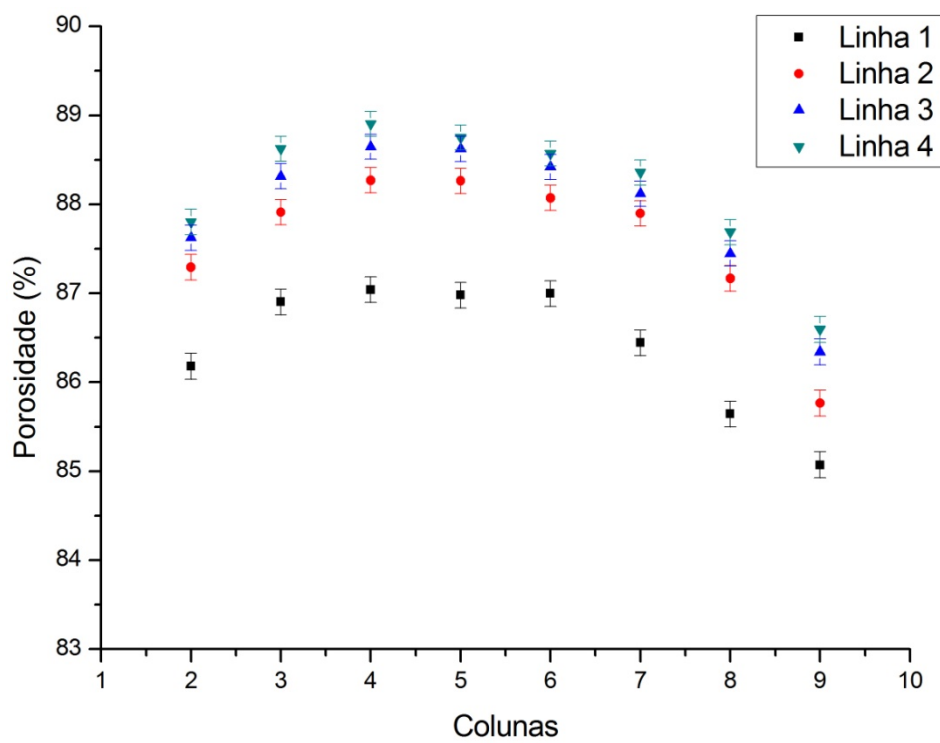
**Figura 37 – Perfil de porosidade na amostra 45 ppi B2****Figura 38 – Perfil de porosidade na amostra 60 ppi C1**

**Figura 39** – Perfil de porosidade na amostra 60 ppi C2**Figura 40** – Perfil de porosidade na amostra 60 ppi C3

**Figura 41 – Perfil de porosidade na amostra 80 ppi D3**



**Figura 42 – Perfil de porosidade na amostra 100 ppi E1**



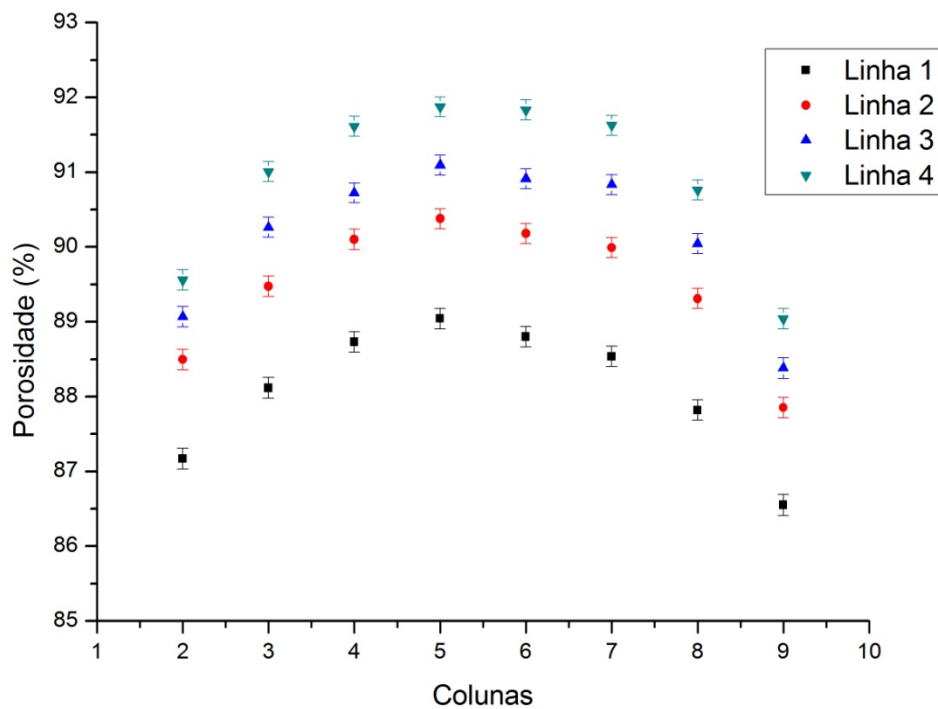
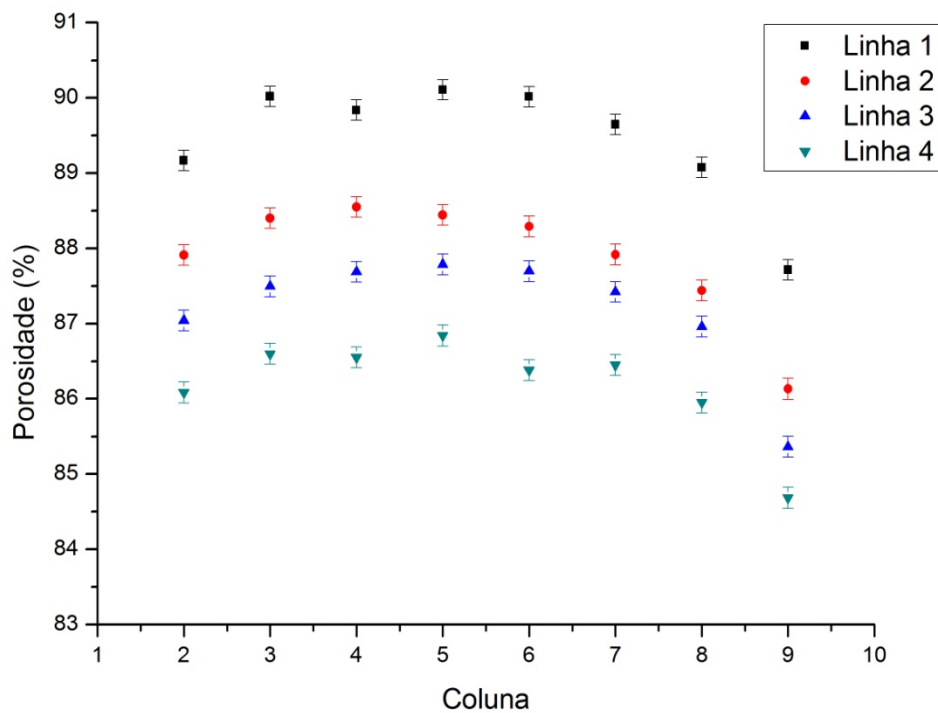
**Figura 43 – Perfil de porosidade na amostra 100 ppi E2****Figura 44 – Perfil de porosidade na amostra 80 ppi D1**

Figura 45 – Perfil de porosidade na amostra 80 ppi D2

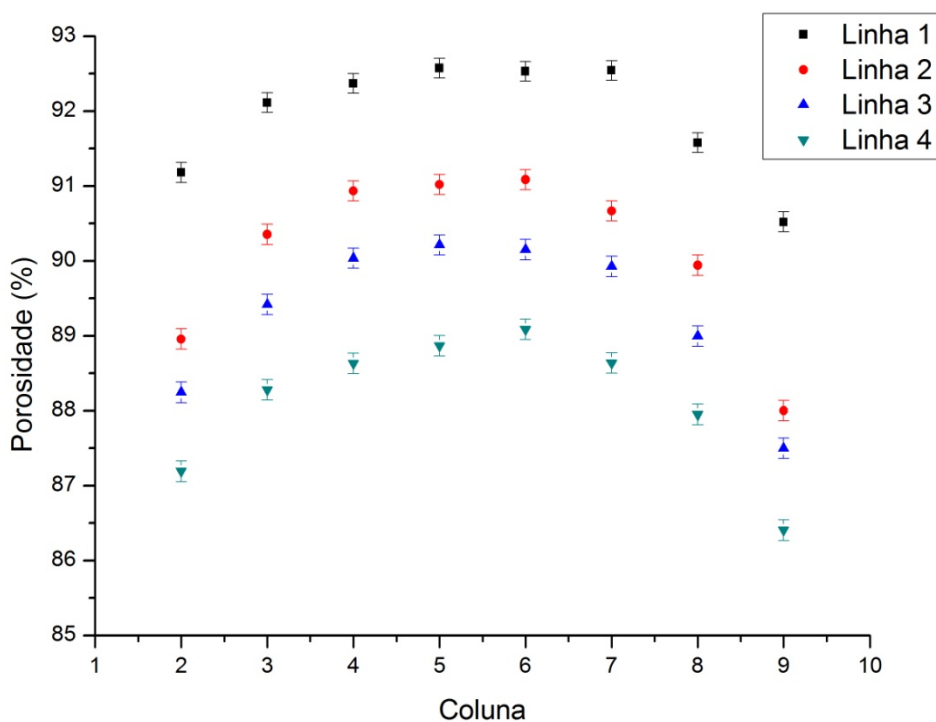
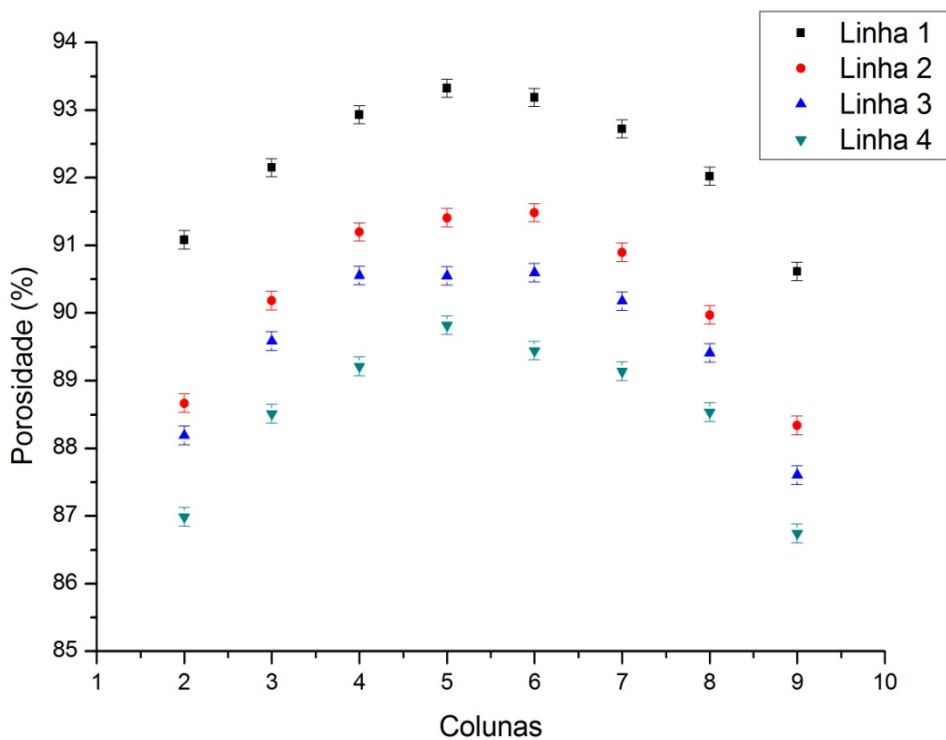


Figura 46 – Perfil de porosidade na amostra 100 ppi E3



As amostras cujos perfis de porosidade estão mostrados nas Figuras 37 a 46 tendem a ter um pequeno acréscimo na porosidade para determinado sentido da direção da espessura de 4 cm.

Desconsiderando os pontos das extremidades, a maior diferença entre o maior valor de porosidade e o menor valor de porosidade medido dentro de uma mesma amostra é de 6,77 %, para a amostra 80 ppi D3. A Tabela mostra as diferenças para as outras amostras assim como as diferenças entre a maior e menor porosidade em uma mesma linha e em uma mesma coluna.

**Tabela 4** – Comparações entre valores de porosidade em uma mesma amostra

Amostra	Porosidade (%)		
	Maior diferença em uma mesma linha	Maior diferença em uma mesma coluna	Maior diferença na amostra
30 ppi A2	2,58	2,36	2,73
30 ppi A3	2,84	2,60	3,49
45 ppi B2	3,34	1,77	3,91
45 ppi B3	1,54	0,95	1,67
60 ppi C1	2,01	3,35	4,93
60 ppi C2	1,53	3,15	3,92
60 ppi C3	2,13	2,84	4,17
80 ppi D1	2,42	3,64	5,42
80 ppi D2	3,08	4,11	6,17
80 ppi D3	3,13	4,02	6,77
100 ppi E1	2,50	2,05	3,83
100 ppi E2	2,84	3,09	5,32
100 ppi E3	3,14	4,09	6,58

Fazendo-se a média aritmética da porosidade de todos os pontos medidos se obtém a porosidade total da amostra. Os resultados obtidos neste trabalho, com a exclusão dos pontos das extremidades, são mostrados na tabela Tabela . Os intervalos de confiança foram obtidos a partir do desvio padrão da média das medidas e são apresentados com 95 % de confiança. Como esses valores são provenientes do desvio padrão, representam a variabilidade da porosidade na

amostra. Na tabela são apresentados ainda os resultados obtidos por Rocha (2005) e os dados fornecidos pelo fabricante.

**Tabela 5 – Porosidade total das amostras de SiC**

Amostra	Porosidade Total (%)		
	Presente trabalho	Rocha (2005)	Fabricante
30 ppi A2	90,16 ± 0,26	90,47 ± 0,17	91,0
30 ppi A3	89,01 ± 0,25	89,25 ± 0,17	89,9
45 ppi B2	88,64 ± 0,38	89,87 ± 0,18	88,9
45 ppi B3	88,13 ± 0,14	88,18 ± 0,15	88,8
60 ppi C1	90,01 ± 0,44	91,28 ± 0,24	90,7
60 ppi C2	91,07 ± 0,38	91,59 ± 0,14 89,87 ± 0,20	91,6
60 ppi C3	90,39 ± 0,39	90,55 ± 0,27	90,9
80 ppi D1	87,68 ± 0,49	87,00 ± 0,33	87,4
80 ppi D2	89,87 ± 0,58	90,77 ± 0,33	90,2
80 ppi D3	89,51 ± 0,60	89,94 ± 0,28	90,8
100 ppi E1	87,52 ± 0,35	88,00 ± 0,21	88,3
100 ppi E2	89,66 ± 0,48	91,34 ± 0,20	89,4
100 ppi E3	90,16 ± 0,60	89,81 ± 0,26	90,1

Os resultados de porosidade total mostram boa concordância com os resultados obtidos por Rocha (2005). Embora eles não sejam estatisticamente iguais para as amostras 45 ppi B2, 60 ppi C1 e C2 e 80 ppi D1 os valores chegam muito próximo disso.

A comparação com os valores fornecidos pelo fabricante mostra concordância apenas para as amostras 80 ppi D2, 100 ppi E2 e 100 ppi E3. Com exceção dessas amostras e da amostra 80 ppi E1, todas as amostras apresentaram valores de porosidade menor que a porosidade informada pelo fabricante. Considerando que as técnicas convencionais medem a porosidade conectada enquanto a transmissão de raios gama mede a porosidade total, pode-se dizer que a porosidade conectada é equivalente à porosidade total. Deve-se ressaltar que o fabricante não informou o método que utilizou para determinar a porosidade. É

altamente provável que isso tenha sido feito com outras amostras do mesmo lote de fabricação, e que as medidas tenham sido realizadas com uma técnica que impossibilita a reutilização da amostra.

Como era esperado, devido às análises de perfil de porosidade, as amostras 30 ppi A2, 30 ppi A3 e 45 ppi B3 são as amostras em que há menor variação de porosidade. Isso pode ser afirmado devido ao baixo desvio estatístico.

## 5.2 MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS-X

As medidas de microtomografia de raios-X foram realizadas com duas resoluções: 24,8  $\mu\text{m}$  e 2,5  $\mu\text{m}$ . Estas resoluções foram escolhidas para comparar os resultados obtidos com diferença de uma ordem de grandeza na resolução.

Para a realização das medidas foi necessário escolher os parâmetros de aquisição para cada resolução, que estão dispostos na Tabela .

**Tabela 6** – Parâmetros de aquisição das projeções

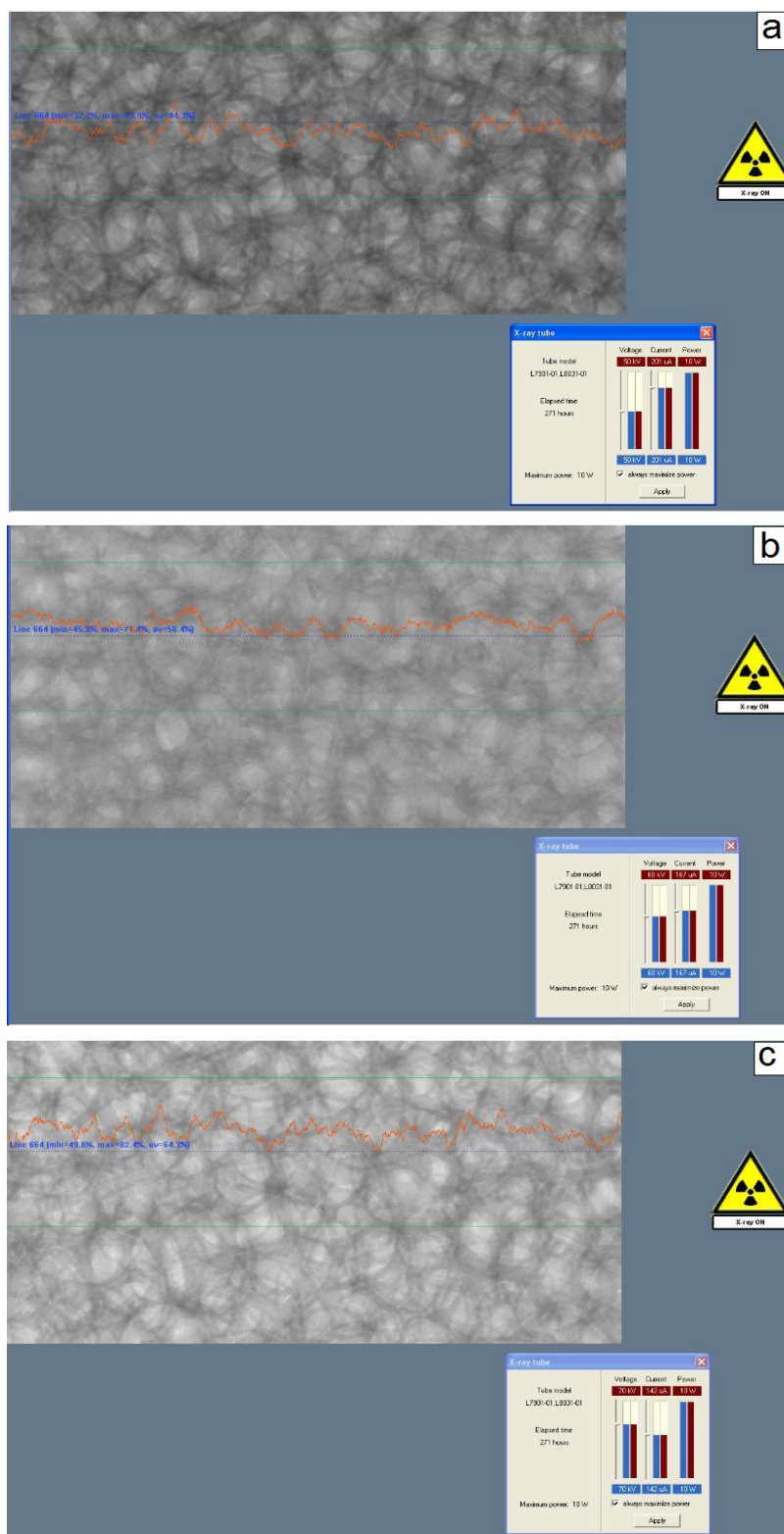
Resolução ( $\mu\text{m}$ )	V (kV)	I ( $\mu\text{A}$ )	Filtro	Frames	Passo Angular ( $^\circ$ )	Rotação ( $^\circ$ )	Tempo de medida (h)
24,8	50	200	Al	5	0,25	180	0,60
2,5	60	167	Al	5	0,25	180	5,5
2,5	60	167	Al	1	0,25	360	2

Ainda foram utilizados o tempo de exposição de 5015 ms e a câmera de 2048x1024 pixels.

A amostra de 80 ppi foi medida com um conjunto de parâmetros diferente das demais amostras na resolução de 2,5  $\mu\text{m}$ . Embora o tempo de medida tenha sido 2,75 vezes maior, a qualidade das imagens foi equivalente.

A tensão do tubo foi escolhida de modo que o feixe não fosse nem pouco nem muito atenuado pela amostra. Isso foi feito observando-se projeções antes da realização da medida. A Figura 47 mostra projeções com diferentes tensões para a amostra de 60 ppi na resolução de 2,5  $\mu\text{m}$ .

**Figura 47** – Projeções tomadas com tensão de 50 kV (a), 60 kV (b) e 70 kV (c) para a amostra de 60 ppi na resolução de 2,5



### 5.2.1 Avaliação do Método de Análise

Marques (2005) produziu uma amostra-teste inserindo fios de nylon de 0,35 mm de diâmetro nominal em um cilindro de vidro de 6,7 mm de diâmetro e parede de 1 mm de espessura. Medidas com paquímetro digital permitiram calcular o raio médio dos fios de nylon ( $177 \pm 4 \mu\text{m}$ ) e a porosidade total da amostra ( $33,7 \pm 5,0 \%$ ) através do método geométrico, em que a área média dos fios de nylon foi descontada da área interna do cilindro. Essa amostra é mostrada na Figura .

**Figura 48** – Tubo de vidro preenchido com fio de nylon. Extraída de Marques (2005).

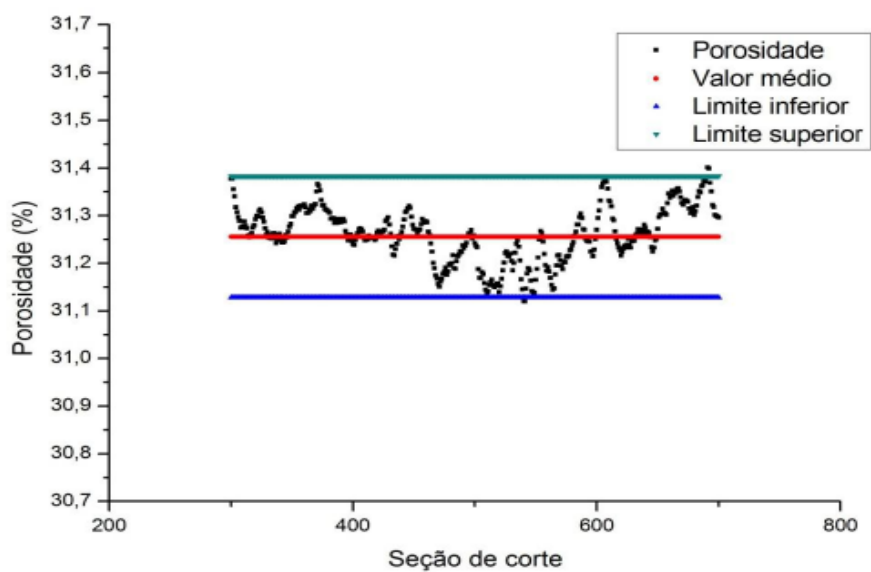


A amostra foi microtomografada com tensão de 70 kV, corrente de  $141 \mu\text{A}$  e resolução de  $5,01 \mu\text{m}$ . Foram medidas 769 projeções que foram usadas para reconstruir 401 seções de corte. Essas seções de corte foram analisadas no presente trabalho para avaliar o método de análise ao determinar a distribuição de tamanhos dos fios de nylon, através da técnica de abertura implementada no software Imago, e a porosidade total.

A Figura mostra o perfil de porosidade para as 401 seções de corte. Observa-se que os valores estão majoritariamente dentro do desvio estatístico.

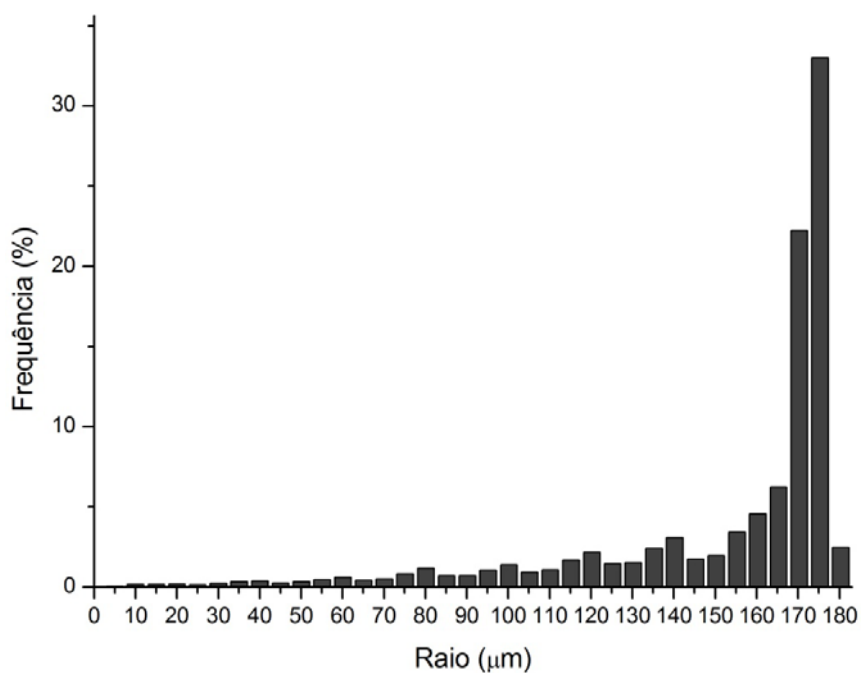
A porosidade total, obtida a partir da média aritmética da porosidade das 401 seções de corte, foi de  $31,26 \pm 0,13 \%$ . A incerteza no valor é dada pelo desvio padrão da média, com 95 % de confiança. O resultado obtido é estatisticamente equivalente ao cálculo geométrico.

**Figura 49** – Perfil de porosidade das linhas de nylon.



A Figura mostra a distribuição de tamanhos dos fios para a amostra-teste. O pico mais frequente tem  $175,31 \mu m$ , valor que concorda com o valor medido com o paquímetro. Esses resultados mostram que o método de medidas e de análise empregado é confiável.

**Figura 50** – Distribuição de tamanhos dos raios dos fios de nylon.



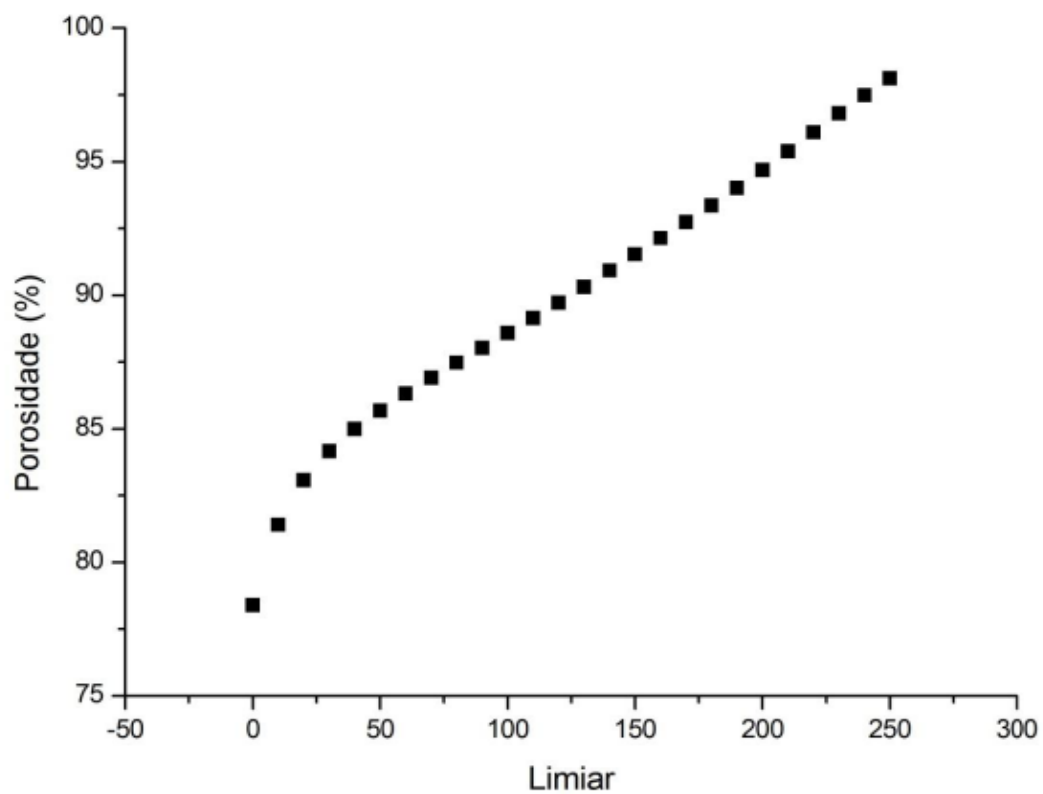
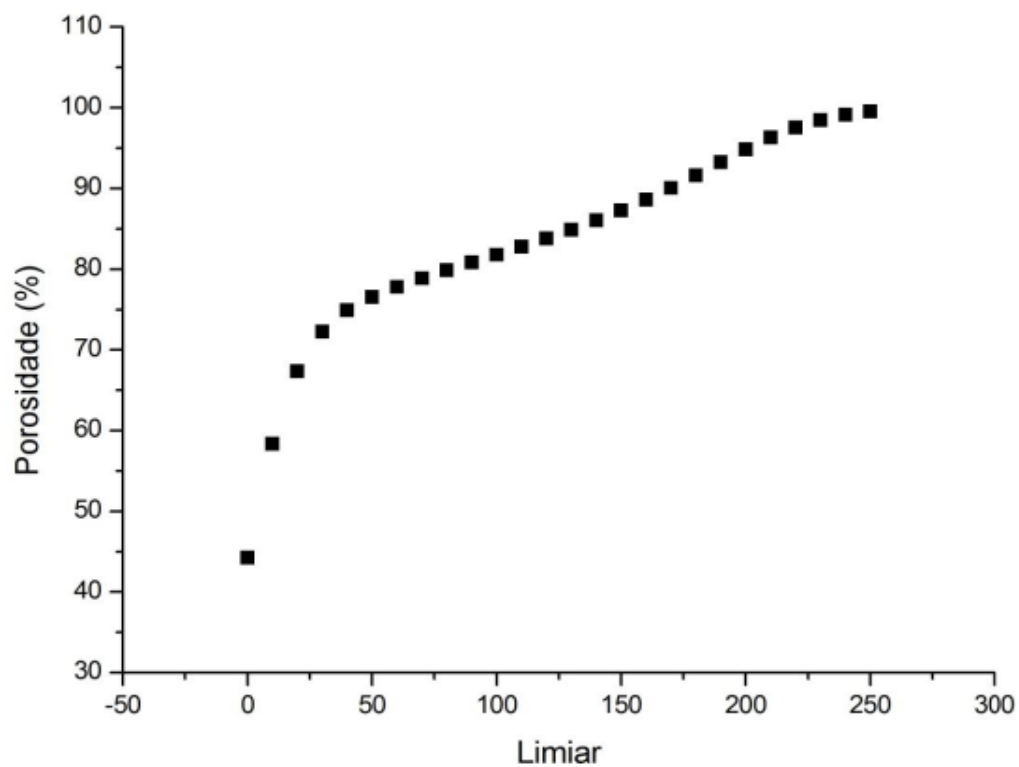
## 5.2.2 Resolução de 24,8 $\mu m$

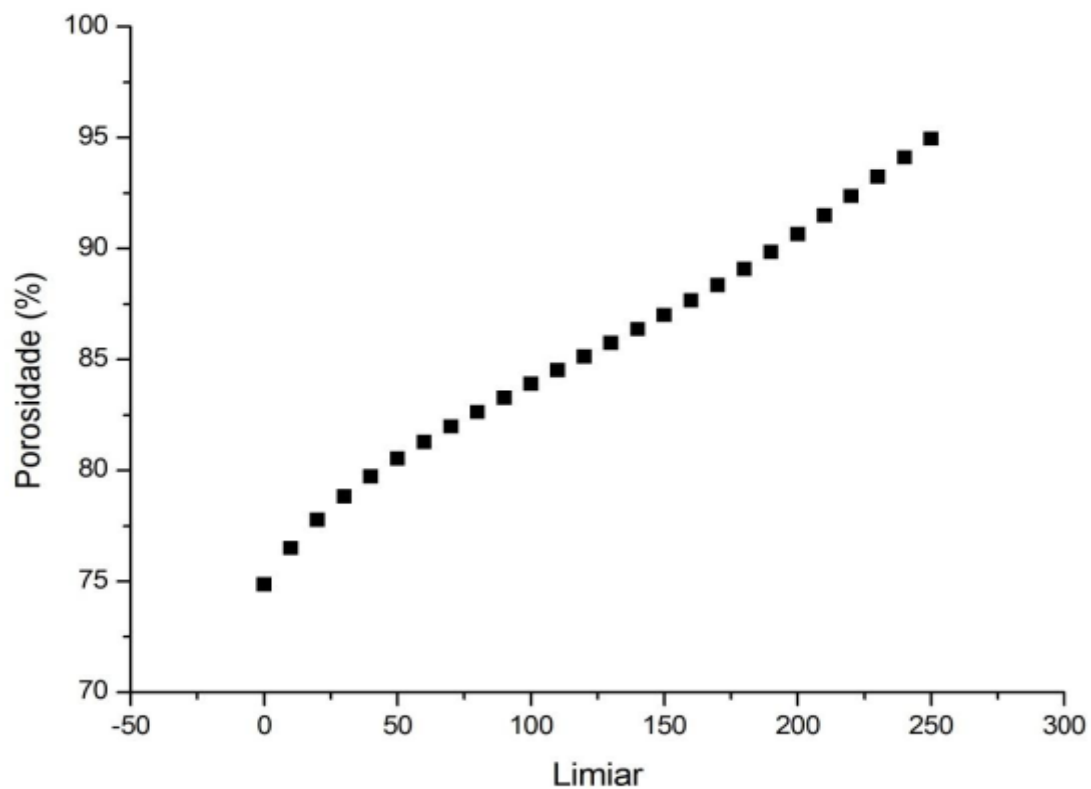
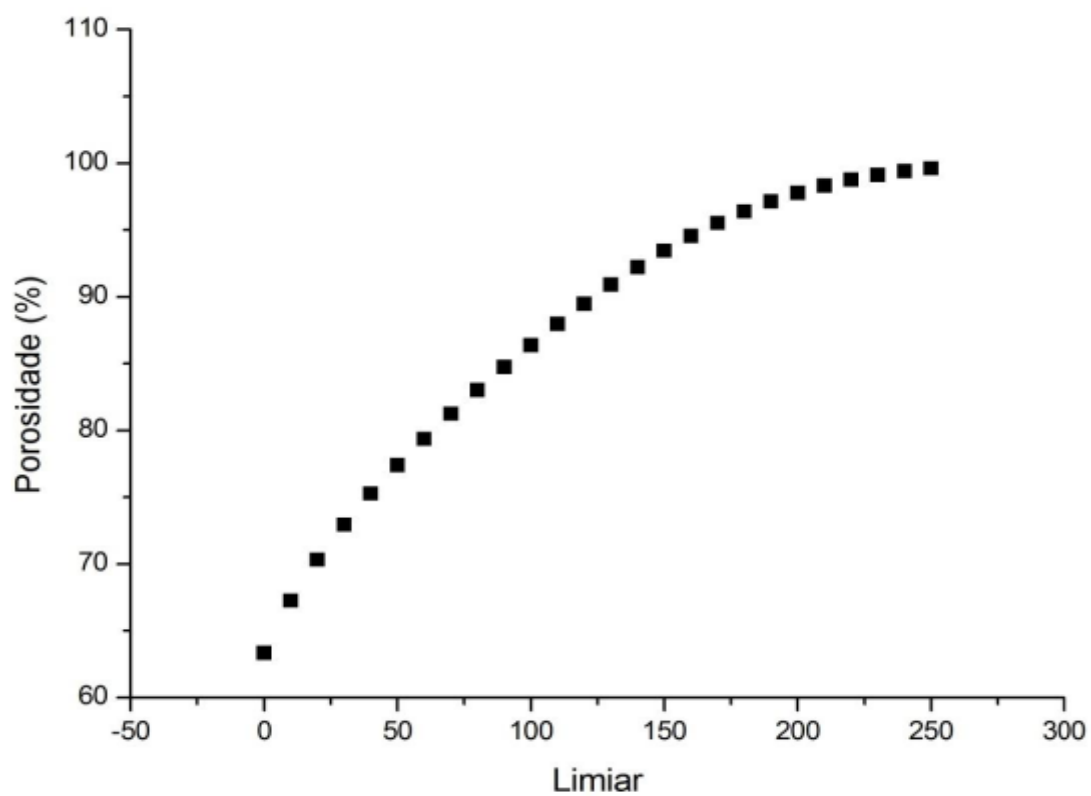
### 5.2.2.1 Limiar de binarização

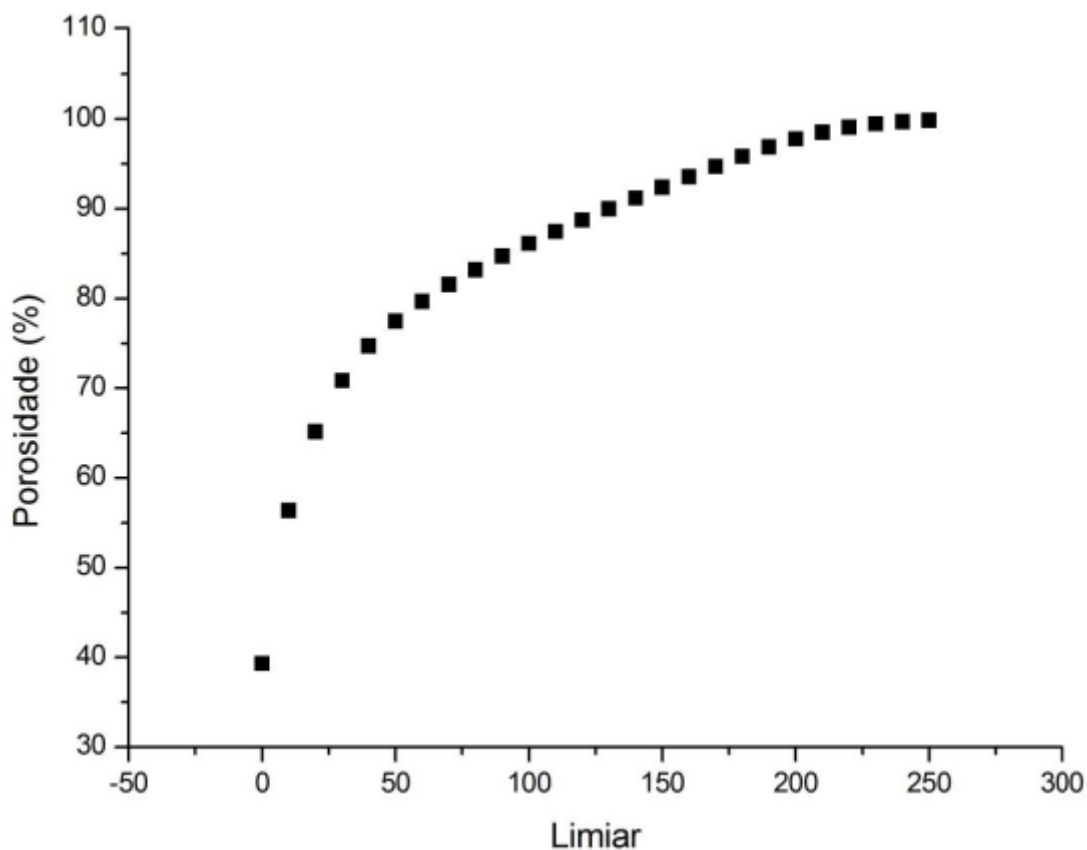
A escolha final de limiar de binarização depende exclusivamente do analisador. Embora existam métodos para segmentação de imagens disponíveis na literatura, não existe um método definitivo para segmentar imagens de todos os tipos de amostras. A escolha dos limiares no presente trabalho foi feita pela comparação entre as imagens originais, em tons de cinza, e as imagens binarizadas, variando-se o valor do limiar.

Moreira et al. (2009) mostrou que diferentes operadores podem chegar a resultados de parâmetros estruturais com diferenças consideráveis na análise de arenitos devido à escolha do limiar.

Para compreender melhor a influência do limiar para a binarização em espumas de SiC, foram construídos gráficos da porosidade total em função do limiar para cada amostra. Eles são mostrados nas Figuras 51 a 55. A porosidade total foi calculada pela média aritmética da porosidade de todas as imagens analisadas. Os desvios, calculados pelo desvio padrão da média com 95 % de confiança, variaram de 1,6 % a 10,8 % para a amostra de 30 ppi, 0,3 % a 10,9 % para a amostra de 45 ppi, 1,3 % a 3,2 % para a amostra de 60 ppi, 0,3 % a 2,7 % para a amostra de 80 ppi e 0,1 % a 7,3 % para a amostra 100 ppi.

**Figura 51** – Porosidade em função do limiar para a amostra de 30 ppi**Figura 52** – Porosidade em função do limiar para a amostra de 45 ppi

**Figura 53** – Porosidade em função do limiar para a amostra de 60 ppi**Figura 54** – Porosidade em função do limiar para a amostra de 80 ppi

**Figura 55** – Porosidade em função do limiar para a amostra de 100 ppi

Apesar de todos os gráficos terem um padrão diferente, todos apresentam boa linearidade do limiar 50 ao limiar 150. Todos os limiares escolhidos para a binarização das imagens estão dentro dessa faixa.

As Figuras 56 a 60 mostram os ajustes lineares para cada amostra nessa faixa de limiares. Os valores dos coeficientes de correlação confirmam a boa linearidade entre porosidade e valor do limiar na faixa considerada. Os coeficientes angulares das amostras 30 ppi e 60 ppi têm ordem de grandeza  $10^{-2}$ , enquanto os coeficientes das amostras 45 ppi, 80 ppi e 100 ppi têm ordem de grandeza  $10^{-1}$ . Isso mostra que a variação no limiar tem maior influência nessas três amostras do que nas outras duas.

Figura 56 – Ajuste linear para a amostra 30 ppi

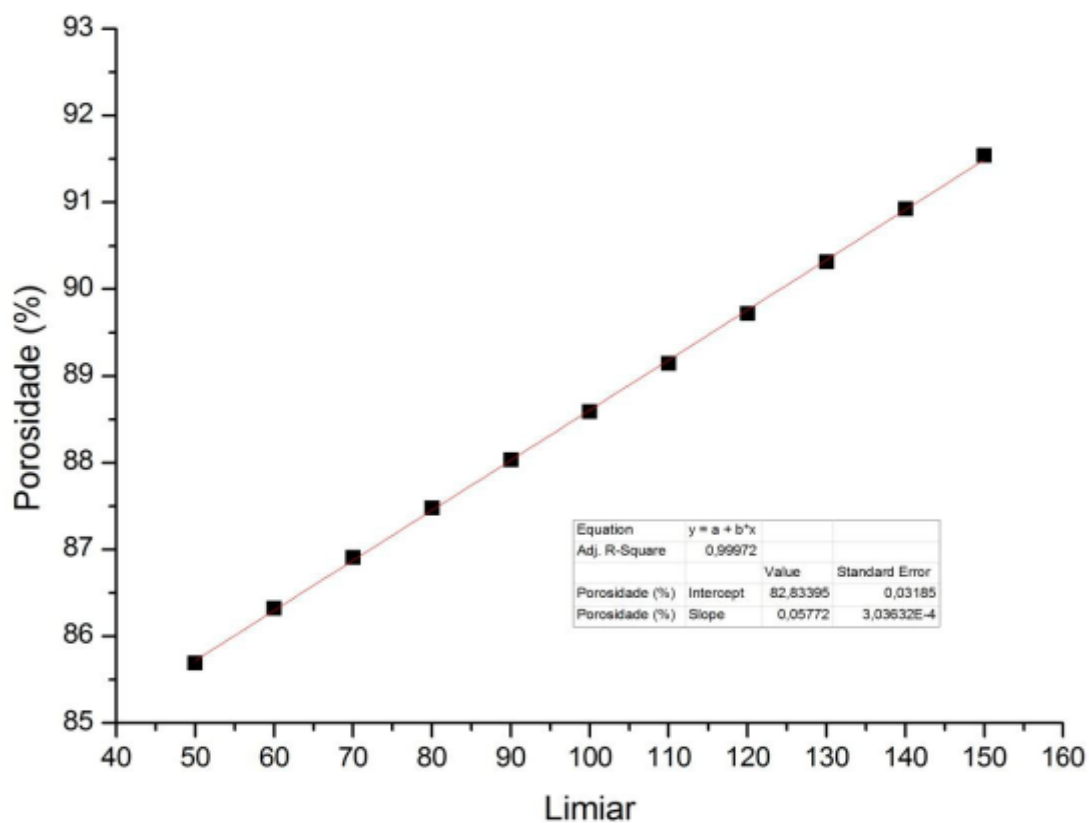


Figura 57 – Ajuste linear para a amostra 45 ppi

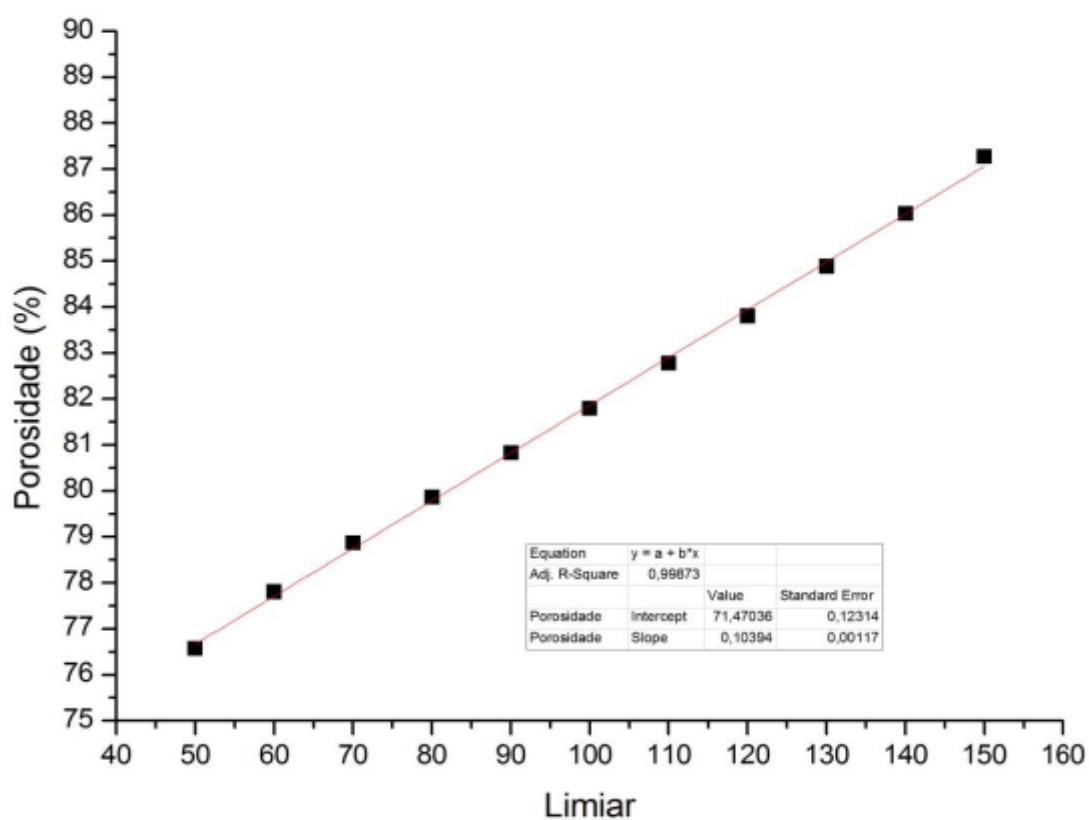


Figura 58 – Ajuste linear para a amostra 60 ppi

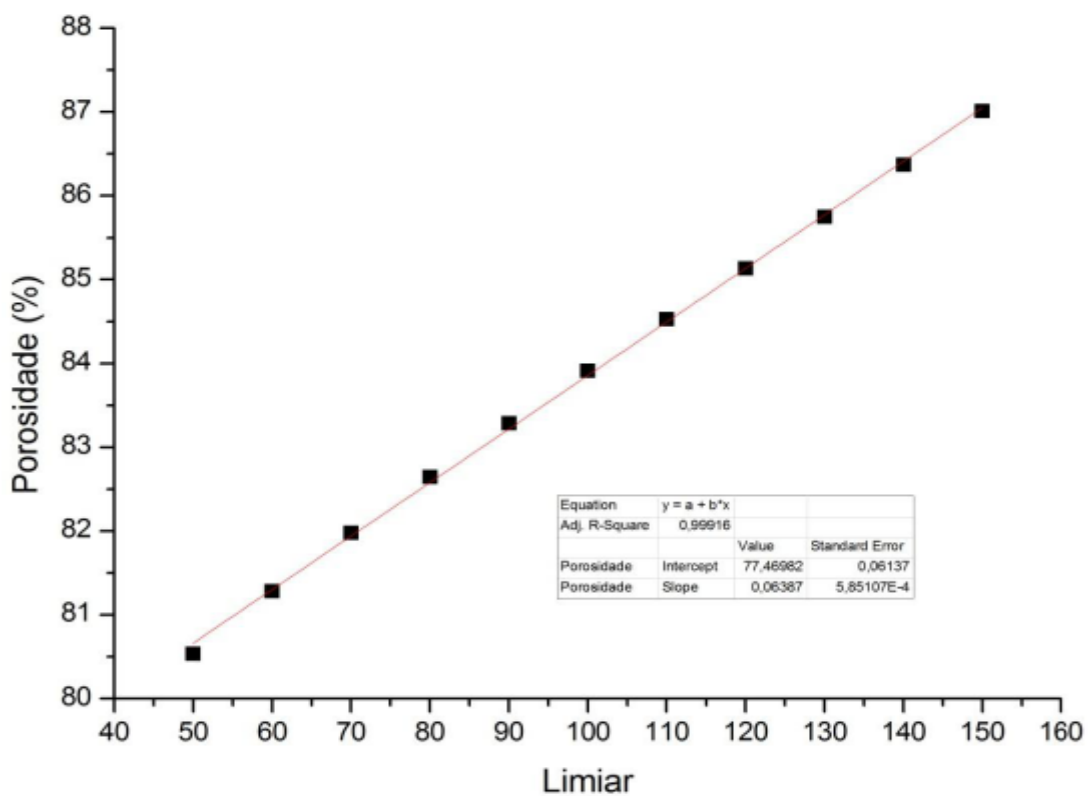
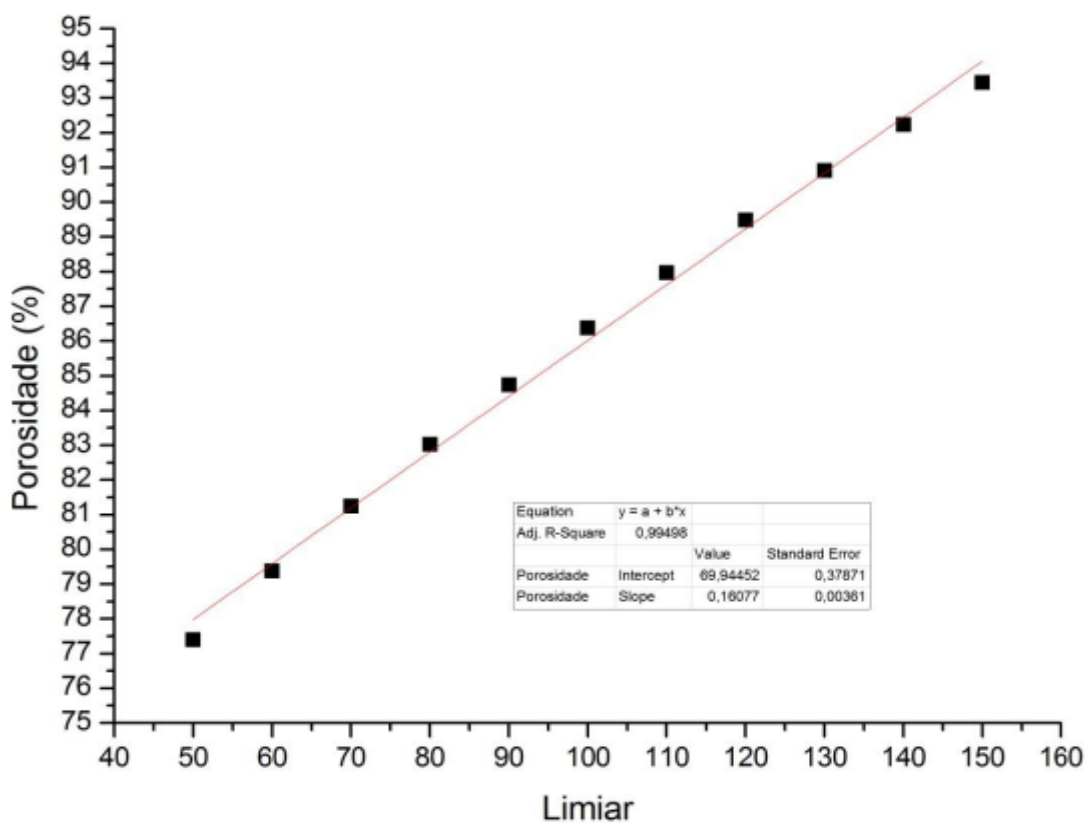
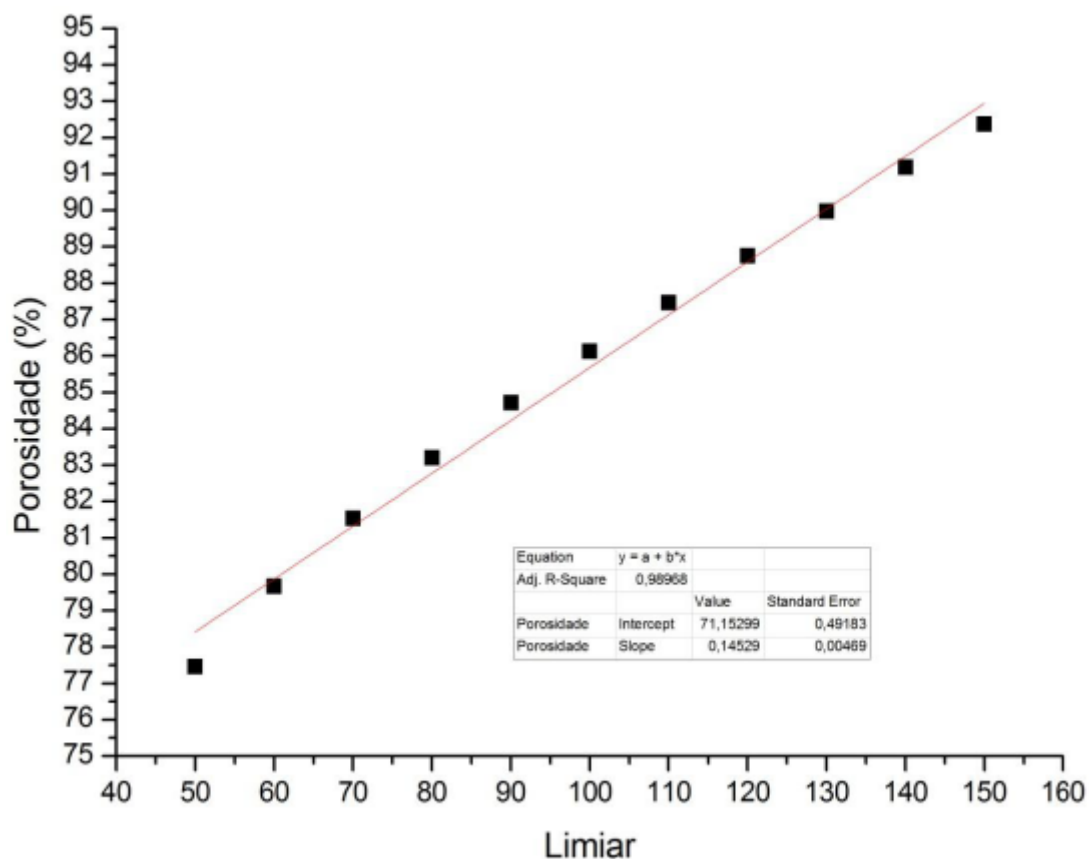


Figura 59 – Ajuste linear para a amostra 80 ppi



**Figura 60** – Ajuste linear para a amostra 100 ppi

A Tabela mostra os valores dos limiares escolhidos e dos limiares correspondentes ao menor valor e ao maior valor do intervalo de confiança da porosidade total.

**Tabela 7** – Comparação de limiares para as amostras analisadas

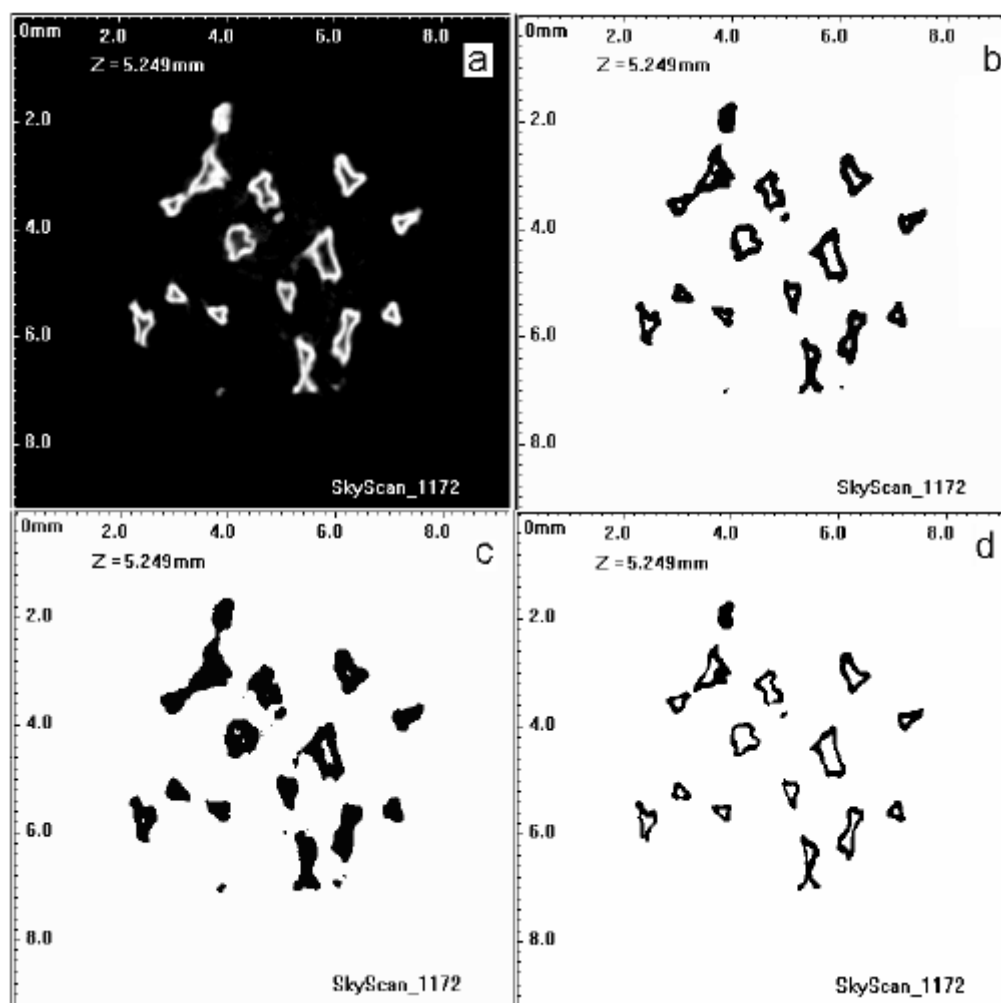
Amostra	Limiar da porosidade	Limiar do limite inferior	Limiar do limite superior
30 ppi	104	35	175
45 ppi	104	85	125
60 ppi	74	50	105
80 ppi	63	55	70
100 ppi	64	55	70

Os dados da Tabela mostram que para as amostras 30 ppi, 45 ppi e 60 ppi uma grande variação no limiar escolhido resultaria em valores estatisticamente iguais ao resultado obtido. Essa variação é menor para as amostras 80 ppi e 100 ppi.

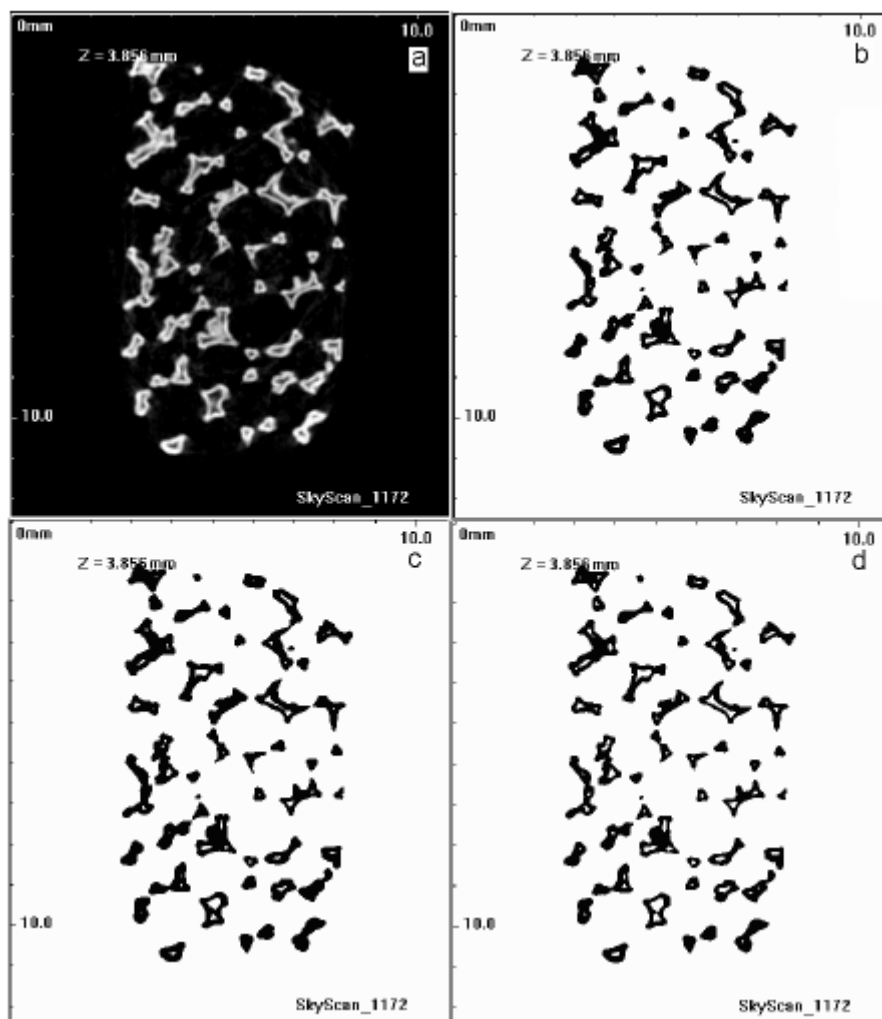
As Figuras 61 a 65 mostram um comparativo entre a imagem original e os limiares mostrados na Tabela .

Nessas figuras também é claro que as amostras 30 ppi e 45 ppi apresentam microporos no interior das paredes das células. Também há indícios de que a amostra 60 ppi tenha microporos, mas eles aparecem com frequência muito baixa nas imagens binarizadas. A resolução utilizada não dá nenhum indício que as amostras 80 ppi e 100 ppi tenham microporos em suas paredes celulares.

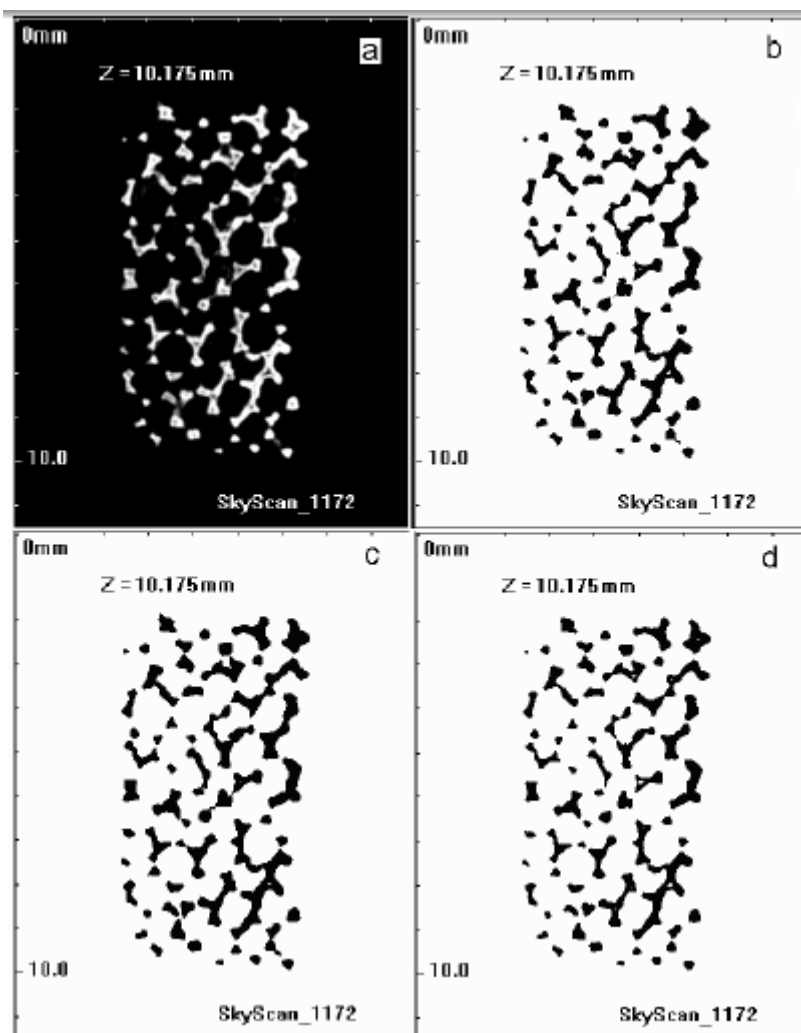
**Figura 61** – Comparação entre a imagem original (a) e as imagens binarizadas com limiar 104 (b), 35 (c) e 175 (d) da amostra 30 ppi



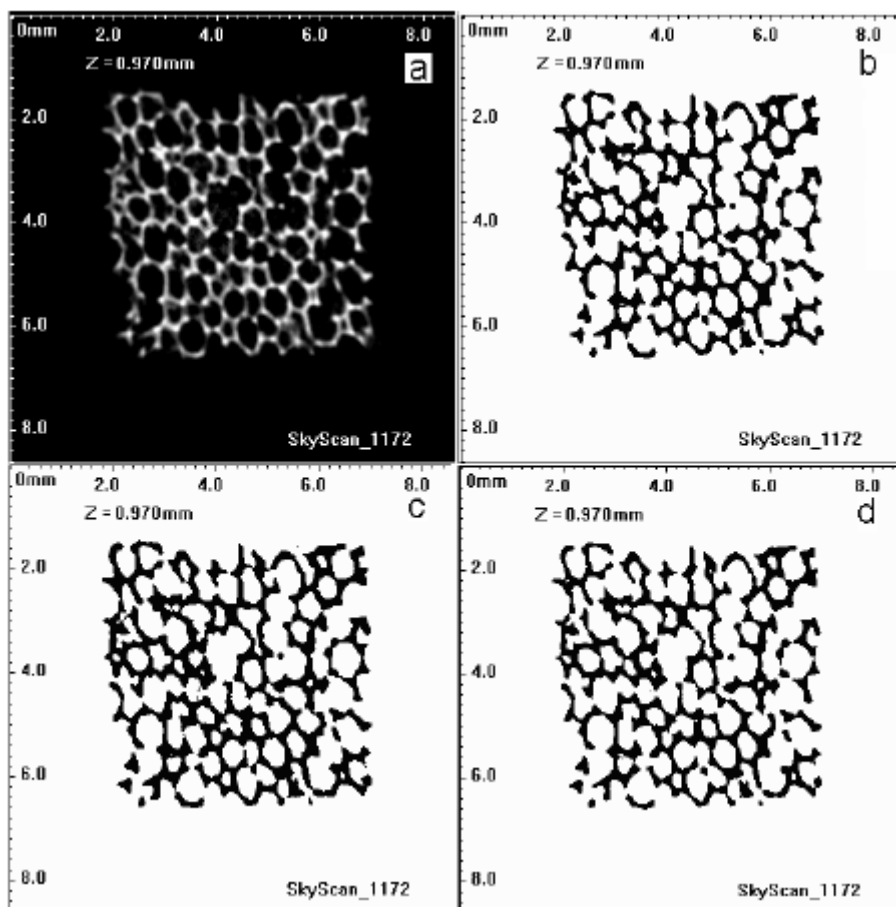
**Figura 62** – Comparação entre a imagem original (a) e as imagens binarizadas com limiar 104 (b), 85 (c) e 125 (d) da amostra 45 ppi



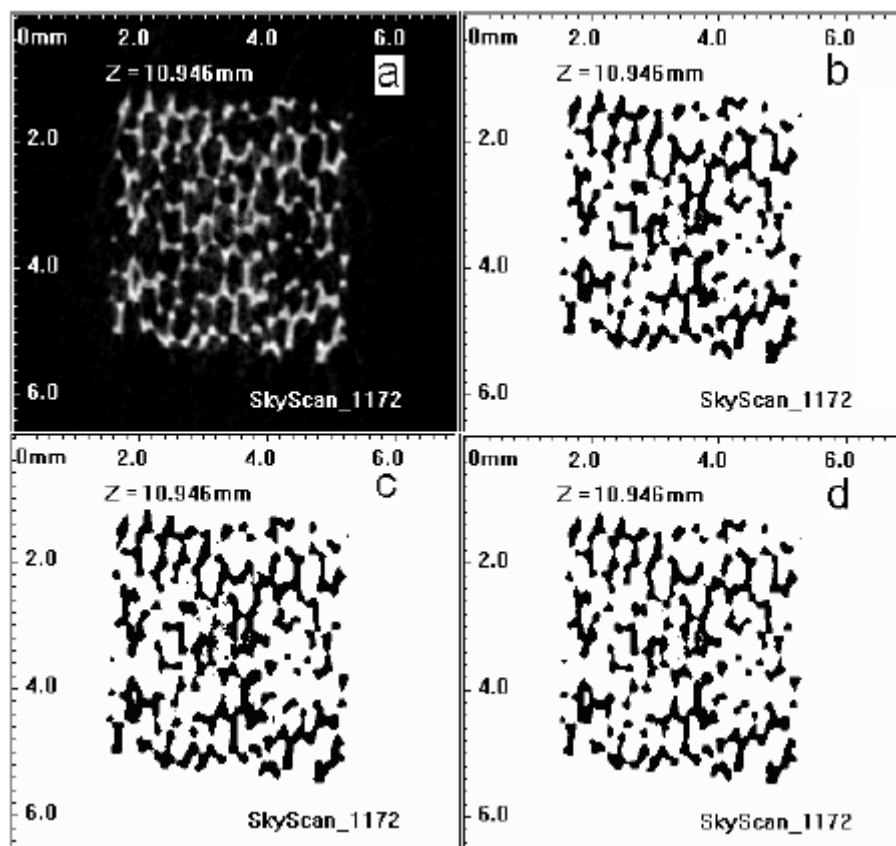
**Figura 63** – Comparação entre a imagem original (a) e as imagens binarizadas com limiar 74 (b), 50 (c) e 105 (d) da amostra 60 ppi



**Figura 64** – Comparação entre a imagem original (a) e as imagens binarizadas com limiar 63 (b), 55 (c) e 70 (d) da amostra 80 ppi



**Figura 65**– Comparação entre a imagem original (a) e as imagens binarizadas com limiar 64 (b), 55 (c) e 70 (d) da amostra 100 ppi



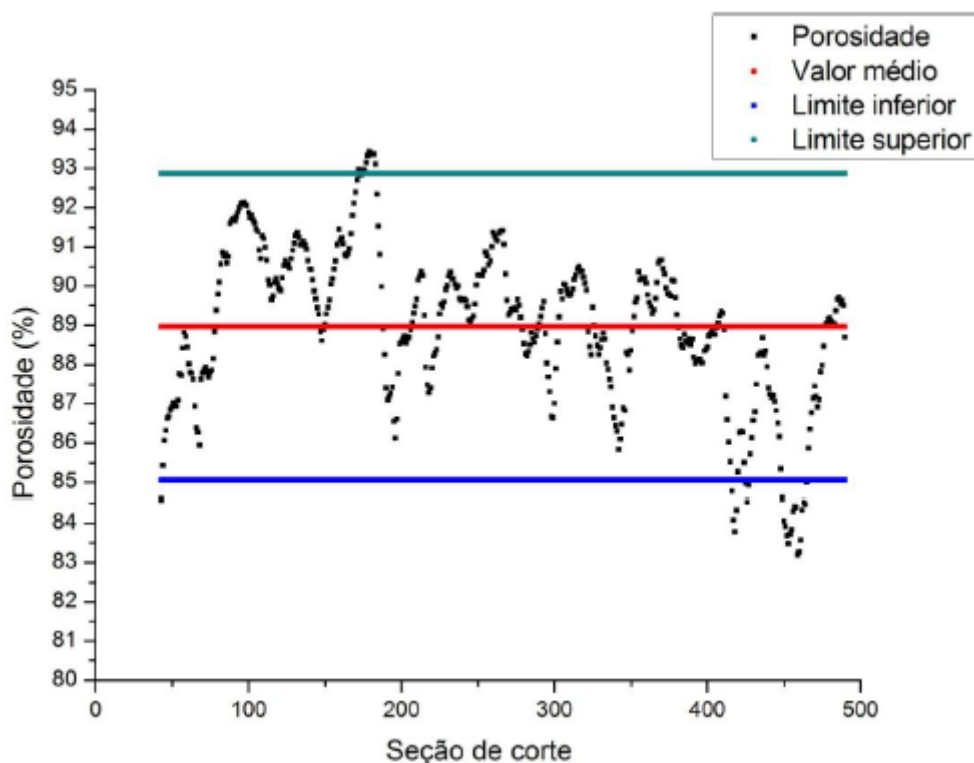
#### 5.2.2.2 Perfis de porosidade e porosidade total

Assim como na transmissão de raios gama, a microtomografia de raios-X tem a vantagem de mostrar como a porosidade varia dentro da amostra sem danificá-la.

Foram reconstruídas e analisadas as seções de corte 30 a 490 para as amostras 30 ppi, 45 ppi, 80 ppi e 100 ppi, totalizando 461 seções de corte. Para a amostra 60 ppi foram reconstruídas e analisadas as seções de corte 100 a 500, totalizando 401 seções de corte.

Os perfis de porosidade, mostrados da Figura à Figura , foram construídos a partir da porosidade de cada seção de corte analisada.

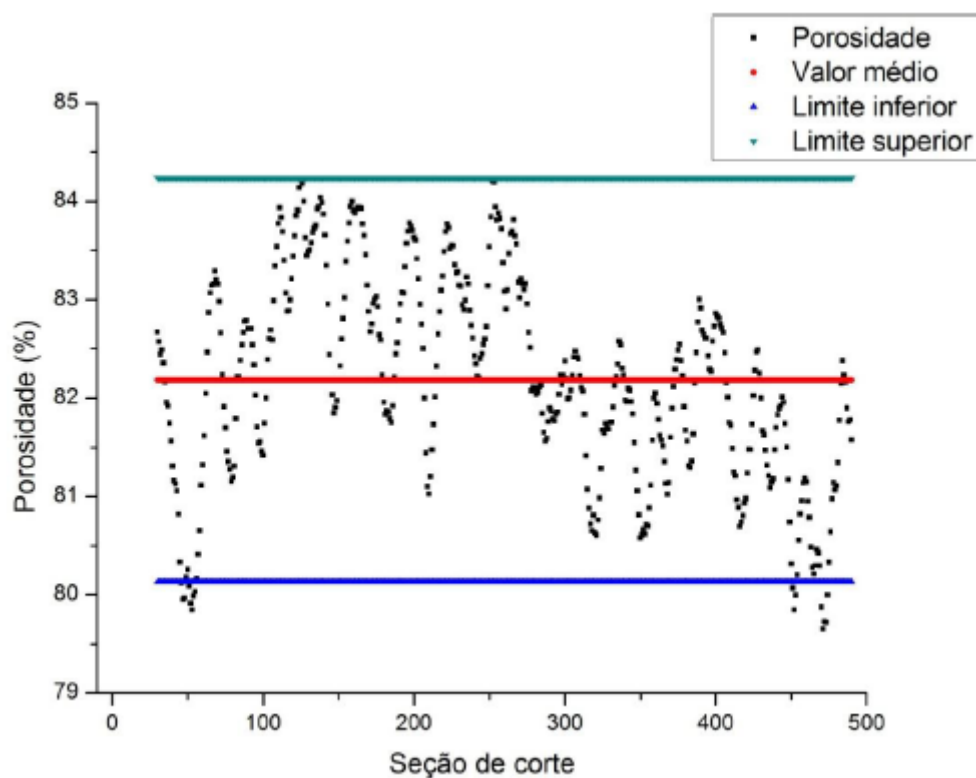
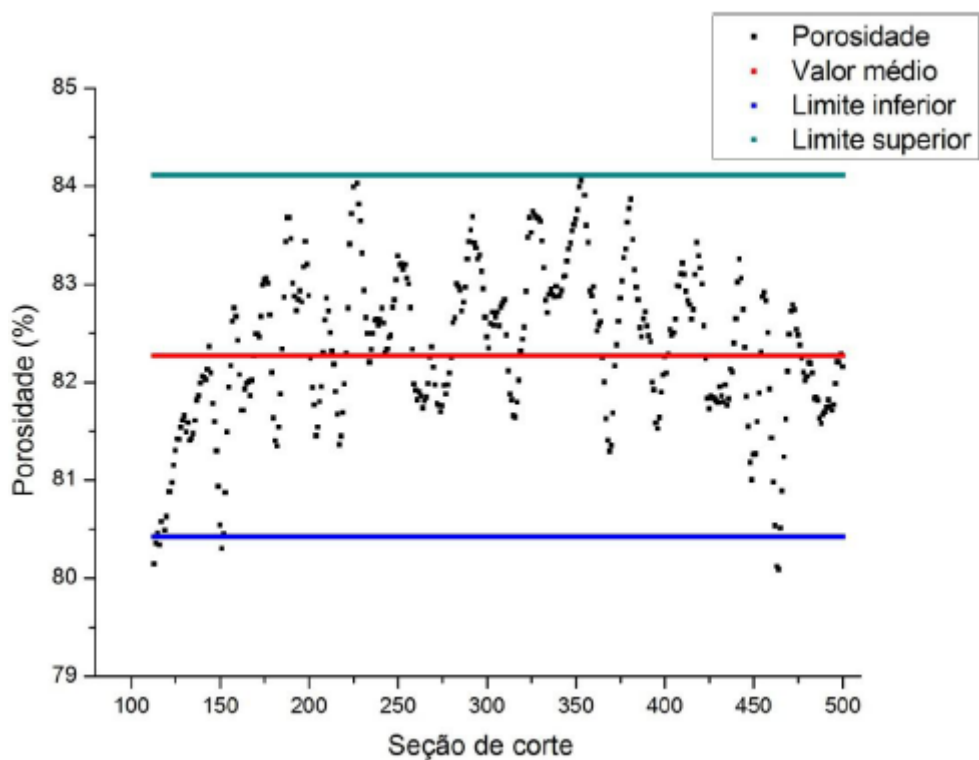
**Figura 66** – Perfil de porosidade para a amostra de 30 ppi

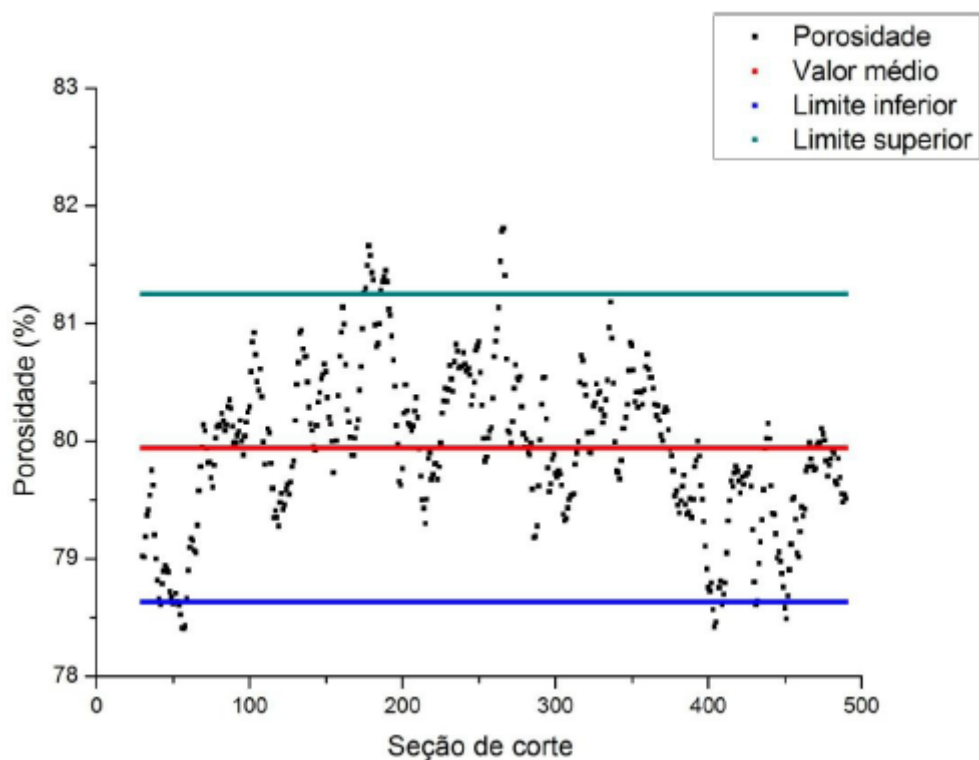
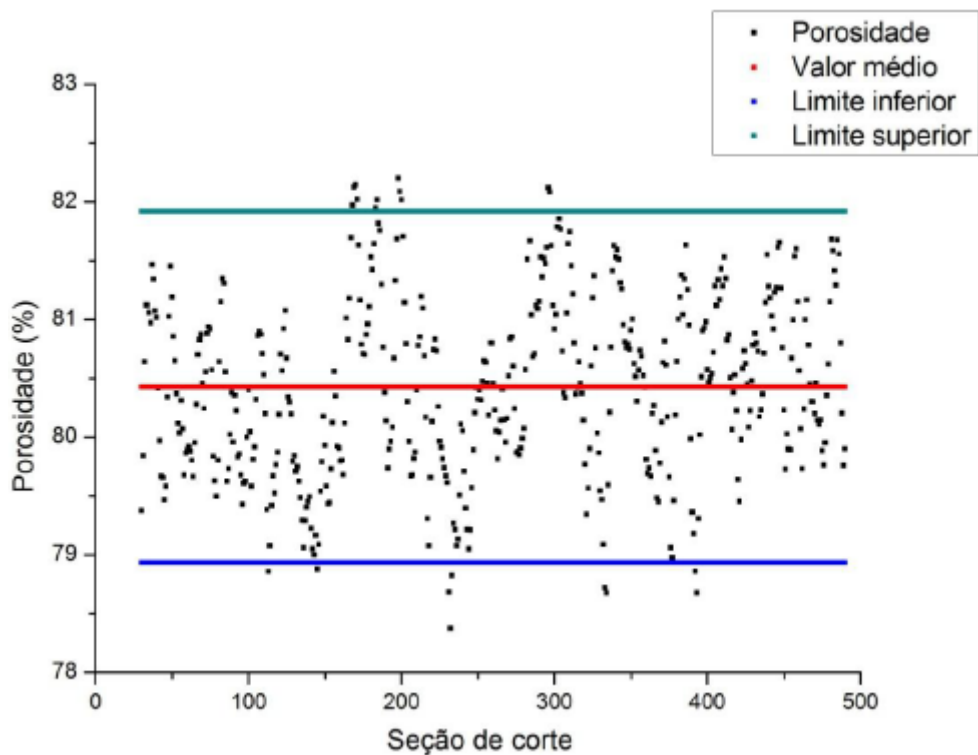


O perfil da amostra de 30 ppi mostra uma grande variação ao longo da amostra. Até a seção 78 todos os valores de porosidade estão abaixo do valor médio. Da seção 79 à seção 191 os valores de porosidade são majoritariamente maiores que o valor médio. Da seção 192 à seção 411 a porosidade varia em torno do valor médio. Da seção 412 à seção 490 a porosidade é majoritariamente menor que o valor médio, com algumas seções apresentando porosidade fora do intervalo de confiança.

Na amostra 45 ppi o perfil de porosidade é similar ao da amostra 30 ppi. Até a seção de corte 282 existe uma grande quantidade de seções com porosidade acima do valor médio. A partir dessa seção a grande maioria das seções de corte tem porosidade abaixo do valor médio.

Nas duas amostras citadas os menores valores de porosidade são encontrados nas imagens em que os microporos nas paredes das células estão mais “fechados” e os maiores valores de porosidade são encontrados nas imagens em que esses microporos estão mais “abertos”.

**Figura 67** – Perfil de porosidade para a amostra de 45 ppi**Figura 68** – Perfil de porosidade para a amostra de 60 ppi

**Figura 69** – Perfil de porosidade para a amostra de 80 ppi**Figura 70** – Perfil de porosidade para a amostra de 100 ppi

Os perfis de porosidade das amostras 60 ppi e 80 ppi são similares: a porosidade é menor nas extremidades e apresenta picos e vales em torno de um valor um pouco maior que o valor médio.

Na amostra 100 ppi a porosidade apresenta picos e vales em torno do valor médio.

A Tabela mostra as diferenças entre o maior e o menor de porosidade em cada amostra. Essa diferença é pequena para todas as amostras, com exceção da amostra 30 ppi.

**Tabela 8** – Diferenças entre o maior e menor valor de porosidade dentro de uma mesma amostra

Amostra	Diferença (%)
30 ppi	10,22
45 ppi	4,57
60 ppi	4,02
80 ppi	3,40
100 ppi	3,82

A porosidade total foi calculada pela média aritmética da porosidade de todas as seções de corte. Os resultados são mostrados na Tabela e são comparados com resultados obtidos por Rocha (2005) e com os resultados fornecidos pelo fabricante. As incertezas foram calculadas através do desvio padrão da média e são mostradas com 95 % de confiança. Elas representam variação da porosidade no interior da amostra.

No trabalho de Rocha (2005) foram medidas três amostras diferentes para cada densidade de poros, com a resolução de 32  $\mu\text{m}$ . Os valores apresentados no presente trabalho referem-se ao valor médio dos resultados obtidos por Rocha (2005), com as incertezas correspondendo ao desvio padrão da média com 95% de confiança.

**Tabela 9** – Porosidade total das amostras de SiC microtomografadas

Amostra	Porosidade (%)		
	Presente trabalho	Rocha (2005)	Fabricante
30 ppi	89,0 ± 3,9	88,62 ± 0,17	90,0
45 ppi	82,2 ± 2,1	84,3 ± 1,2	84,6
60 ppi	82,4 ± 1,6	84,3 ± 1,0	86,4
80 ppi	79,9 ± 1,6	82,29 ± 0,88	88,5
100 ppi	80,4 ± 1,5	83,4 ± 1,6	87,8

Os resultados obtidos no presente trabalho concordam com os resultados obtidos por Rocha (2005). Apenas a amostra 30 ppi concorda com os valores fornecidos pelo fabricante, embora a amostra 45 ppi tenha um valor muito próximo. Essas são as amostras que mostraram ter microporos nas paredes celulares. É provável que realizando medidas com resolução espacial menor as outras amostras também apresentem microporos, o que aumentaria os valores de porosidade total.

### 5.2.2.3 Distribuição de tamanhos de poros

As Figuras 71 a 75 apresentam as distribuições de tamanhos de poros das amostras estudadas. Essas distribuições foram calculadas com o software Imago, ao se aplicar a operação de abertura na fase porosa. Através das distribuições é possível quantificar o percentual de macroporos ou de microporos (quando esses são observados). No presente trabalho o percentual de macroporos se refere apenas aos raios de poros mais frequentes enquanto o percentual de microporos se refere ao total observado.

A amostra de 30 ppi apresenta uma grande quantidade de tamanhos de poros. 35 % deles têm raios variando de 547,32  $\mu\text{m}$  a 845,86  $\mu\text{m}$ . É nessa faixa que está o raio de poro que aparece com maior frequência: 771,22  $\mu\text{m}$ , com 3,72 % de frequência. Essa amostra também apresenta pequenos poros com raios variando de 24,8  $\mu\text{m}$  a 125  $\mu\text{m}$ , sendo que o mais freqüente tem raio de 74,63

$\mu\text{m}$ . Esses poros aparecem com 2,42 % de frequência e correspondem aos poros no interior das paredes das células.

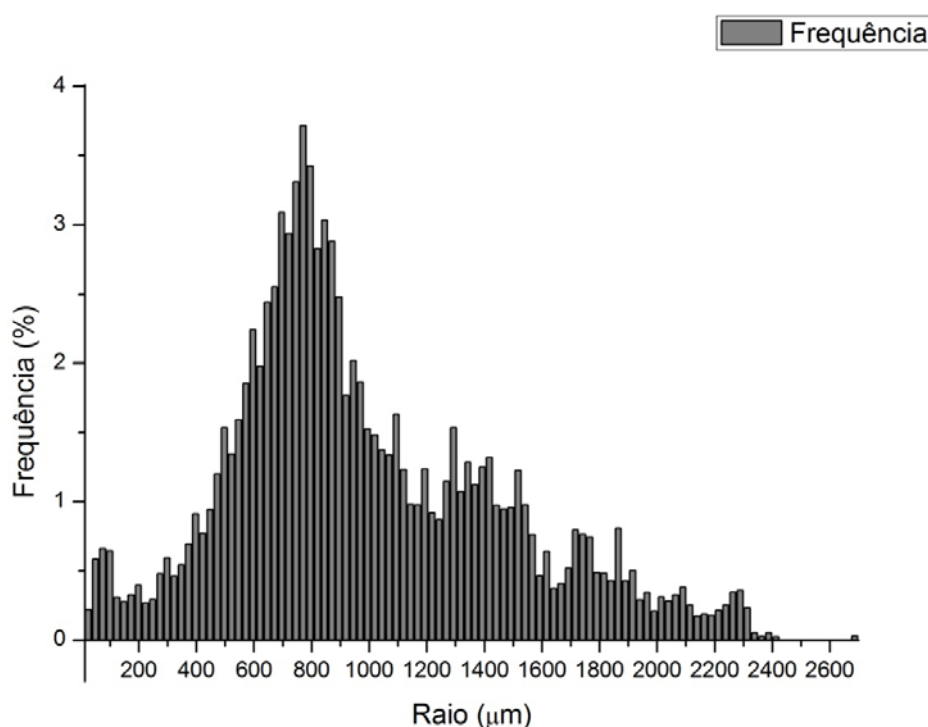
Na amostra de 45 ppi 57,4 % dos poros têm raios dentro da faixa de 497,56  $\mu\text{m}$  a 671,71  $\mu\text{m}$ . O poro com raio de 597,07  $\mu\text{m}$ , que é observado com 9,61% de frequência é o poro que mais aparece. Poros com raios variando de 24,8  $\mu\text{m}$  a 125  $\mu\text{m}$  aparecem com 3,01 % de frequência e correspondem aos poros dentro das paredes das células.

A amostra de 60 ppi tem 66,9 % dos poros com raios variando de 298  $\mu\text{m}$  a 472  $\mu\text{m}$ . Dois valores de raios de poros são observados com maior frequência (12,92 %): 348,29  $\mu\text{m}$  e 373,17  $\mu\text{m}$ .

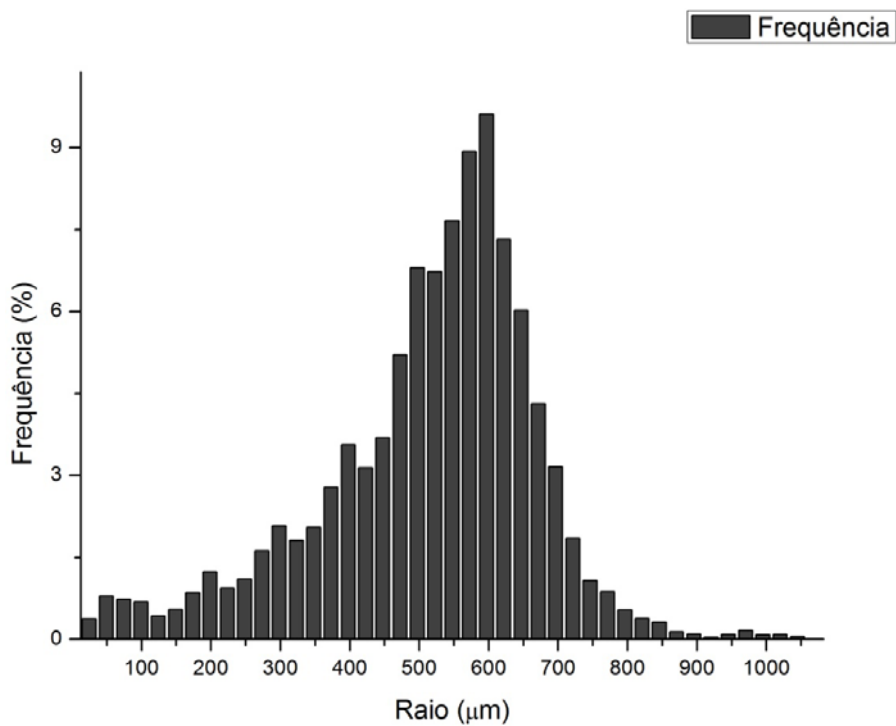
Na amostra de 80 ppi 69,3 % dos poros têm raios variando de 174  $\mu\text{m}$  a 273  $\mu\text{m}$ . Os poros com raios de 199,02  $\mu\text{m}$  são observados com 20,5% de frequência.

A amostra de 100 ppi apresenta 77% dos poros com raios variando de 124  $\mu\text{m}$  a 248  $\mu\text{m}$ . O raio de poro mais freqüente é o de 174,15  $\mu\text{m}$ , com 20,78 %.

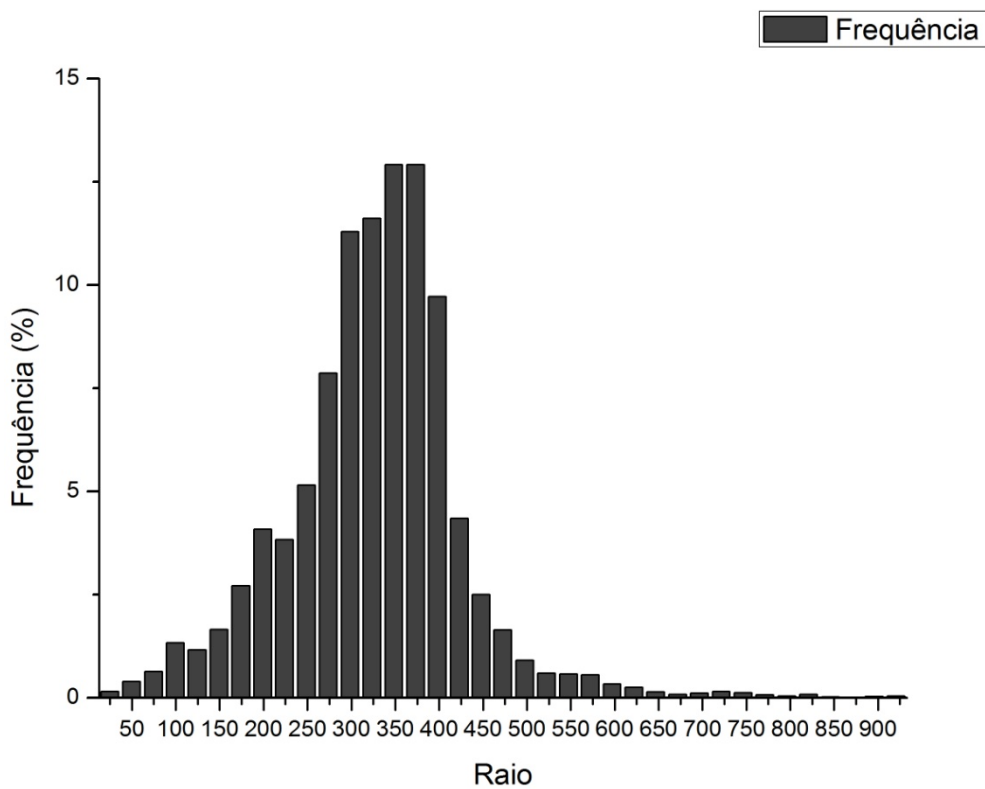
**Figura 71** – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra 30 ppi

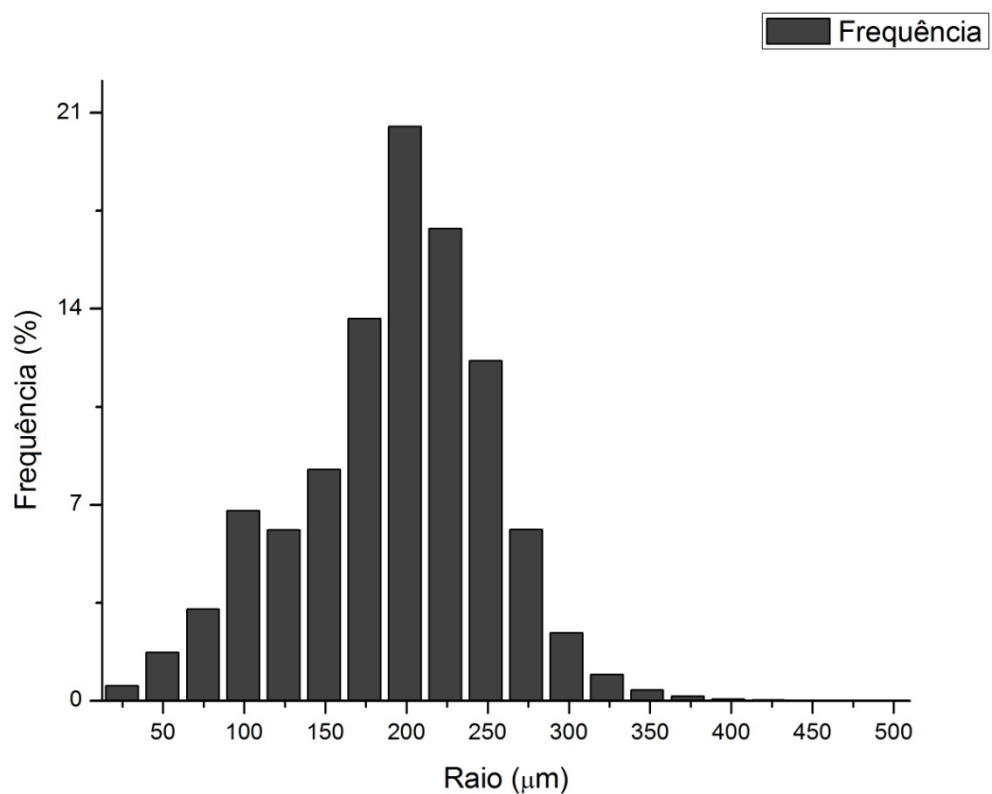
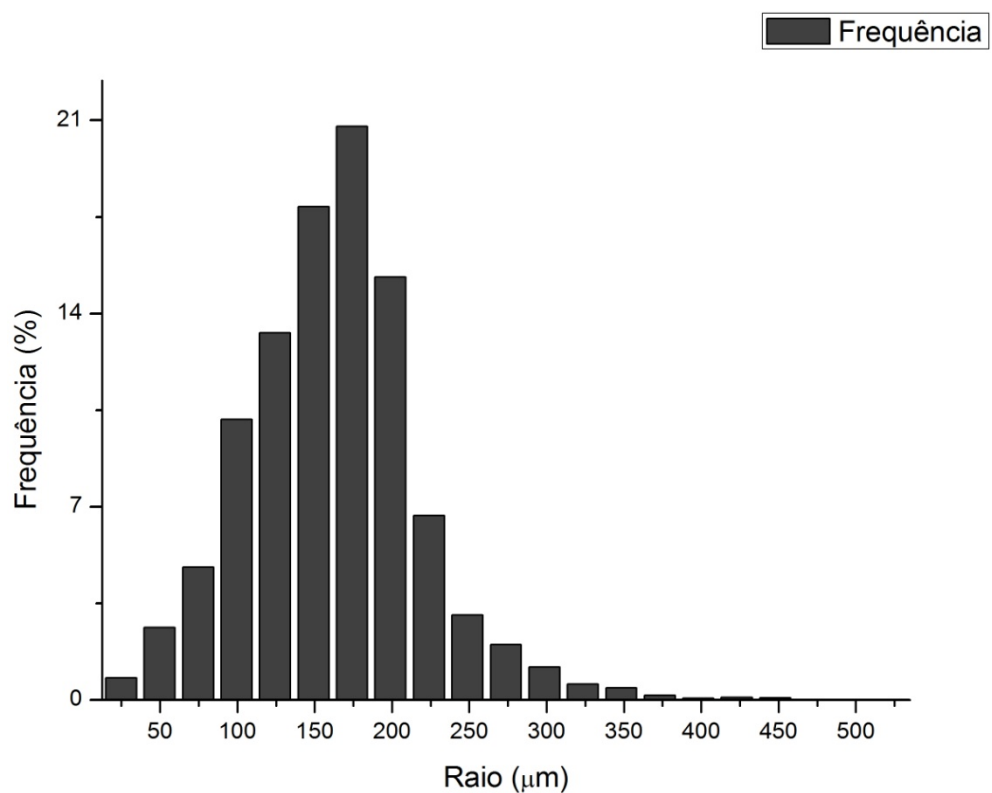


**Figura 72** – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra 45 ppi



**Figura 73** – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra 60 ppi



**Figura 74** – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra 80 ppi**Figura 75** – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra 100 ppi

#### 5.2.2.4 Distribuição de espessura das paredes das células

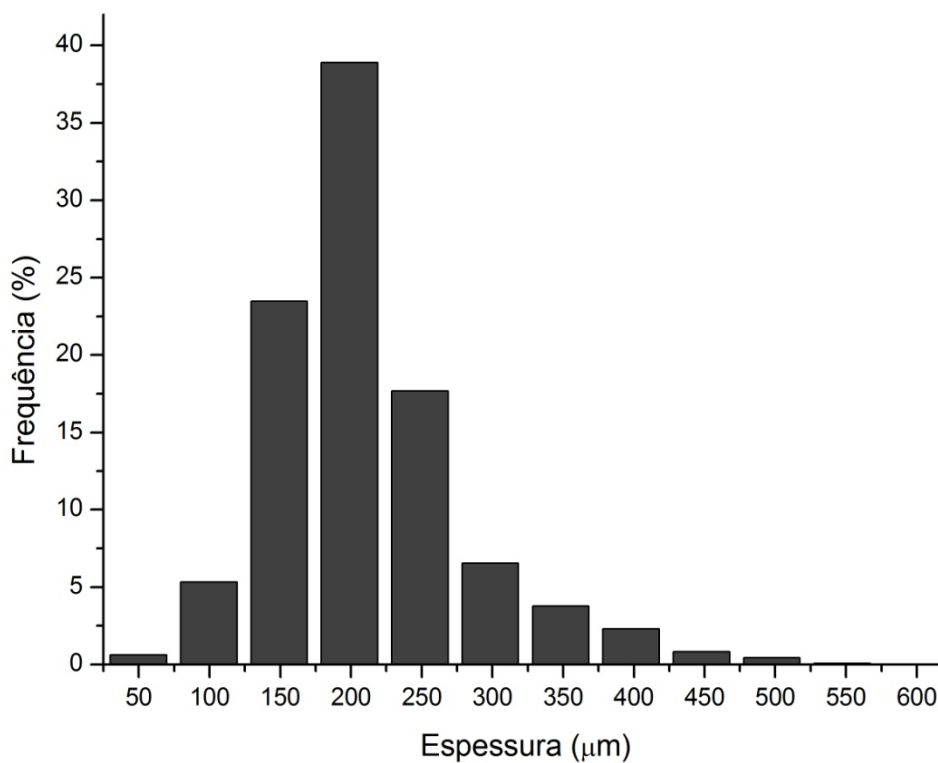
As paredes celulares têm grande influência nas propriedades mecânicas dos materiais que constituem. Suas espessuras são um parâmetro importante para estudar propriedades como o módulo de compressão e a tensão necessária para o rompimento das células (Gibson & Ashby, 1997).

As Figuras 76 a 80 mostram as distribuições de tamanhos das espessuras das paredes das células. Os valores obtidos se referem ao diâmetro da maior esfera que poderia ser colocada dentro da parede e são resultado de se aplicar a técnica de abertura implementada no software Imago (vide seção 0) na fase sólida da amostra.

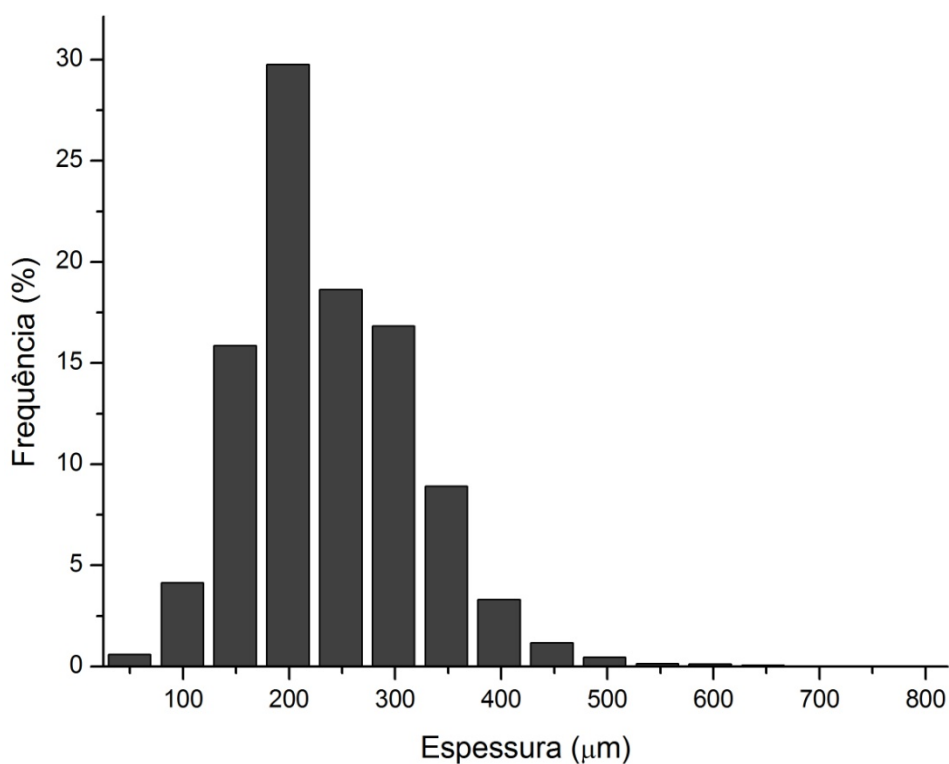
As amostras de 30 ppi, 45 ppi e 60 ppi têm as espessuras das paredes com frequência majoritária dentro da faixa de 149,2  $\mu\text{m}$  a 248,8  $\mu\text{m}$ . Essa frequência corresponde a 80 % para a amostra 30 ppi, 64,3 % para a amostra 45 ppi, 74,1 % para a amostra 60 ppi. Para essas amostras a espessura de 199,02  $\mu\text{m}$  é a que aparece com maior frequência: 38,9 % para a amostra de 30 ppi, 29,8 % para a amostra de 45 ppi e 37,2 % para a amostra de 60 ppi.

Para as amostras de 80 ppi e 100 ppi, 93,4 % e 92,5 %, respectivamente, dos valores de espessura estão na faixa de 99,51  $\mu\text{m}$  a 199,02  $\mu\text{m}$ . A espessura com maior frequência é a de 149,26  $\mu\text{m}$ , com 41,7 % de frequência para a amostra 80 ppi e 46,7 % para a amostra 100 ppi.

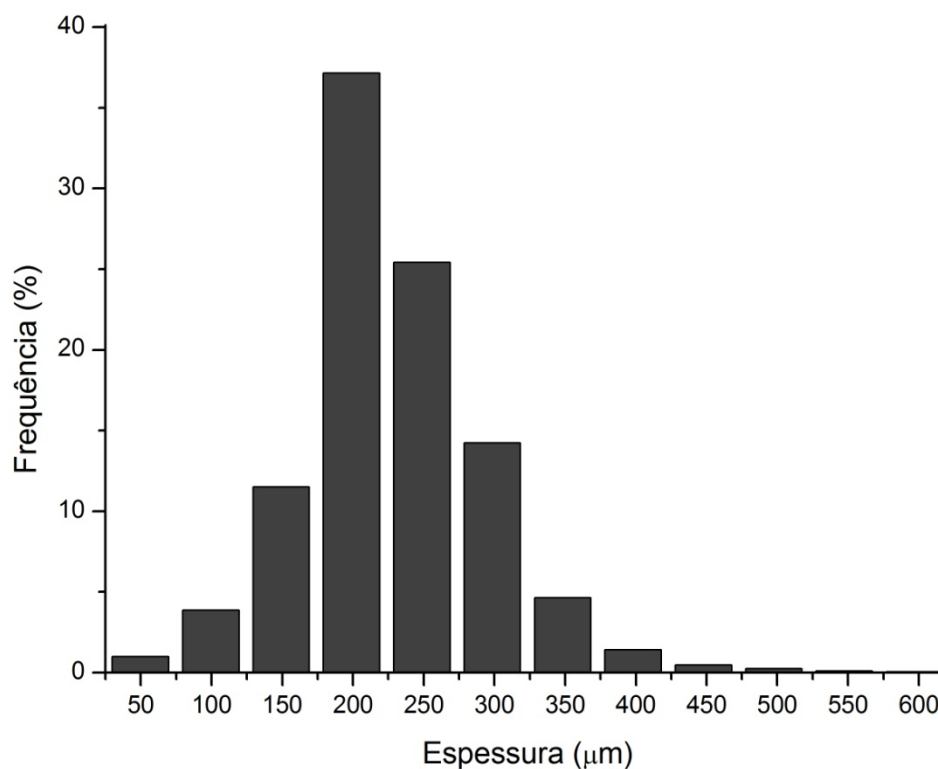
**Figura 76** – Distribuição de tamanhos de espessura das paredes das células para a amostra de 30 ppi.



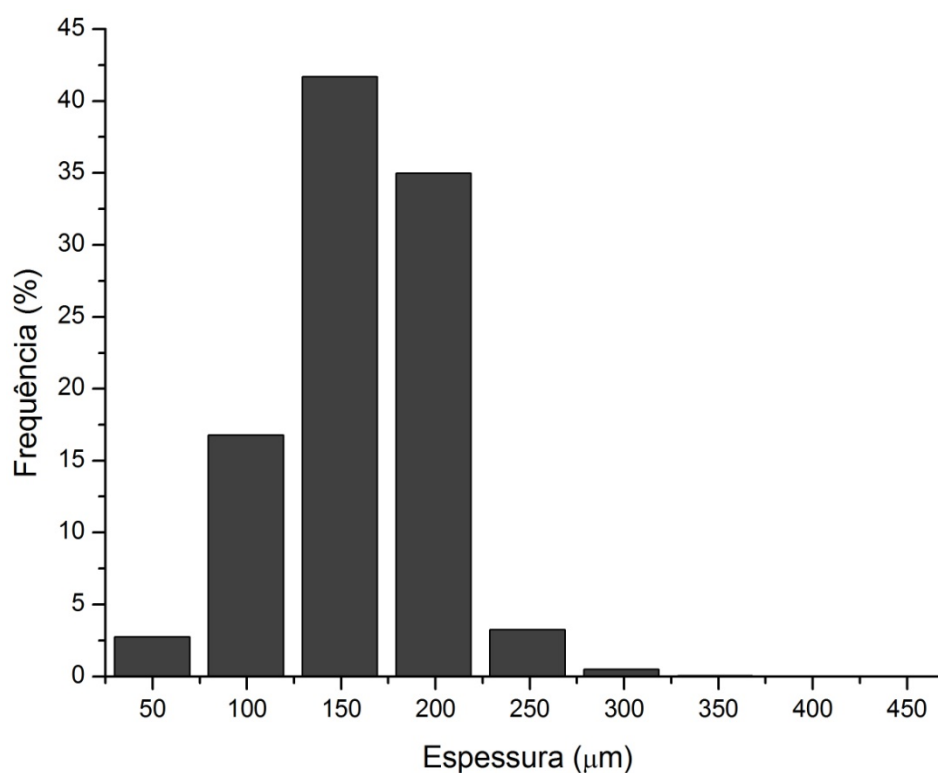
**Figura 77**– Distribuição de tamanhos de espessura das paredes das células para a amostra de 45 ppi



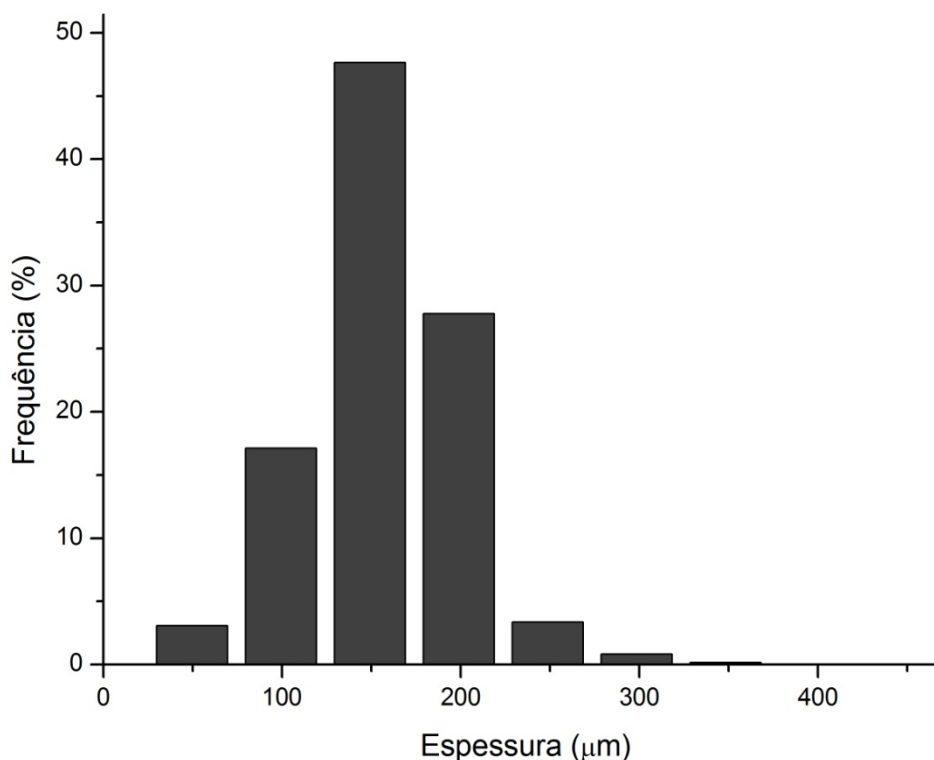
**Figura 78** – Distribuição de tamanhos de espessura das paredes das células para a amostra de 60 ppi



**Figura 79** – Distribuição de tamanhos de espessura das paredes das células para a amostra de 80 ppi



**Figura 80** – Distribuição de tamanhos de espessura das paredes das células para a amostra de 100 ppi



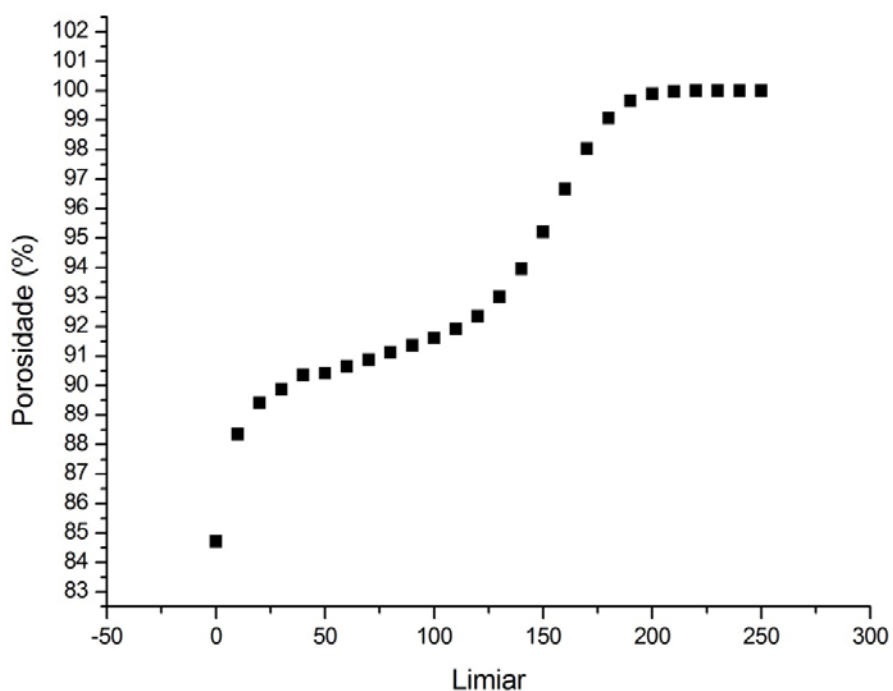
### 5.2.3 Resolução de 2,5 $\mu m$ .

#### 5.2.3.1 Limiar de binarização

Partindo das mesmas considerações feitas para as análises das medidas com 24,8  $\mu m$ , foram construídos os gráficos mostrando o comportamento da porosidade em função do limiar de binarização para as medidas com 2,5  $\mu m$  de resolução.

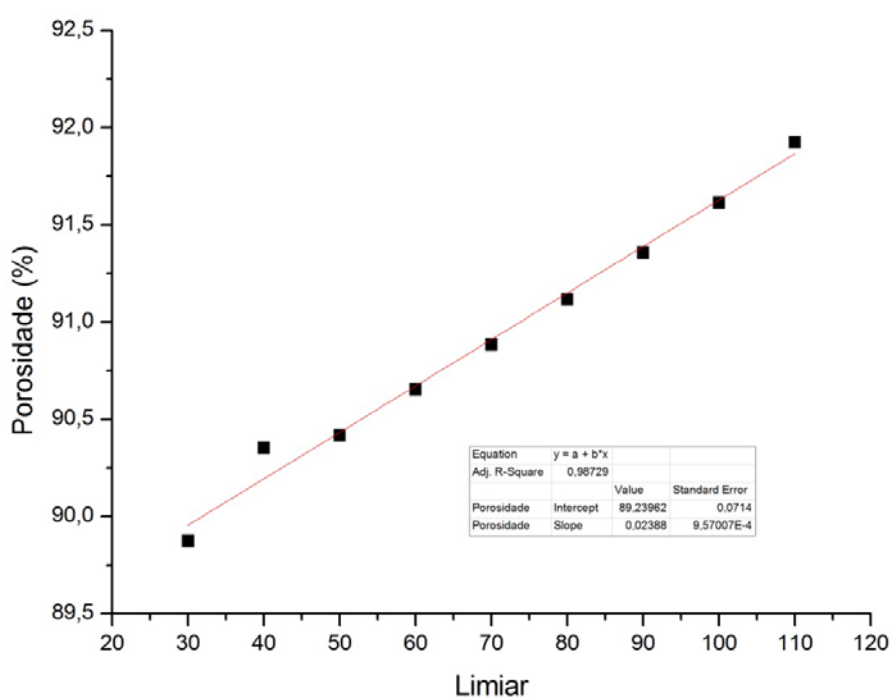
A Figura mostra o comportamento da porosidade em função do limiar escolhido para a amostra 30 ppi. A variação do limiar influencia pouco no valor da porosidade no intervalo de 30 a 110. Já dos limiares 120 a 200 a variação da porosidade é mais acentuada. Do limiar 210 a 250 a porosidade tende assintoticamente a 100 %.

**Figura 81** – Porosidade em função do limiar para a amostra de 30 ppi



Uma vez que o limiar escolhido para binarização está na faixa de 30 a 110, que apresenta boa linearidade, foi feito um ajuste linear para esse intervalo. O ajuste é mostrado na Figura .

**Figura 82** – Ajuste linear para a amostra de 30 ppi



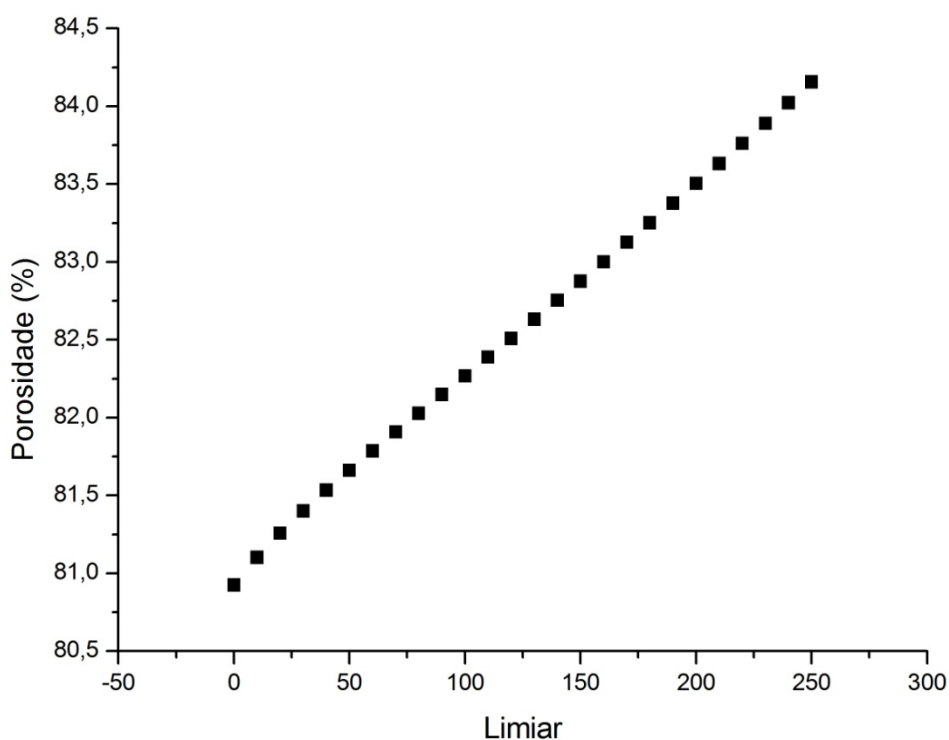
O coeficiente de correlação e o coeficiente angular do ajuste confirmam a linearidade e a pouca influência do valor do limiar para o valor da porosidade na faixa escolhida.

A Figura mostra o comportamento da porosidade com a variação do limiar para a amostra 45 ppi.

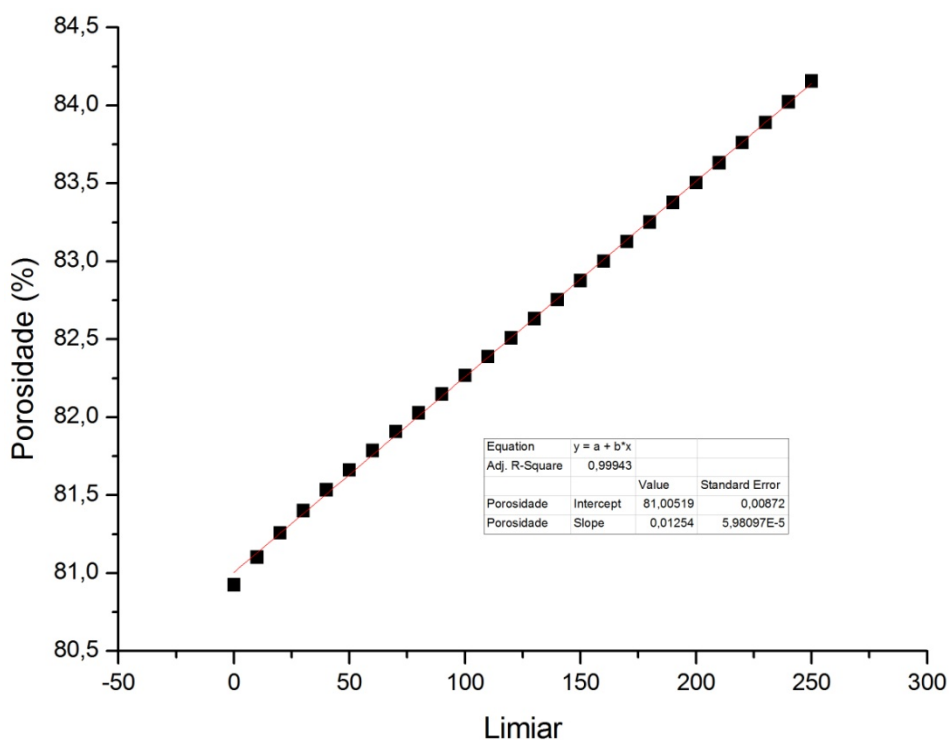
Observa-se que do limiar 1 ao limiar 250 há uma grande linearidade entre a porosidade e o valor do limiar. A Figura mostra o ajuste linear feito para toda essa faixa.

O valor do coeficiente de correlação confirma que há uma boa linearidade entre a porosidade e o valor do limiar e o coeficiente angular do ajuste mostra que a variação do limiar influencia pouco no valor da porosidade.

**Figura 83** – Porosidade em função do limiar para a amostra de 45 ppi



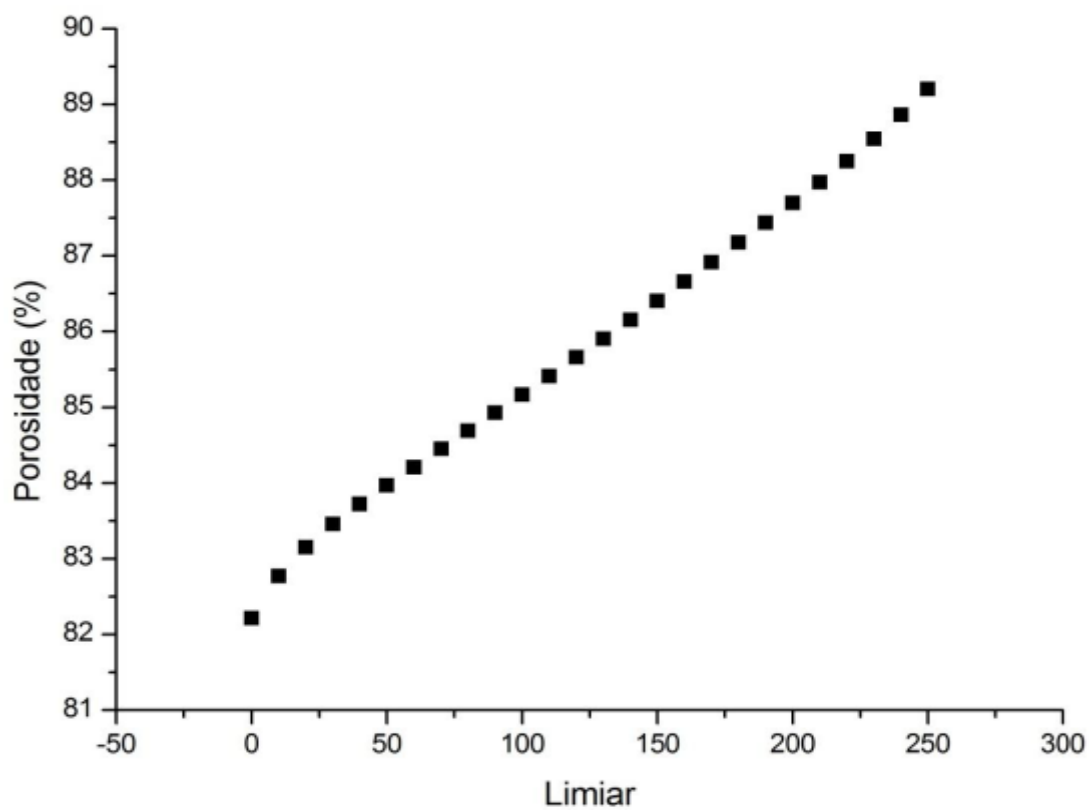
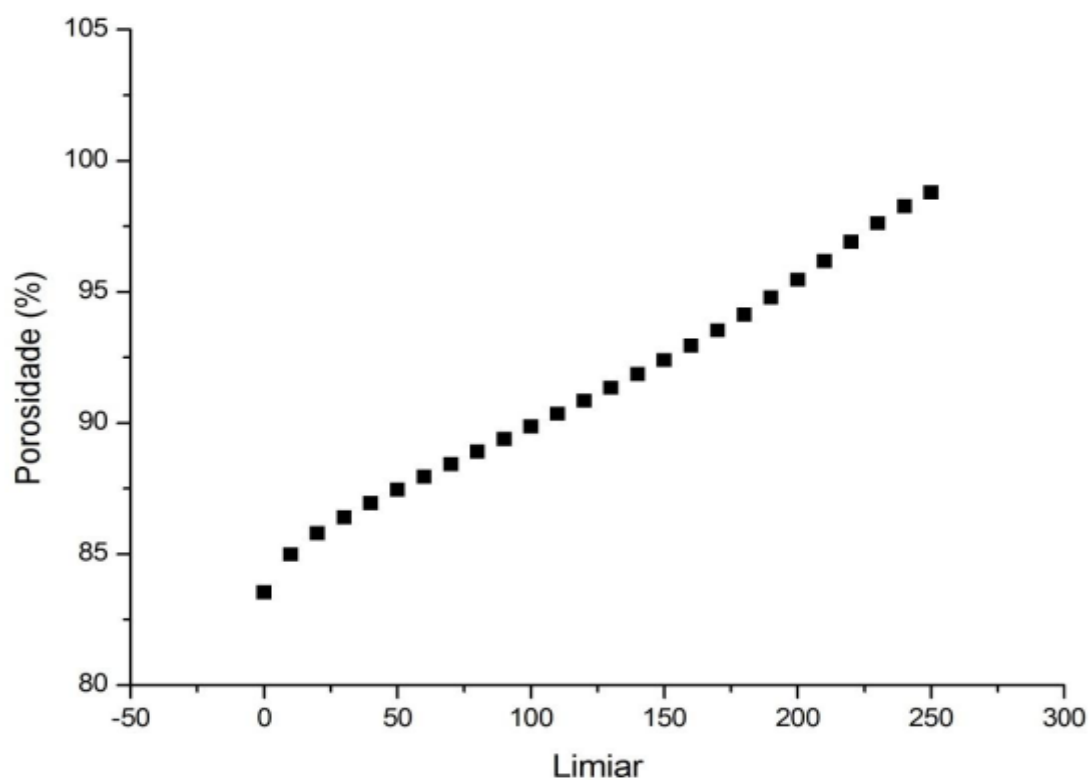
**Figura 84 – Ajuste linear para a amostra de 45 ppi**



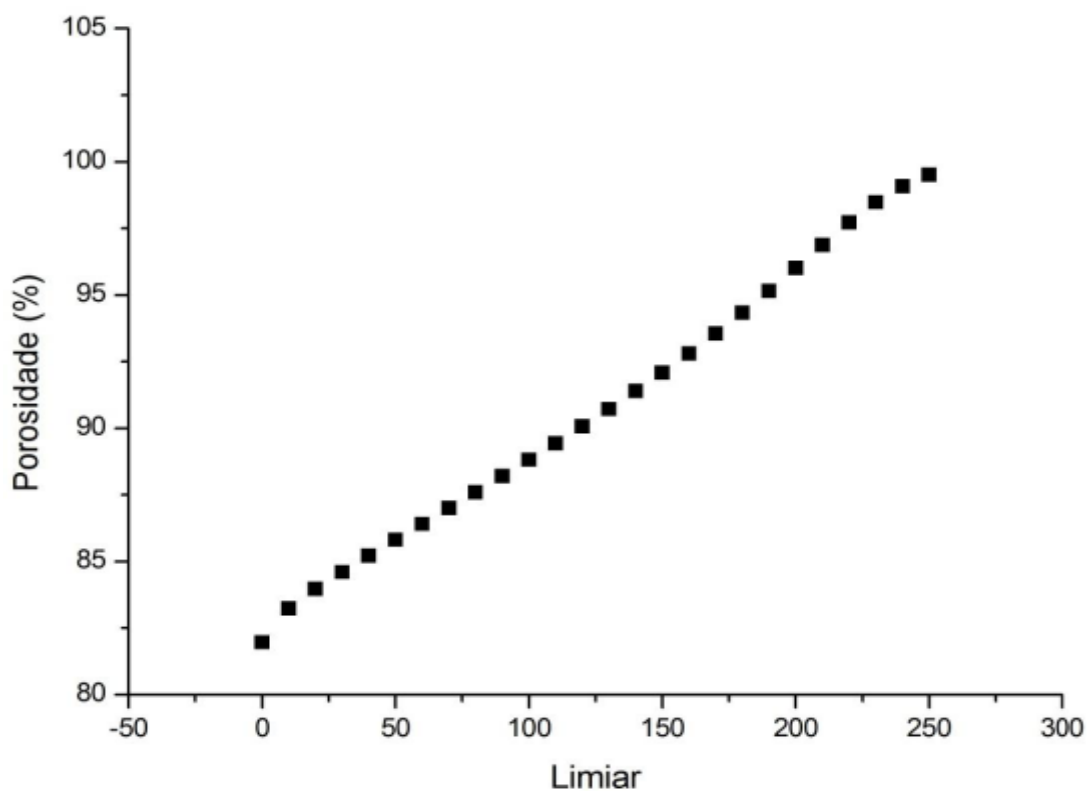
As Figuras 85 a 87 mostram as curvas de porosidade em função dos limiares de binarização para as amostras 60 ppi, 80 ppi e 100 ppi. Elas mostram que há boa linearidade na faixa de limiares que vai de 30 a 200.

Os ajustes lineares para essas amostras são mostrados nas Figuras 88 a 90.

Os coeficientes de correlação dos ajustes confirmam a boa linearidade. Os coeficientes angulares dos ajustes mostram que a variação do limiar influencia pouco no valor da porosidade.

**Figura 85** – Porosidade em função do limiar para a amostra 60 ppi**Figura 86** – Porosidade em função do limiar para a amostra 80 ppi

**Figura 87** – Porosidade em função do limiar para a amostra 100 ppi



**Figura 88** – Ajuste linear para a amostra 60 ppi

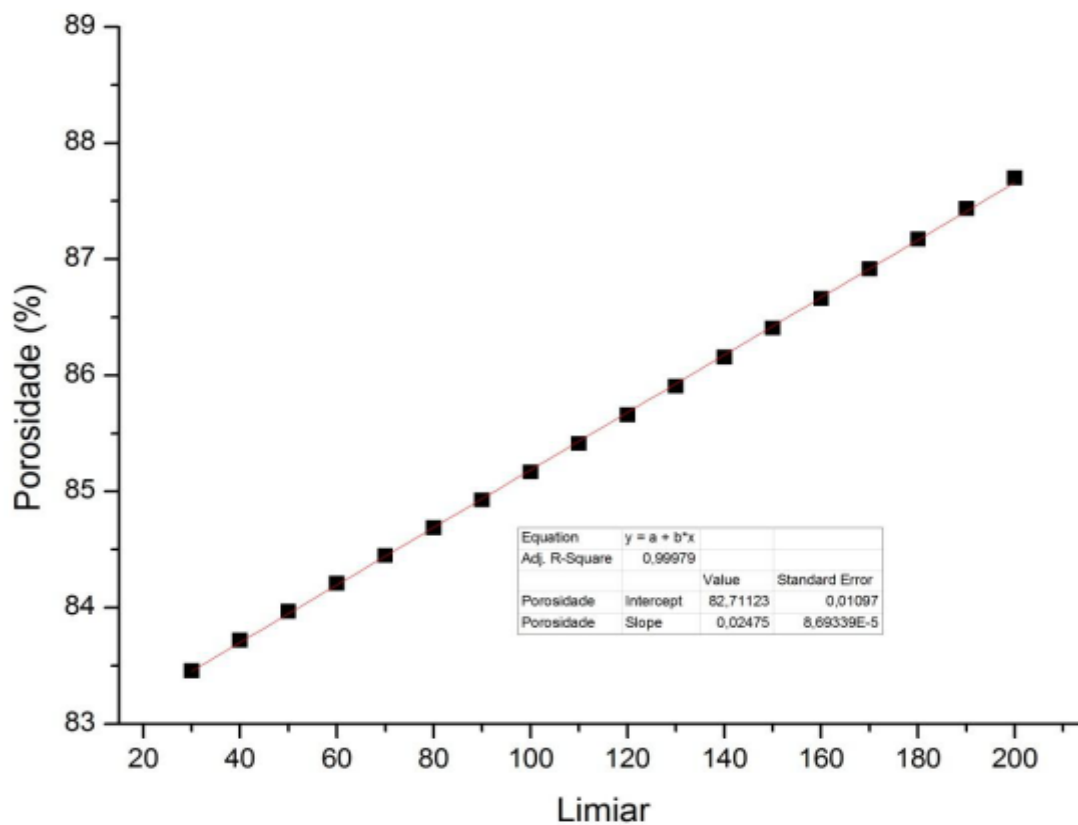


Figura 89 – Ajuste linear para a amostra 80 ppi

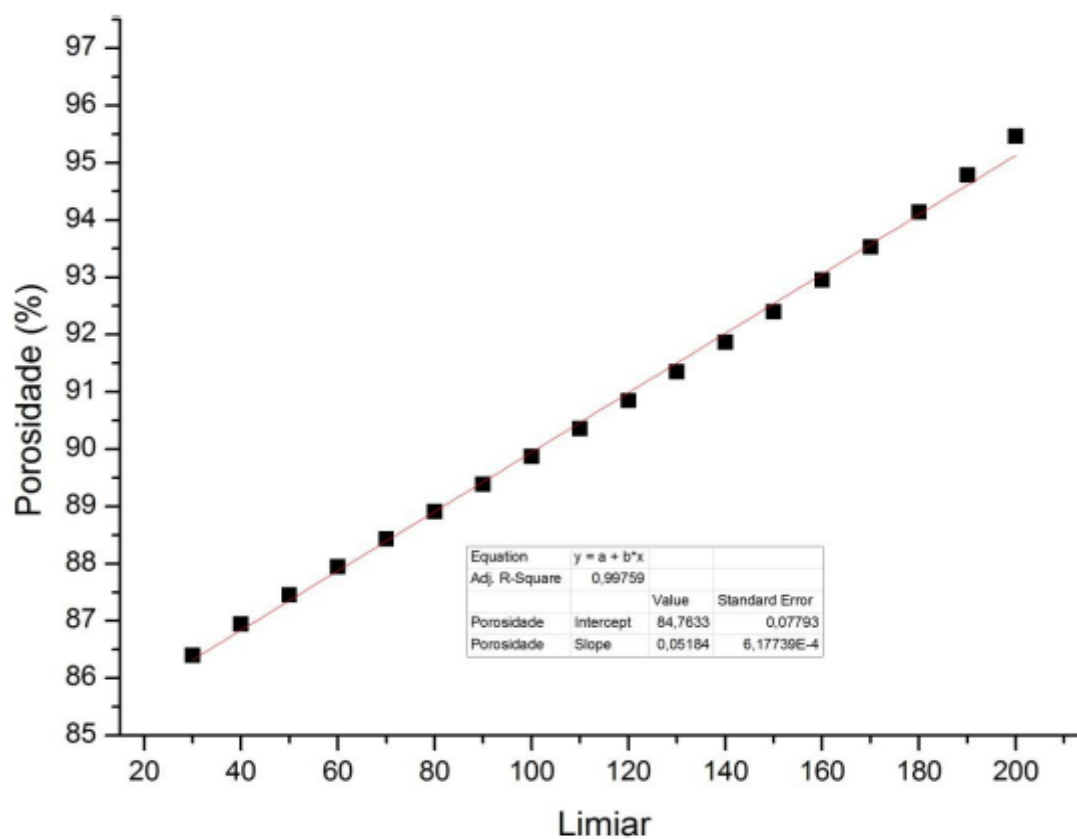
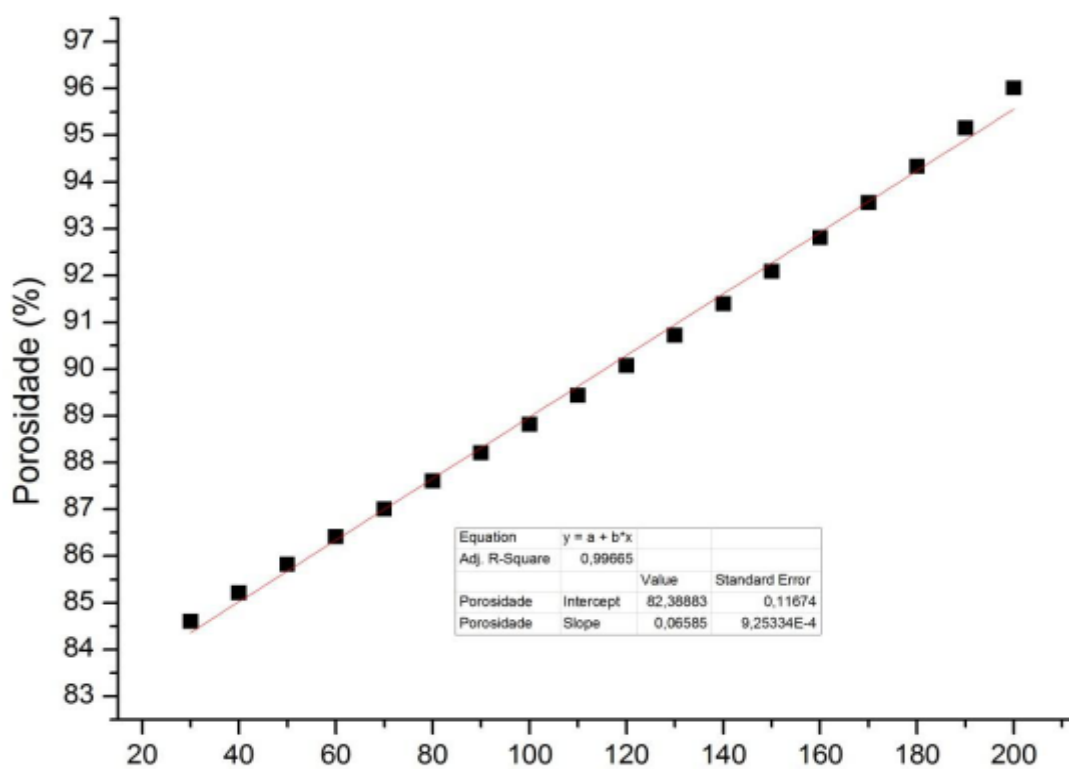


Figura 90 – Ajuste linear da amostra 100 ppi



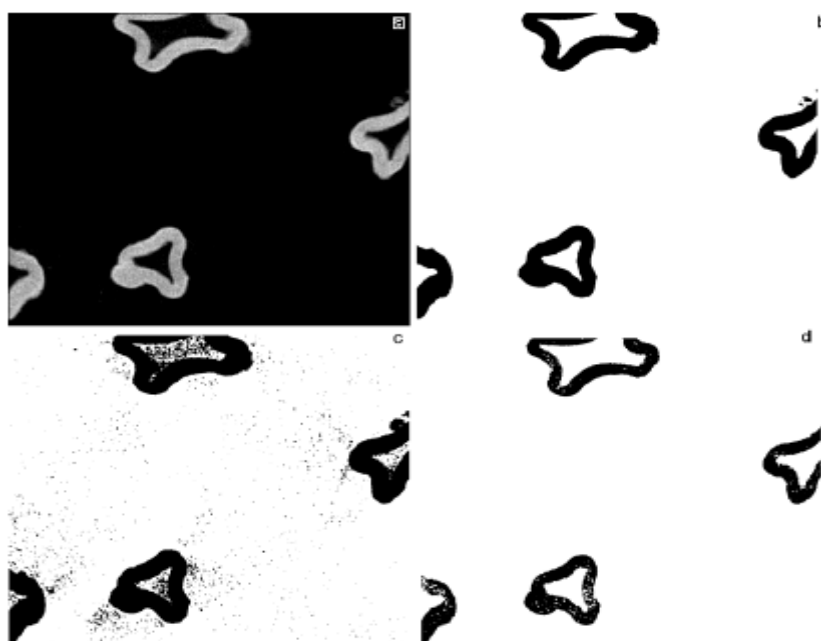
A Tabela mostra os valores dos limiares correspondentes às porosidades dos limites do intervalo de confiança para cada amostra. Ela mostra que grandes variações na escolha do limiar ainda levam a valores de porosidade estatisticamente iguais aos obtidos. Para a amostra de 45 ppi essa variação é tão grande que extrapola os valores de porosidade obtidos para os limiares extremos 1, no caso do limite inferior, e 254, para o limite superior.

**Tabela 10** – Limiares correspondentes aos limites do intervalo de confiança

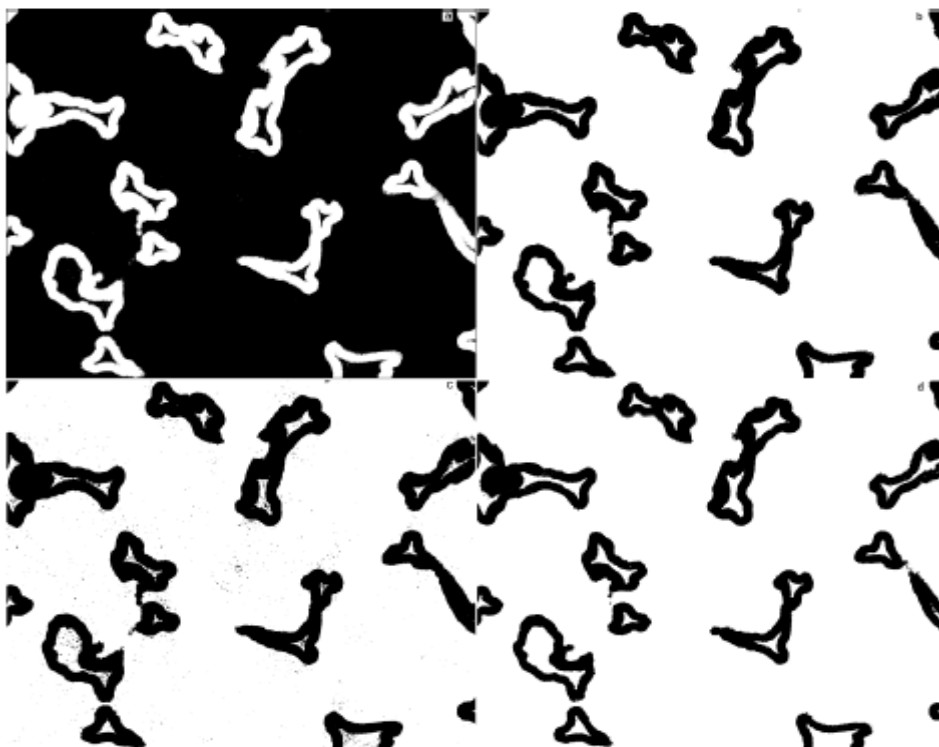
Amostra	Limiar escolhido	Limiar do Limite inferior	Limiar do Limite superior
30 ppi	64	5	150
45 ppi	120	-----	-----
60 ppi	110	25	195
80 ppi	68	35	95
100 ppi	61	45	80

As Figuras 91 a 95 mostram comparações entre uma seção de corte de cada amostra com imagens binarizadas com os limiares da Tabela .

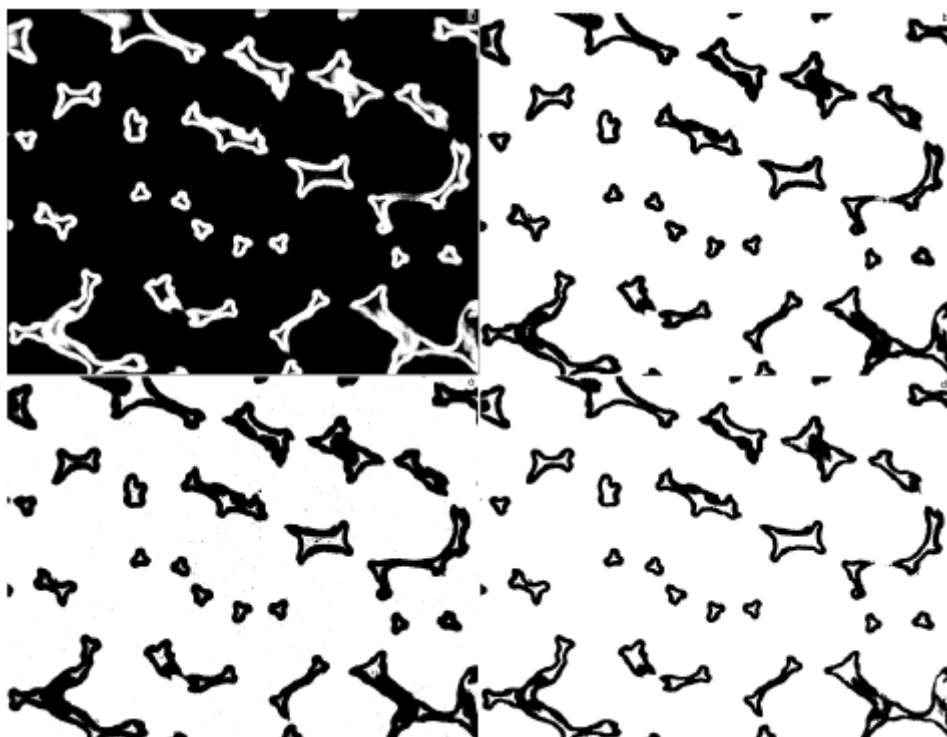
**Figura 91** – Seção 751(a) da amostra 30 ppi binarizada com os limiares 64 (b), 5 (c) e 150 (d).



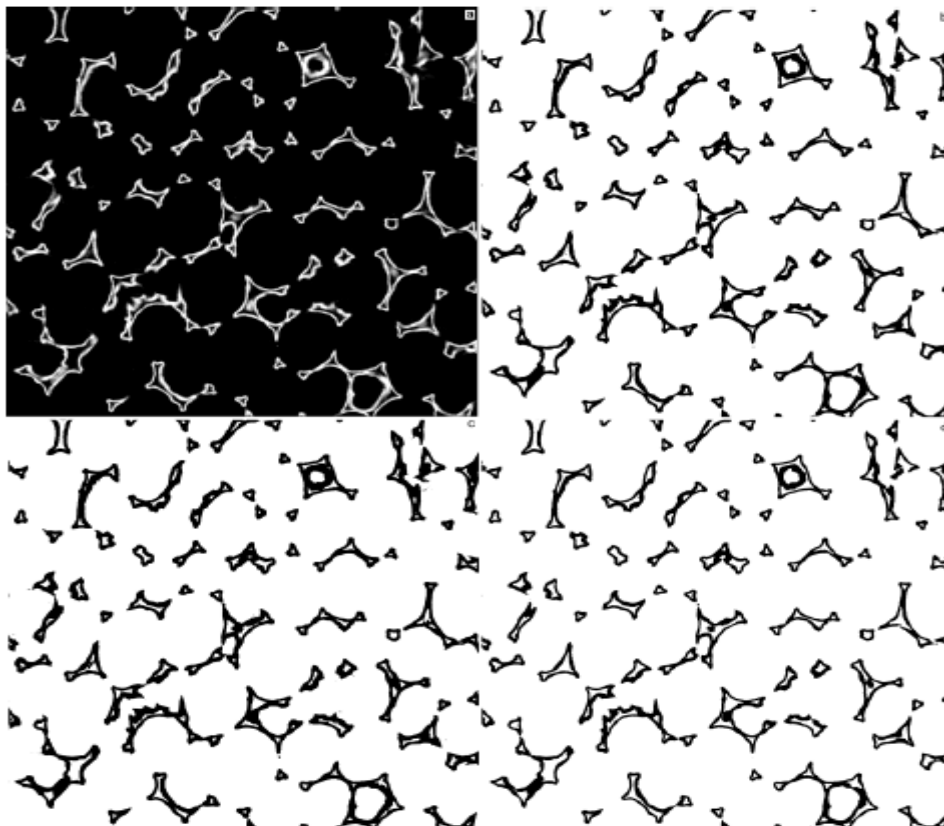
**Figura 92** – Seção 198 (a) da amostra 45 ppi binarizada com os limiares 120 (b), 1 (c) e 250 (d).



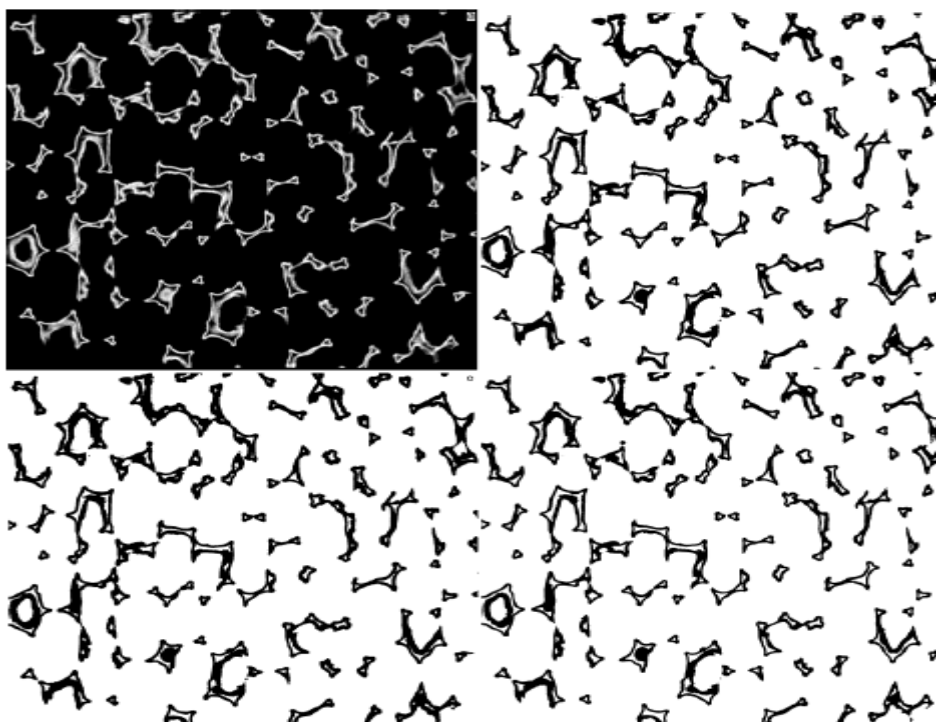
**Figura 93** – Seção 698 da amostra 60 ppi binarizada com os limiares 110 (b), 25 (c) e 195 (d).



**Figura 94** – Seção 360 da amostra 80 ppi binarizada com os limiares 68 (b), 35 (c) e 95 (d).



**Figura 95** – Seção 737 da amostra 100 ppi binarizada com os limiares 61 (b), 45 (c) e 80 (d).



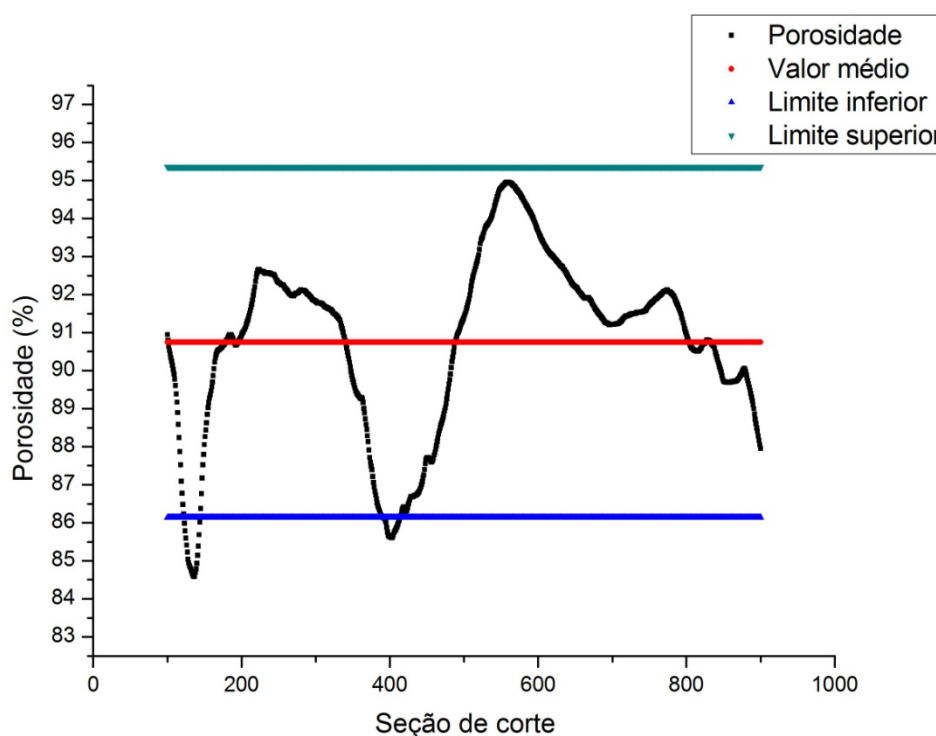
As Figuras 91 a 95 mostram claramente que todas as amostras possuem microporos no interior das paredes celulares.

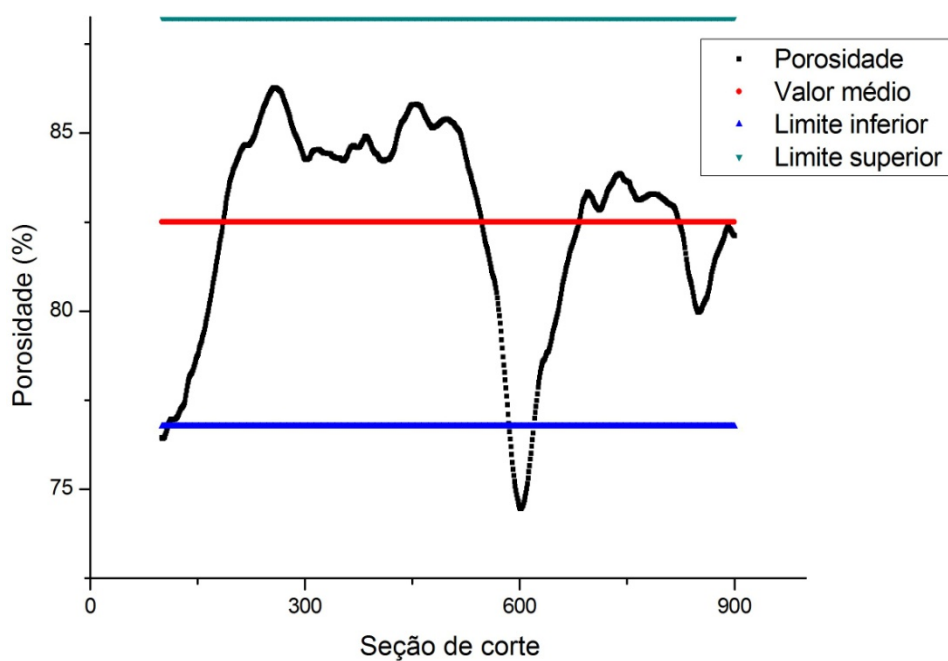
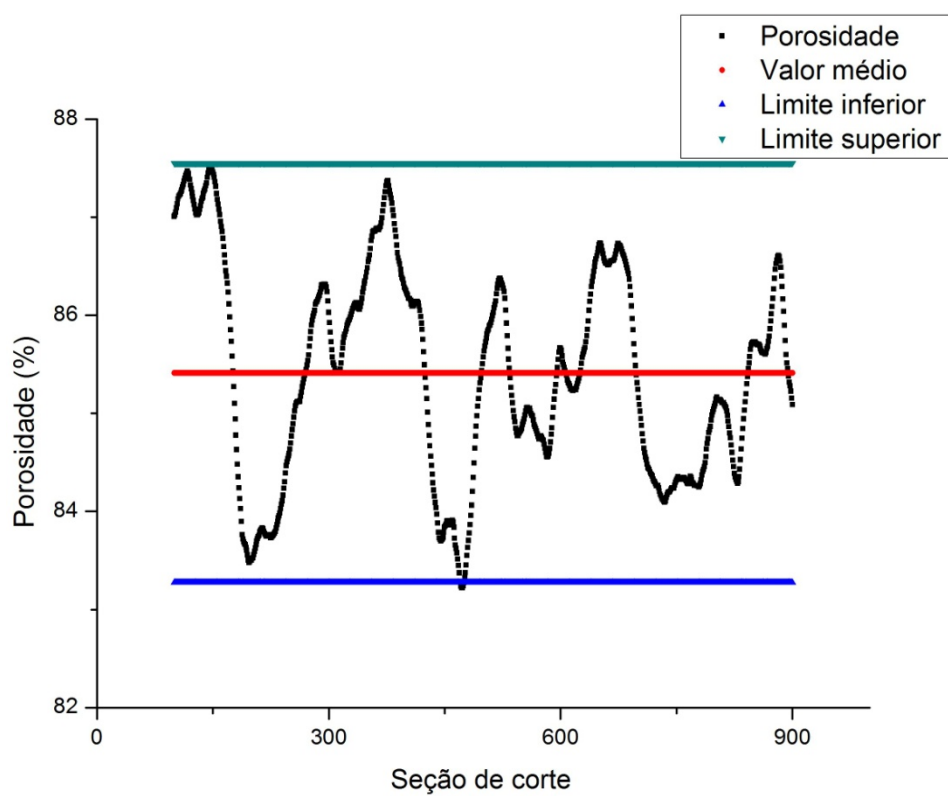
### 5.2.3.2 Perfis de porosidade e porosidade total

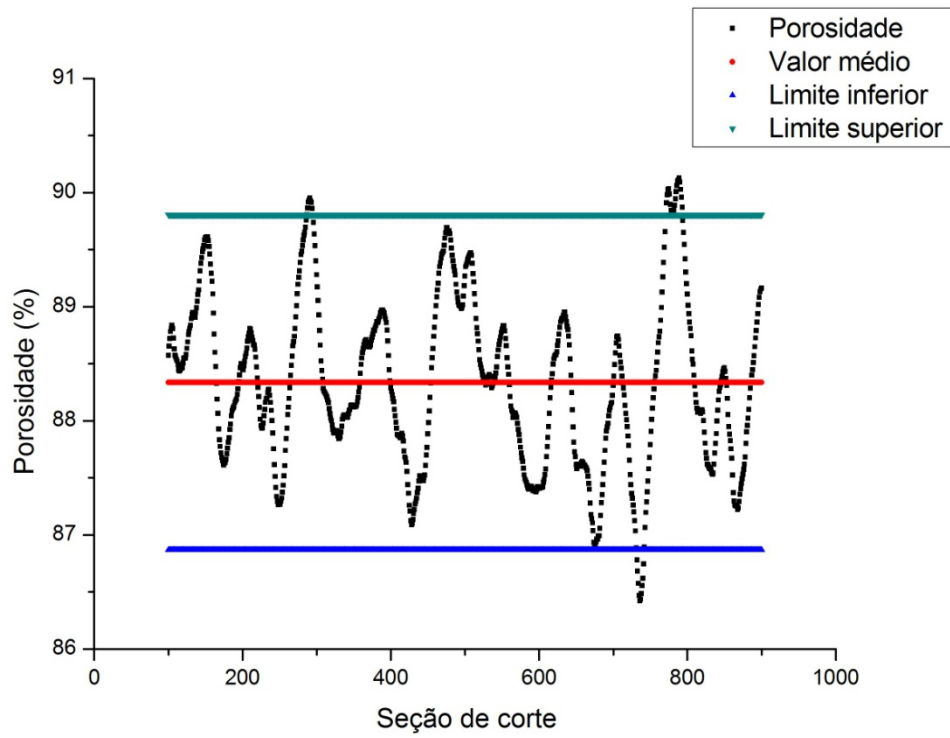
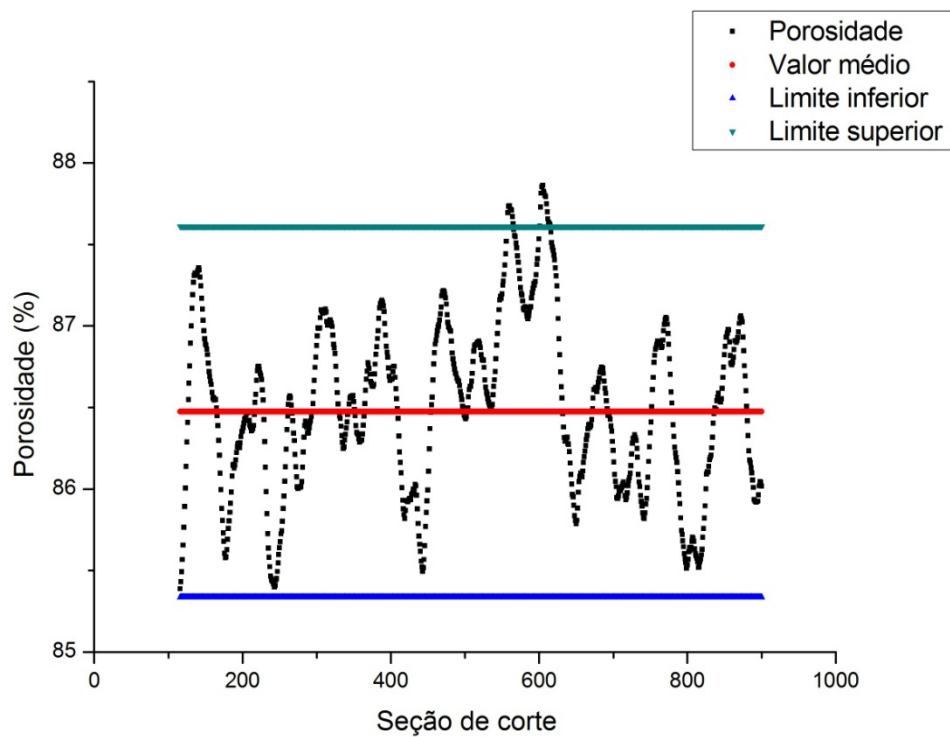
Foram reconstruídas e analisadas 801 seções de corte (100 a 900) para cada uma das amostras. A porosidade de cada seção de corte foi utilizada para montar os perfis de porosidade. Eles são mostrados nas Figuras 96 a 100.

Todos os perfis apresentam picos e vales bem definidos, o que mostra uma grande variação na porosidade ao longo das amostras. Observando as seções de corte das amostras 30 ppi e 45 ppi é fácil perceber que os vales de baixa porosidade se devem a seções de corte em que as paredes das células estão mais “fechadas”, enquanto as regiões de alta porosidade mostram os microporos das paredes das células mais pronunciados. Uma análise cuidadosa permite chegar à mesma conclusão para os picos e vales das demais amostras.

**Figura 96** – Perfil de porosidade para a amostra 30 ppi



**Figura 97** – Perfil de porosidade para a amostra 45 ppi**Figura 98** – Perfil de porosidade para a amostra 60 ppi

**Figura 99** – Perfil de porosidade para a amostra 80 ppi**Figura 100** – Perfil de porosidade para a amostra 100 ppi

A porosidade total foi calculada pela média aritmética das porosidades de todas as seções de corte. Os resultados são mostrados na Tabela e são comparados novamente com os resultados obtidos por Rocha (2005) e com os valores fornecidos pelos fabricantes. As incertezas foram calculadas através do desvio padrão da média e são mostrados com 95 % de confiança.

**Tabela 11** – Comparação de valores de porosidade total

Amostra	Porosidade (%)		
	Presente trabalho	Rocha (2005)	Fabricante
30 ppi	90,7 ± 4,6	88,62 ± 0,17	90,0
45 ppi	82,5 ± 5,7	84,3 ± 1,2	84,6
60 ppi	85,4 ± 2,1	84,3 ± 1,0	86,4
80 ppi	88,3 ± 1,5	82,29 ± 0,88	88,5
100 ppi	86,5 ± 1,1	83,4 ± 1,6	87,8

As porosidades obtidas estão em concordância com os resultados obtidos por Rocha (2005) para as amostras 30 ppi, 45 ppi e 60 ppi. As porosidades das amostras 80 ppi e 100 ppi foram superiores, provavelmente, devido aos microporos das paredes das células.

A comparação com os valores fornecidos pelo fabricante mostra concordância para todas as amostras, com exceção da amostra 100 ppi, cuja porosidade obtida foi pouco menor.

### 5.2.3.3 Distribuição de tamanhos de poros

As Figuras 101 a 105 mostram as distribuições de tamanhos de poros das amostras.

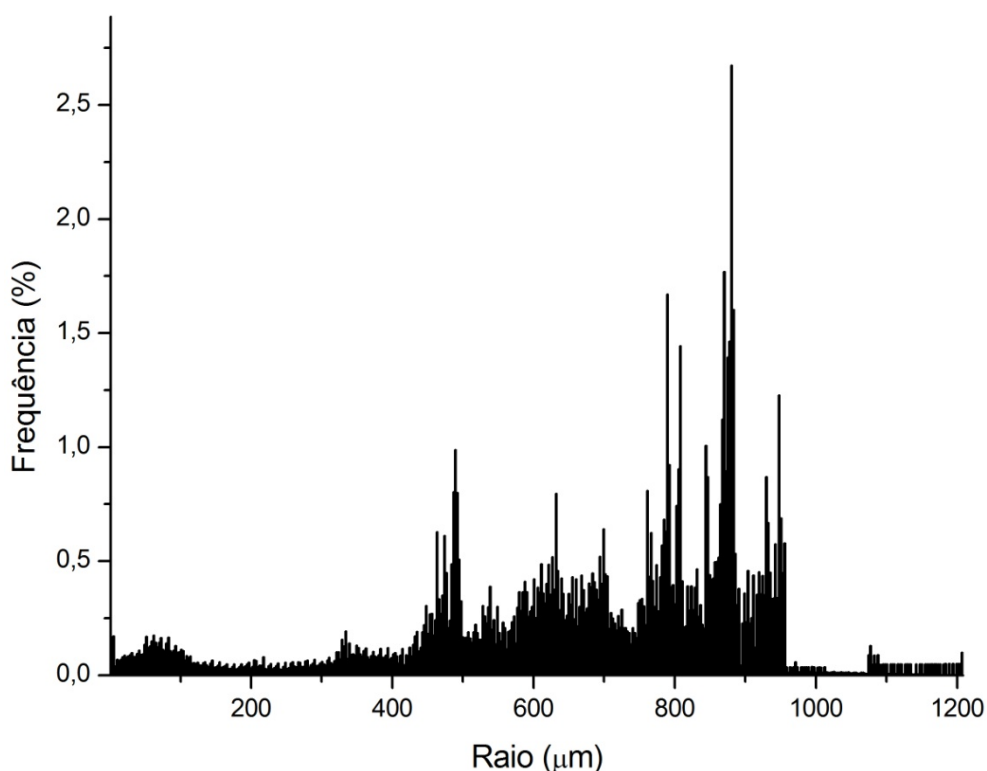
A distribuição da amostra de 30 ppi mostra muitos picos de variados tamanhos de poros. 83,6 % deles estão dentro da extensa faixa que vai de 445,5  $\mu m$  a 963,6  $\mu m$ . O pico mais intenso é o do raio de poro de 880,7  $\mu m$ , com 2,67 % de frequência. O segundo pico mais intenso é o de raio 870,3  $\mu m$ , com 1,77% de

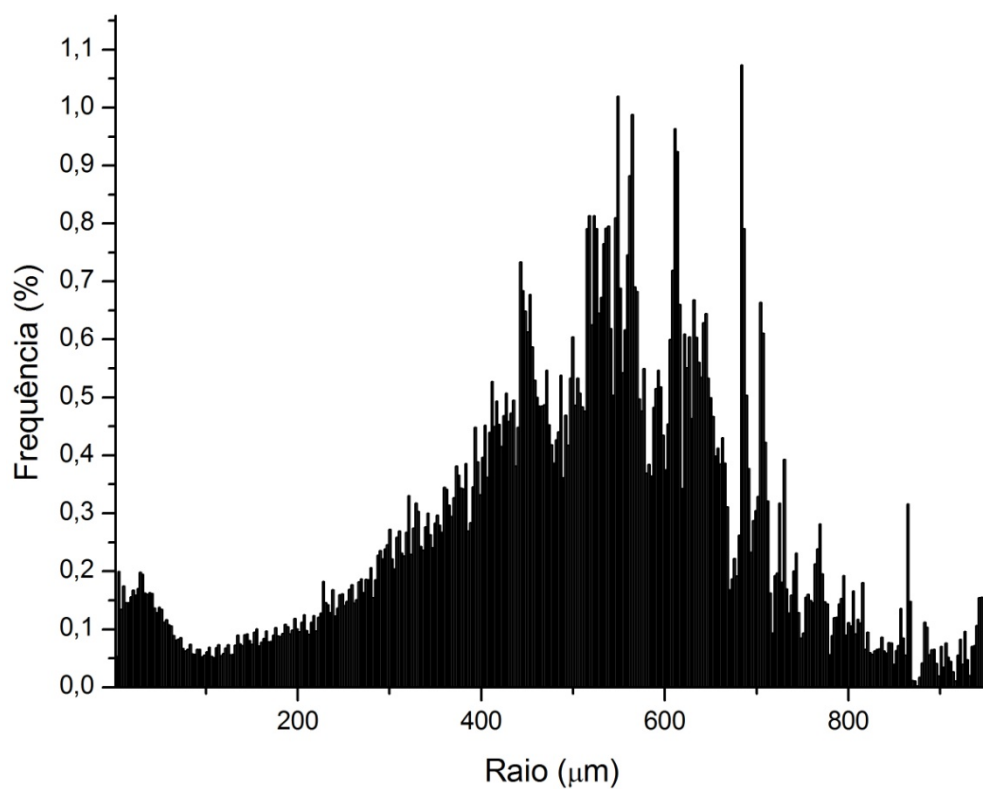
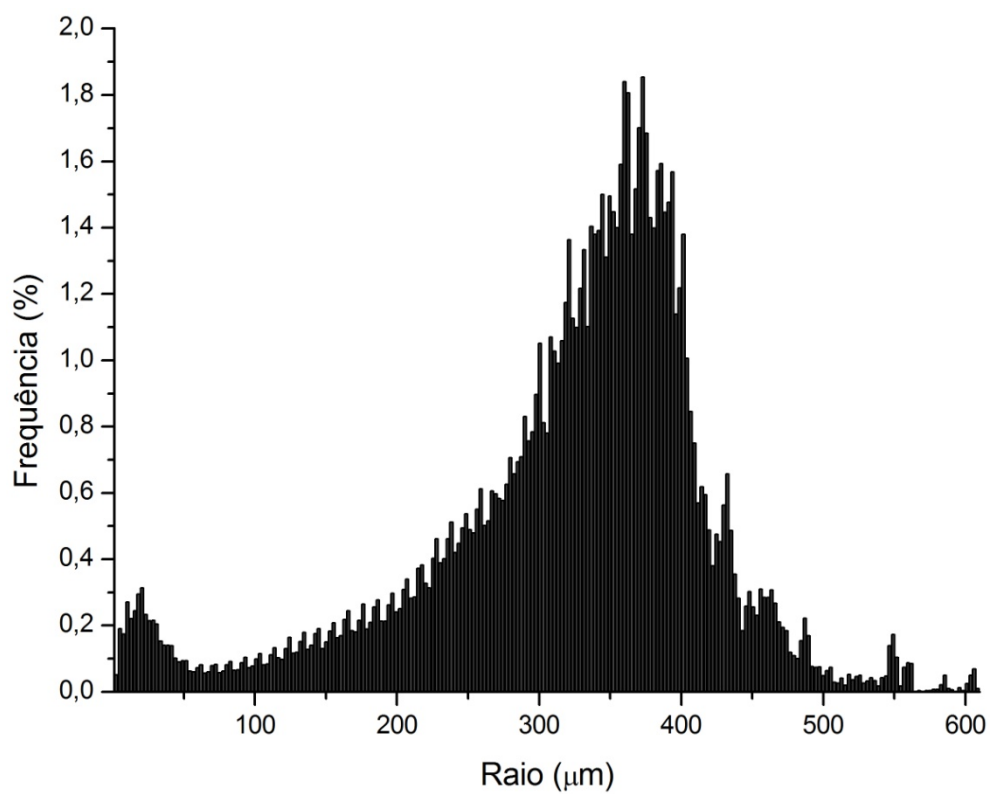
frequência. 4,47 % dos poros têm raios na faixa de 2,59  $\mu\text{m}$  a 108,79  $\mu\text{m}$ . Eles correspondem aos microporos e o raio de poro mais frequente tem 62,17  $\mu\text{m}$ .

A amostra de 45 ppi tem 61,9 % dos poros com raios na faixa de 432,57  $\mu\text{m}$  a 745,99  $\mu\text{m}$ . O pico mais intenso tem raio de poro de 683,83  $\mu\text{m}$  e aparece com 1,07% de frequência. Raios de poros que vão de 2,59  $\mu\text{m}$  a 72,5  $\mu\text{m}$  correspondem a 3,86 % dos poros e representam os microporos no interior das paredes das células. Nessa faixa o raio de poro mais frequente tem 5,18  $\mu\text{m}$ , seguido pelos raios de 28,49  $\mu\text{m}$  e 31,08  $\mu\text{m}$ .

Na amostra de 60 ppi, 64,6 % dos poros têm raios entre 277,16  $\mu\text{m}$  e 414,44  $\mu\text{m}$ . O raio de poro de maior frequência nessa faixa tem 373,00  $\mu\text{m}$ . 4,43 % dos poros estão na faixa de 2,59  $\mu\text{m}$  a 82,9  $\mu\text{m}$ , que corresponde aos microporos das paredes das células. Os raios de microporos mais frequentes são de 20,72  $\mu\text{m}$  e 18,13  $\mu\text{m}$ .

**Figura 101** – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra de 30 ppi

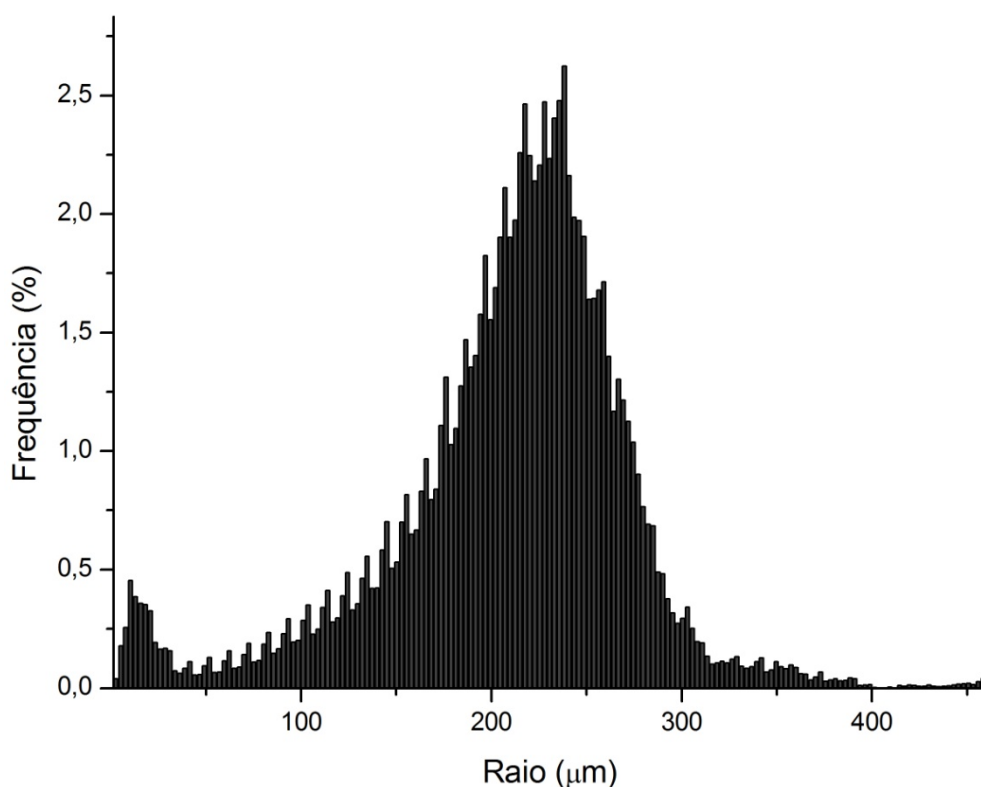


**Figura 102** – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra de 45 ppi**Figura 103** – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra de 60 ppi

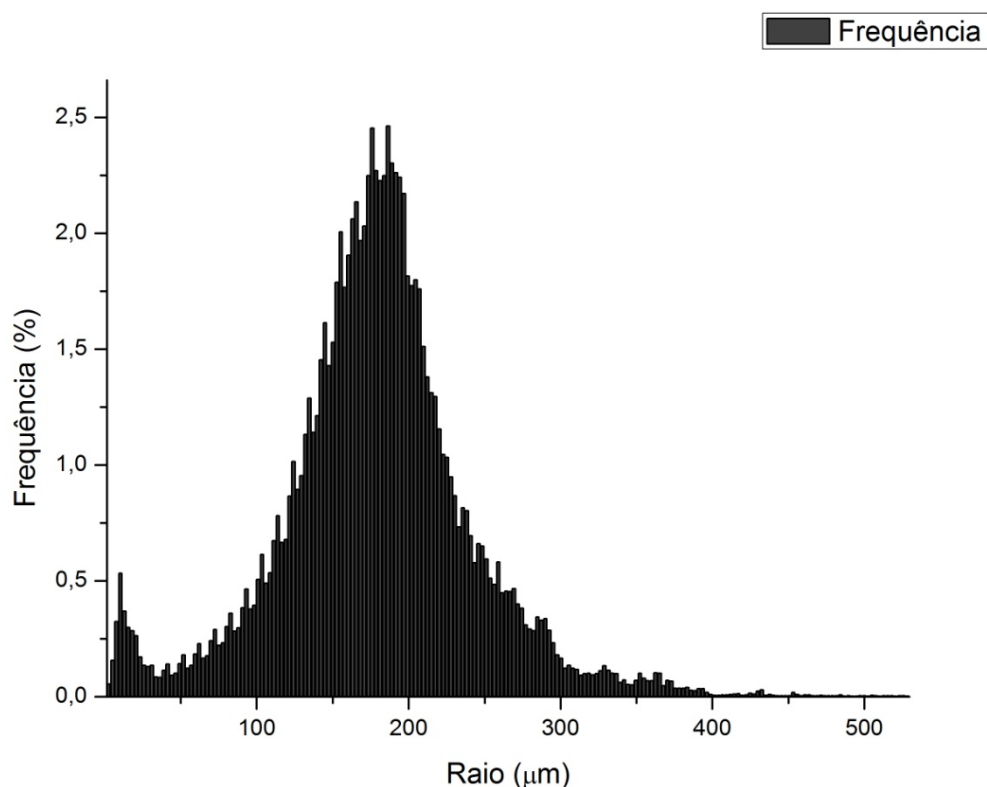
A amostra de 80 ppi tem 63,6 % dos poros na faixa de 170,96  $\mu\text{m}$  a 259,09  $\mu\text{m}$ . O pico mais freqüente corresponde ao raio de 238,30  $\mu\text{m}$ . Os microporos das paredes das células têm 2,99 % dos raios na faixa de 5,18  $\mu\text{m}$  a 31,1  $\mu\text{m}$ , sendo que o pico mais freqüente tem raio de 10,36  $\mu\text{m}$ .

72,9 % dos poros têm raios entre 124,33  $\mu\text{m}$  e 240,89  $\mu\text{m}$  na amostra de 100 ppi. O raio de poro mais frequente (2,46 %) tem 186,49  $\mu\text{m}$ , seguido pelo raio de 173,55  $\mu\text{m}$  (2,45 %). O microporos das paredes das células somam 2,80% dos raios medidos e estão na faixa de 5,18  $\mu\text{m}$  a 31,1  $\mu\text{m}$ . O raio de microporo mais frequente tem 10,36  $\mu\text{m}$ .

**Figura 104** – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra de 80 ppi



**Figura 105** – Distribuição de tamanhos de poros para a amostra de 100 ppi



#### 5.2.3.4 Distribuição de tamanhos da espessura das paredes das células

As Figuras 106 a 110 mostram as distribuições de tamanhos das espessuras das paredes das amostras analisadas.

A amostra de 30 ppi tem 37,0 % das paredes com espessura variando de 77,71  $\mu m$  a 88,07  $\mu m$ . A espessura mais frequente tem 82,98  $\mu m$ .

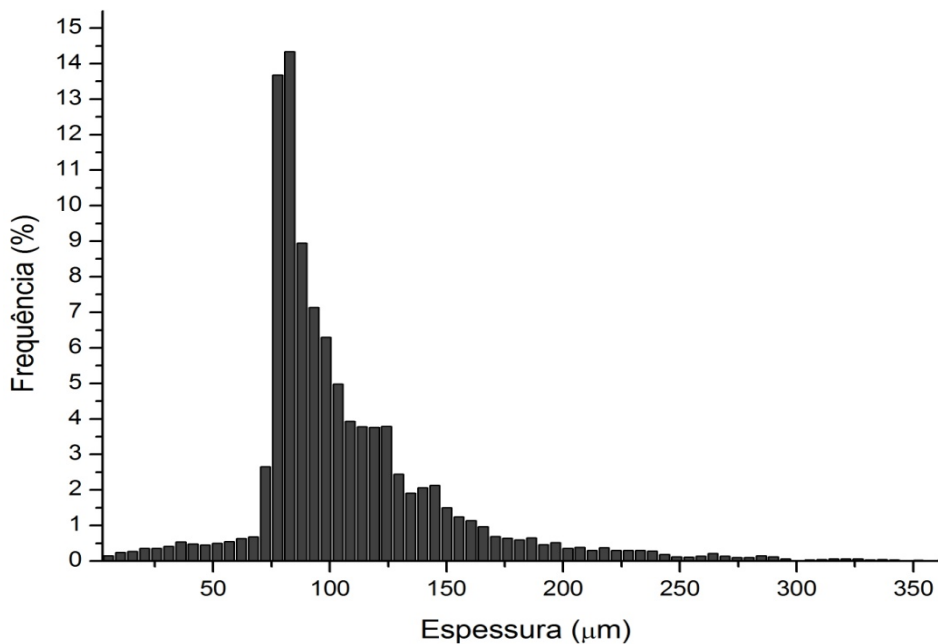
A amostra de 45 ppi tem 38 % das espessuras das paredes na faixa de 82,89  $\mu m$  a 103,61  $\mu m$ . O pico de maior frequência tem espessura tem 88,07  $\mu m$ .

51,7 % das paredes da amostra 60 ppi têm espessuras entre 46,62  $\mu m$  e 67,35  $\mu m$ . A espessura mais observada teve 56,99  $\mu m$ .

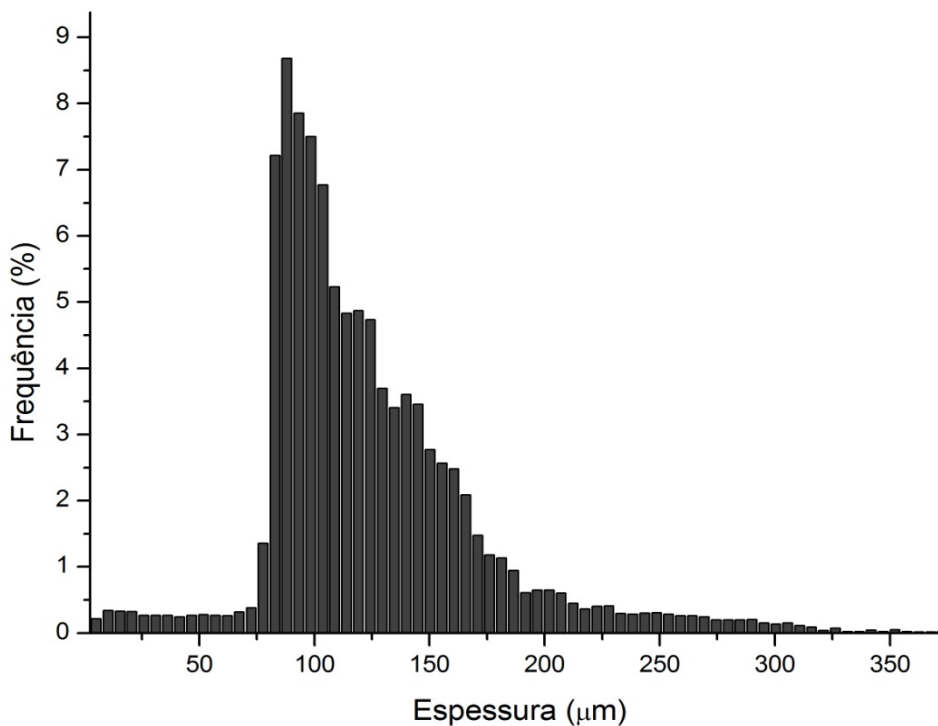
A amostra de 80 ppi tem 72,6 % das paredes com raios dentro da faixa de 20,72  $\mu m$  a 41,44  $\mu m$ . A espessura mais frequente tem raio de 25,90  $\mu m$ .

As paredes das células da amostra 100 ppi têm espessuras variando de 25,90  $\mu\text{m}$  a 51,81  $\mu\text{m}$ . O valor mais frequente é o raio de 41,44  $\mu\text{m}$ .

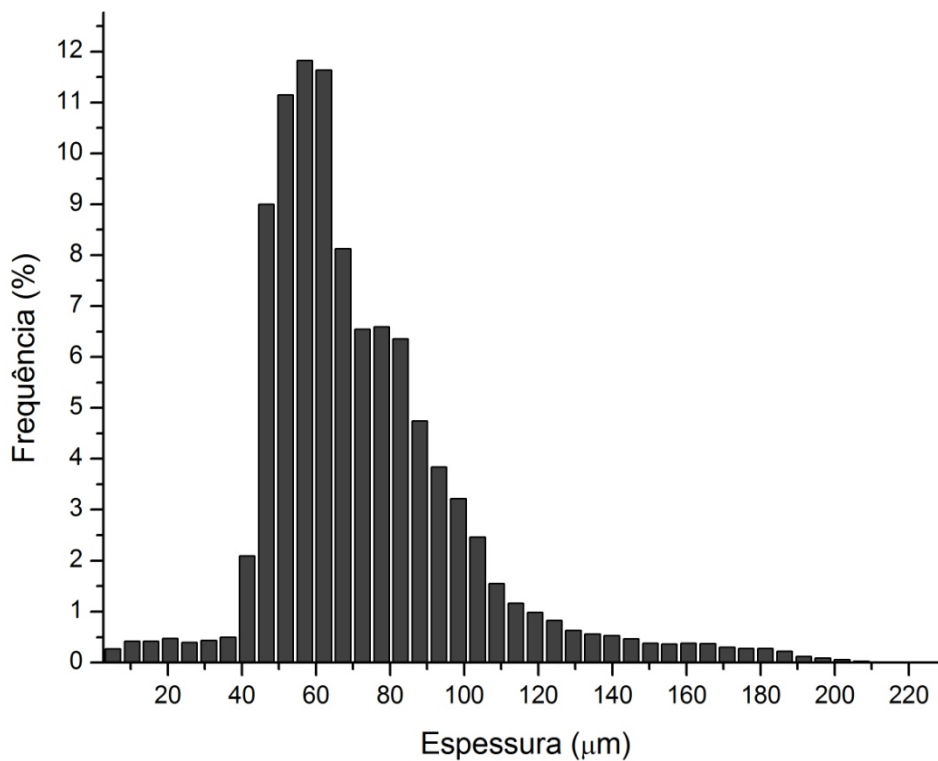
**Figura 106** – Distribuição de tamanhos da espessura das paredes da amostra com 30 ppi



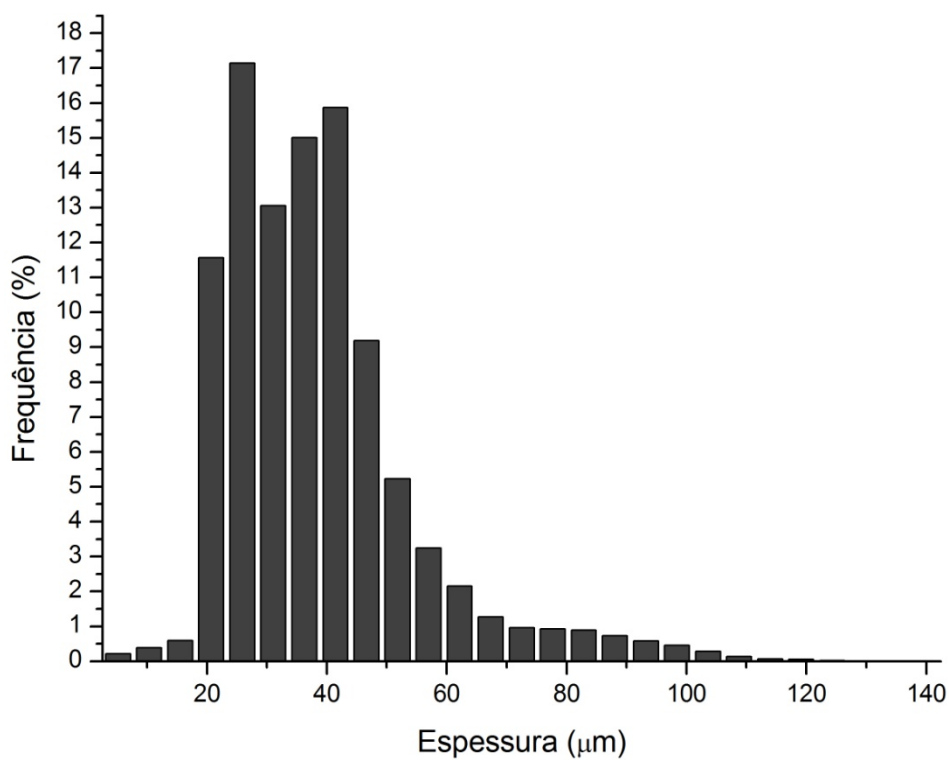
**Figura 107** – Distribuição de tamanhos da espessura das paredes da amostra com 45 ppi



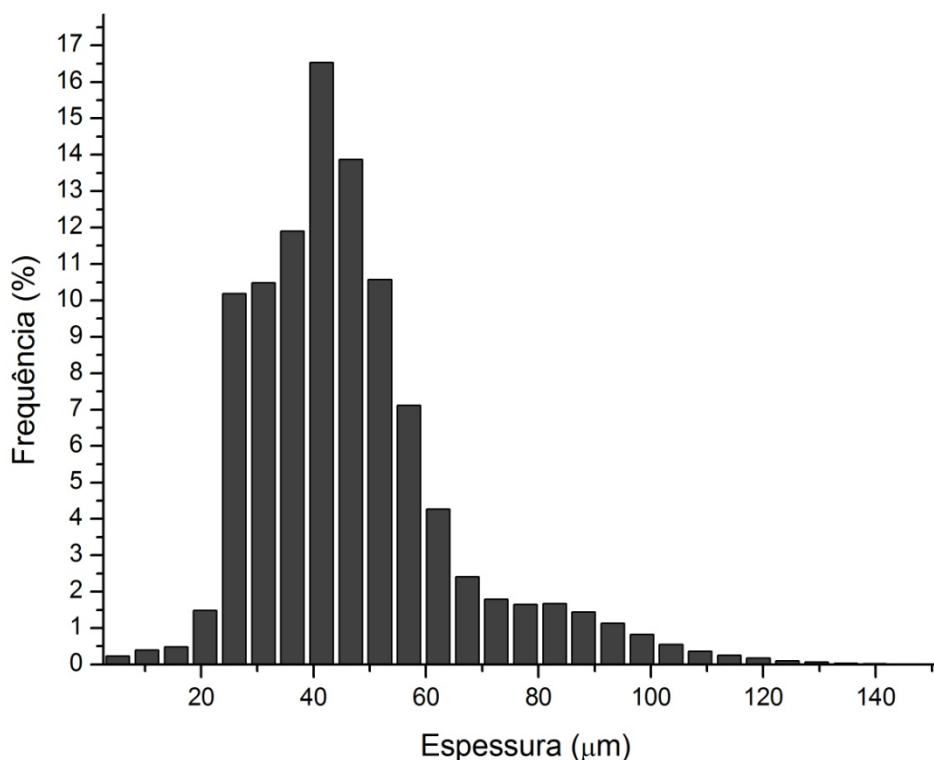
**Figura 108** – Distribuição de tamanhos da espessura das paredes da amostra com 60 ppi



**Figura 109** – Distribuição de tamanhos da espessura das paredes da amostra com 80 ppi



**Figura 110** – Distribuição de tamanhos da espessura das paredes da amostra com 100 ppi



#### 5.2.4 Comparação dos Resultados Obtidos com as Duas Resoluções

##### 5.2.4.1 Porosidade total

A Tabela compara os resultados de porosidade total, para cada amostra, obtidos com diferentes resoluções.

Os valores de porosidade para as resoluções de 32,0  $\mu\text{m}$  e 24,8  $\mu\text{m}$  são equivalentes. Os valores médios da resolução de 32,0  $\mu\text{m}$  são ligeiramente superiores aos obtidos com a resolução de 24,8  $\mu\text{m}$  (com exceção da amostra 30 ppi). Embora sejam estatisticamente iguais, seria natural que os valores médios de porosidade fossem maiores na resolução de 24,8  $\mu\text{m}$ .

As amostras 30 ppi, 45 ppi e 60 ppi apresentam valores equivalentes nas três resoluções. Para as demais amostras os valores de porosidade total foram menores nas resoluções de 32,0  $\mu\text{m}$  e 24,8  $\mu\text{m}$ . Para as amostras de 80 ppi e 100 ppi as diferenças de porosidade são causadas pela microporosidade que só foi

observada na resolução de  $2,5 \mu m$ . Isso significa que através de medidas com duas resoluções diferentes (uma em que os microporos são observados e uma em que eles não são) também é possível quantificar o percentual de microporos. Esse é um dado importante pois a quantidade de microporos influencia diretamente em propriedades mecânicas das espumas (Slutsker, 2008).

**Tabela 12** – Comparação dos valores de porosidade obtidos com diferentes resoluções

Amostra	Porosidade (%)			Fabricante
	Resolução de $32,0 \mu m$ (Rocha, 2005)	Resolução de $24,8 \mu m$	Resolução de $2,5 \mu m$	
30 ppi	$88,62 \pm 0,17$	$89,0 \pm 3,9$	$90,7 \pm 4,6$	90,0
45 ppi	$84,3 \pm 1,2$	$82,2 \pm 2,1$	$82,5 \pm 5,7$	84,6
60 ppi	$84,3 \pm 1,0$	$82,4 \pm 1,6$	$85,4 \pm 2,1$	86,4
80 ppi	$82,29 \pm 0,88$	$79,9 \pm 1,6$	$88,3 \pm 1,5$	88,5
100 ppi	$83,4 \pm 1,6$	$80,4 \pm 1,5$	$86,5 \pm 1,1$	87,8

#### 5.2.4.2 Distribuição de tamanhos de poros

As Figuras 111 a 115 comparam as distribuições de tamanhos de poros obtidas nas duas resoluções utilizadas.

A amostra 30 ppi apresenta um pico em que raios de poros variam de  $500 \mu m$  a  $800 \mu m$  na resolução de  $24,8 \mu m$ . Na resolução de  $2,5 \mu m$  a mesma faixa mostra picos com frequências variadas. Os picos mais frequentes de cada resolução diferem de  $100 \mu m$ , sendo que o maior está na resolução de  $2,5 \mu m$ . Para uma amostra 30 ppi, Rocha (2005) observou tamanhos de poros na faixa de  $550$  a  $880 \mu m$ .

Nos picos referentes aos microporos há uma diferença de  $10 \mu m$  entre os raios mais frequentes, mas desta vez o maior foi observado na resolução de  $24,8 \mu m$ . Esses microporos também foram observados por Rocha (2005).

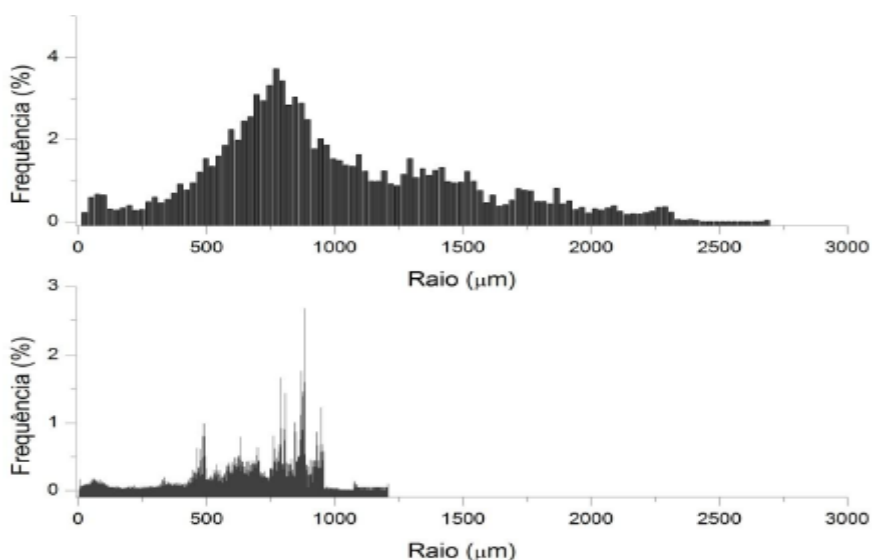
A comparação das duas distribuições mostra ainda que há uma diferença de 1500  $\mu\text{m}$  entre os maiores raios de poros observados em cada resolução. Isso é um indício de que o volume analisado na resolução de 2,5  $\mu\text{m}$  não representa toda a macroestrutura. Isso demonstra a importância das medidas realizadas com a resolução de 24,8  $\mu\text{m}$  para a caracterização de poros maiores.

Na amostra de 45 ppi os picos mais frequentes estão na faixa de 490  $\mu\text{m}$  a 670  $\mu\text{m}$ . Assim como na amostra de 30 ppi, o pico mais intenso visto na resolução de 24,8  $\mu\text{m}$  é separado em diferentes picos na resolução de 2,5  $\mu\text{m}$ . A região onde é observado o raio mais frequente na resolução de 24,8  $\mu\text{m}$  apresenta um vale na resolução de 2,5  $\mu\text{m}$ . Rocha (2005) observou raios de poros que vão de 430  $\mu\text{m}$  a 660  $\mu\text{m}$ .

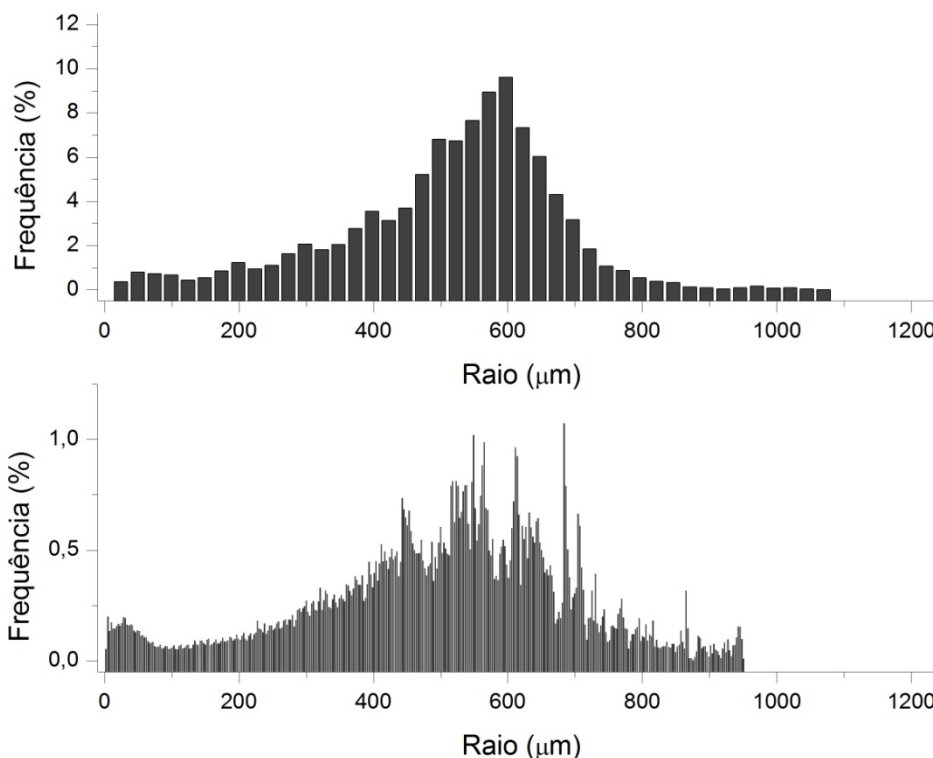
A região de microporos está melhor definida na resolução de 2,5  $\mu\text{m}$ . Nessa resolução foram encontrados poros de 5,18  $\mu\text{m}$ , que não podem ser “vistos” na resolução de 24,8  $\mu\text{m}$ . O Raio de poro mais frequente na resolução de 24,8  $\mu\text{m}$  tem 49,75  $\mu\text{m}$ . Ele foi medido com aproximadamente 30  $\mu\text{m}$  na resolução de 2,5  $\mu\text{m}$ . Rocha (2005) não observou microporos em amostras de 45 ppi.

Para essa amostra a diferença entre os maiores microporos observados em cada resolução foi de apenas 100  $\mu\text{m}$ .

**Figura 111** – Distribuição de tamanhos nas resoluções 24,8  $\mu\text{m}$  (acima) e 2,5  $\mu\text{m}$  para a amostra 30 ppi



**Figura 112** – Distribuição de tamanhos nas resoluções 24,8  $\mu\text{m}$  (acima) e 2,5  $\mu\text{m}$  para a amostra 45 ppi



A amostra de 60 ppi tem raios de poros majoritariamente na faixa de 290  $\mu\text{m}$  a 470  $\mu\text{m}$ . Nas duas resoluções o raio de poro mais frequente foi de 373  $\mu\text{m}$ . Rocha (2005) relatou que amostras de 60 ppi têm raios variando de 260 a 385  $\mu\text{m}$ .

Na resolução de 24,8  $\mu\text{m}$  não foi possível observar nenhum poro no interior das paredes das células. Isso é explicado pelos valores obtidos na resolução de 2,5  $\mu\text{m}$ : os raios dos microporos mais frequentes têm entre 18  $\mu\text{m}$  e 23  $\mu\text{m}$ :

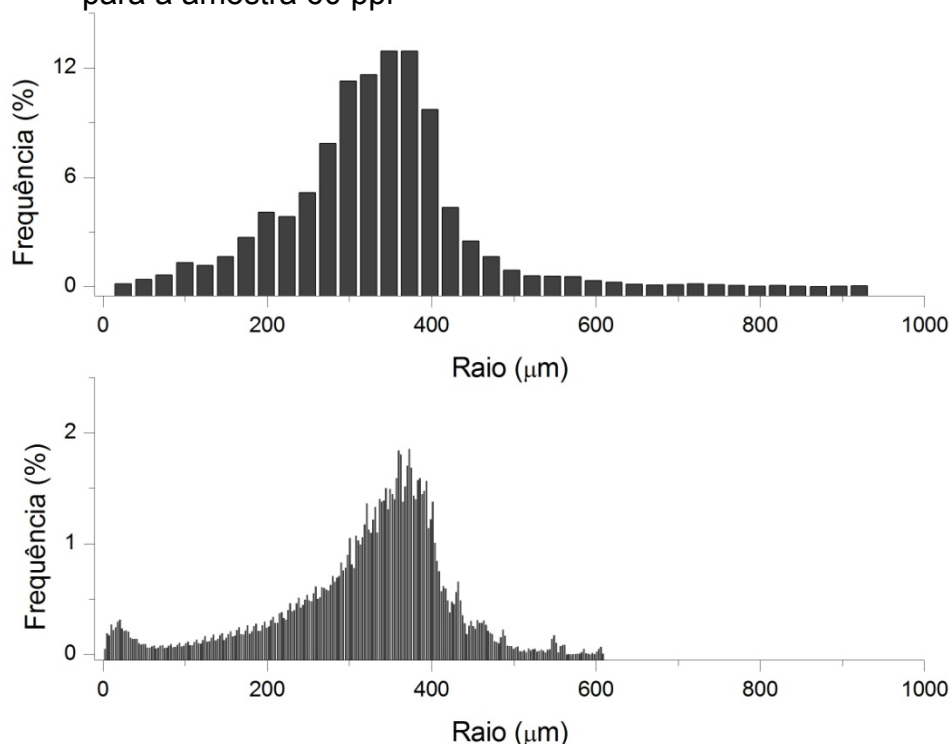
Pode-se observar uma diferença de 250  $\mu\text{m}$  entre os maiores raios de poros observados em cada resolução na amostra de 60 ppi.

Os raios de poros que têm maior frequência na amostra de 80 ppi estão entre 170  $\mu\text{m}$  e 260  $\mu\text{m}$ . Valor obtido na resolução de 24,8  $\mu\text{m}$  é aproximadamente 40  $\mu\text{m}$  menor que o valor obtido na resolução de 2,5  $\mu\text{m}$ . Rocha (2005) obteve raios de poros de 165  $\mu\text{m}$  a 260  $\mu\text{m}$  para amostras de 80 ppi. O raio

de poro mais frequente entre os poros do interior das paredes das células têm  $10,36 \mu m$ , o que explica porque eles não são observados na resolução de  $24,8 \mu m$ .

A diferença entre os maiores raios de poros observados em cada resolução tiveram diferença de  $50 \mu m$ .

**Figura 113** – Distribuição de tamanhos nas resoluções  $24,8 \mu m$  (acima) e  $2,5 \mu m$  para a amostra 60 ppi

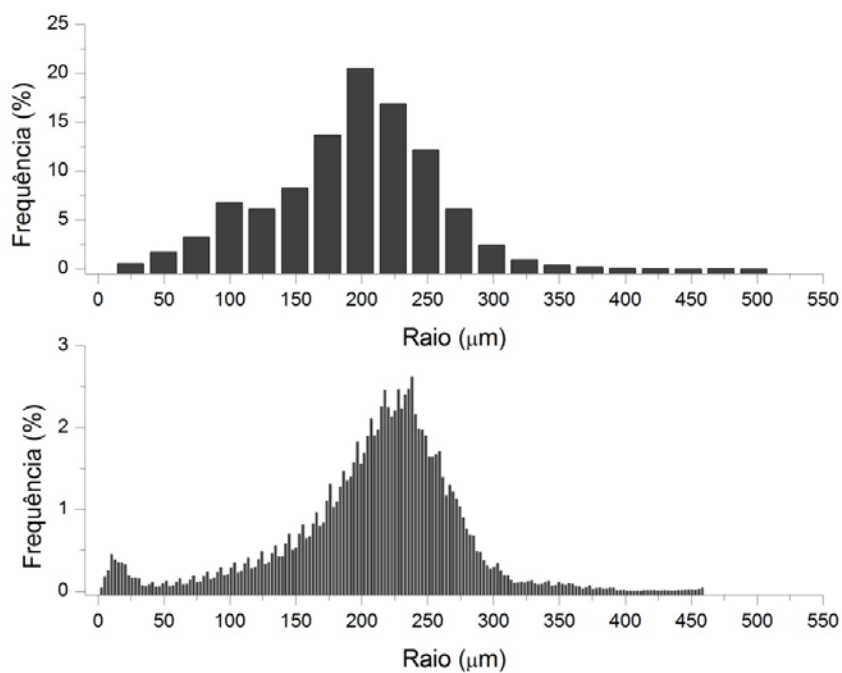


A amostra de 100 ppi tem a grande maioria dos raios de poros variando de  $125 \mu m$  a  $250 \mu m$ . O raio de poro mais observado na resolução de  $24,8 \mu m$  é de  $174,15 \mu m$ . Na resolução de  $2,5 \mu m$  o raio de  $173,55 \mu m$  teve frequência pouco inferior ao raio de  $186,49 \mu m$ . Rocha (2005) observou raios de poros na faixa de  $140 \mu m$  a  $245 \mu m$ .

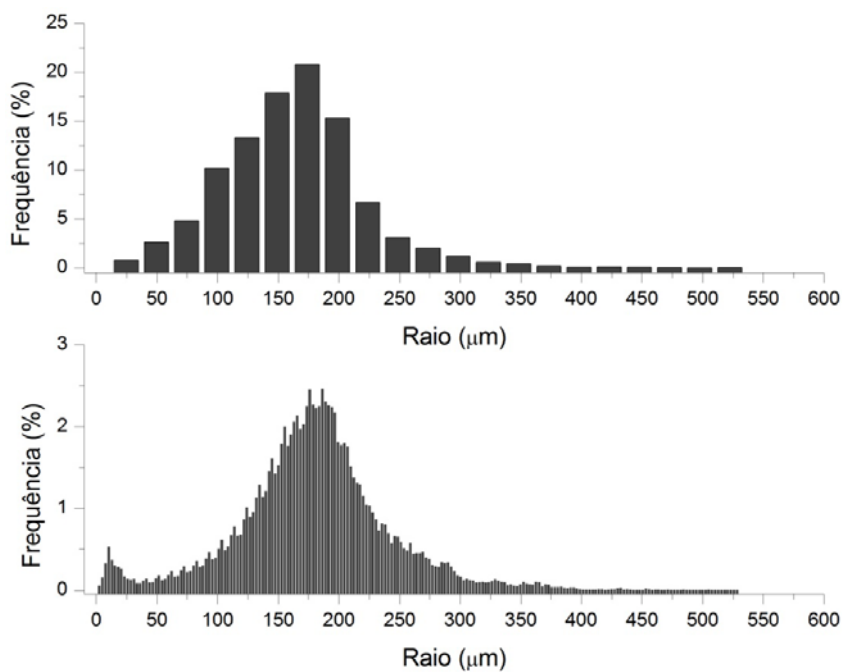
Assim como na amostra 80 ppi o raio mais frequente dos poros no interior das paredes das células, observado apenas na resolução de  $2,5 \mu m$ , foi de  $10,36 \mu m$ .

Praticamente não houve diferença entre os maiores raios de poros observados em cada resolução na amostra de 100 ppi.

**Figura 114** – Distribuição de tamanhos nas resoluções 24,8  $\mu m$  (acima) e 2,5  $\mu m$  para a amostra 80 ppi



**Figura 115** – Distribuição de tamanhos nas resoluções 24,8  $\mu m$  (acima) e 2,5  $\mu m$  para a amostra 100 ppi



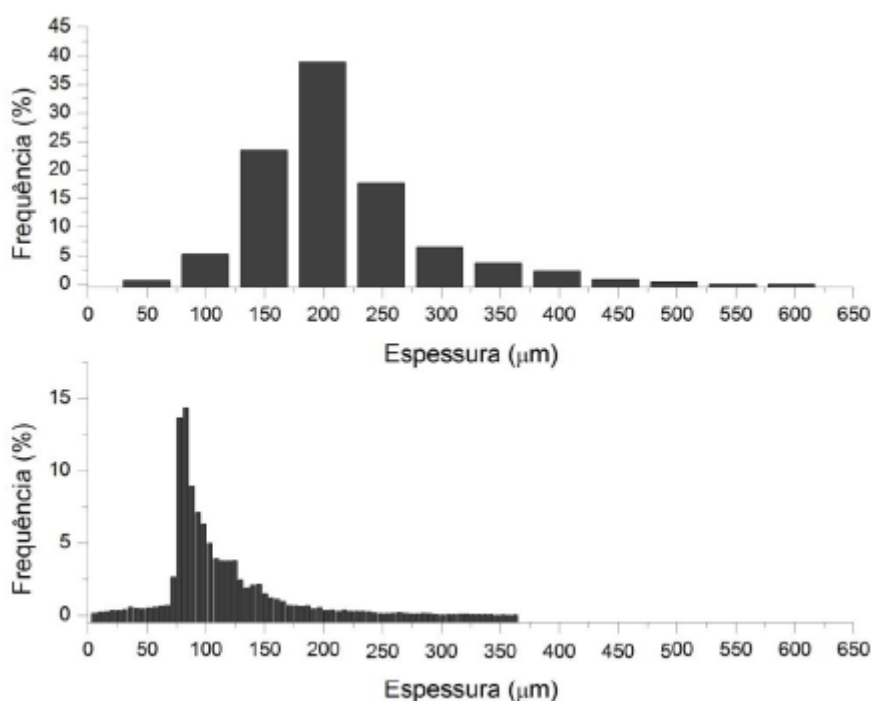
### 5.2.4.3 Distribuição de espessura das paredes

As Figuras 116 a 120 mostram as comparações entre as distribuições de tamanhos de paredes obtidas nas duas resoluções para cada amostra.

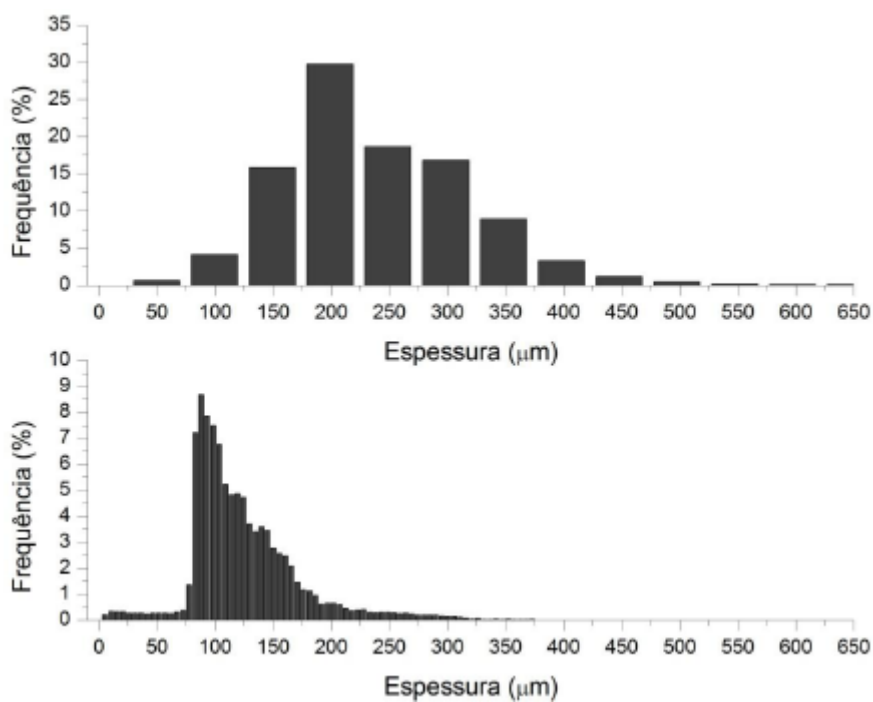
Esperava-se que a amostra 30 ppi tivesse picos de intensidade próximos nas duas resoluções, uma vez que os poros no interior das paredes estão bem definidos nas duas resoluções e as distribuições deveriam representar a “casca” da parede celular. Entretanto, houve uma diferença 116,04  $\mu\text{m}$  entre os picos mais intensos.

A amostra 45 ppi apresenta uma diferença de 110,95  $\mu\text{m}$  entre os picos mais intensos. Isso era esperado para essa amostra uma vez que muitos microporos não foram identificados na resolução de 24,8  $\mu\text{m}$  e, por conseqüência, a espessura de toda a parede foi medida nesses casos. Assim, é possível afirmar que o pico mais intenso na distribuição de espessuras da medida de 24,8  $\mu\text{m}$  se refere à espessura total da parede, enquanto o pico da outra distribuição se refere à espessura da “casca” da parede.

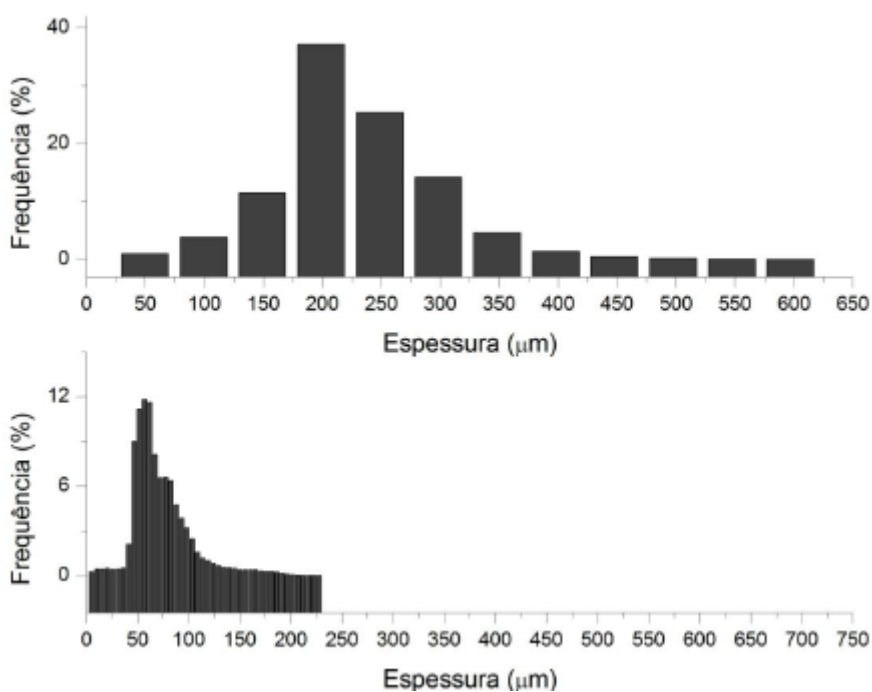
**Figura 116** – Distribuições de espessura das paredes nas resoluções de 24,8  $\mu\text{m}$  (acima) e 2,5  $\mu\text{m}$  (abaixo) para a amostra de 30 ppi



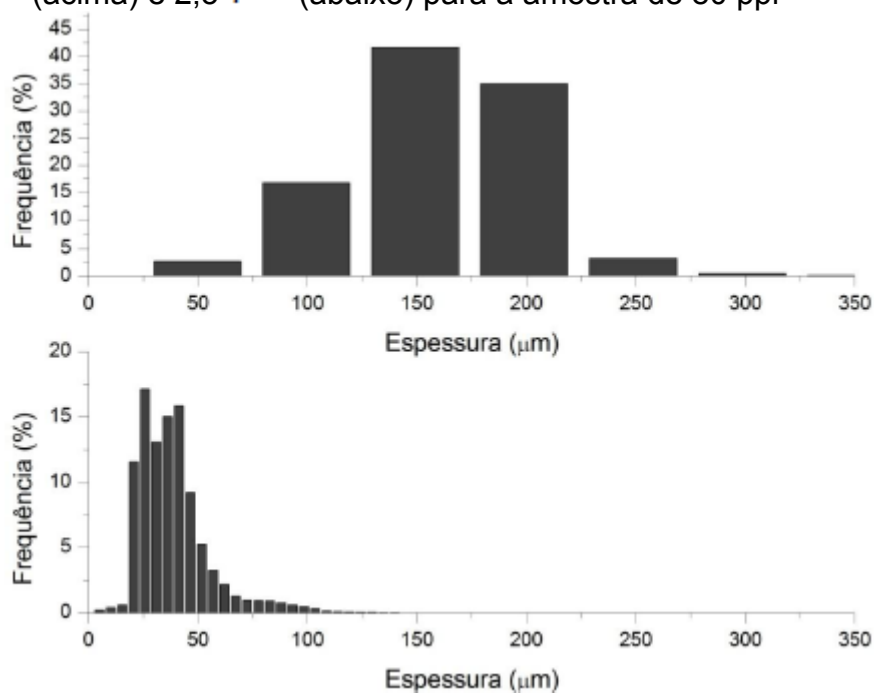
**Figura 117** – Distribuição de espessura das paredes nas resoluções de 24,8  $\mu\text{m}$  (acima) e 2,5  $\mu\text{m}$  (abaixo) para a amostra com 45 ppi



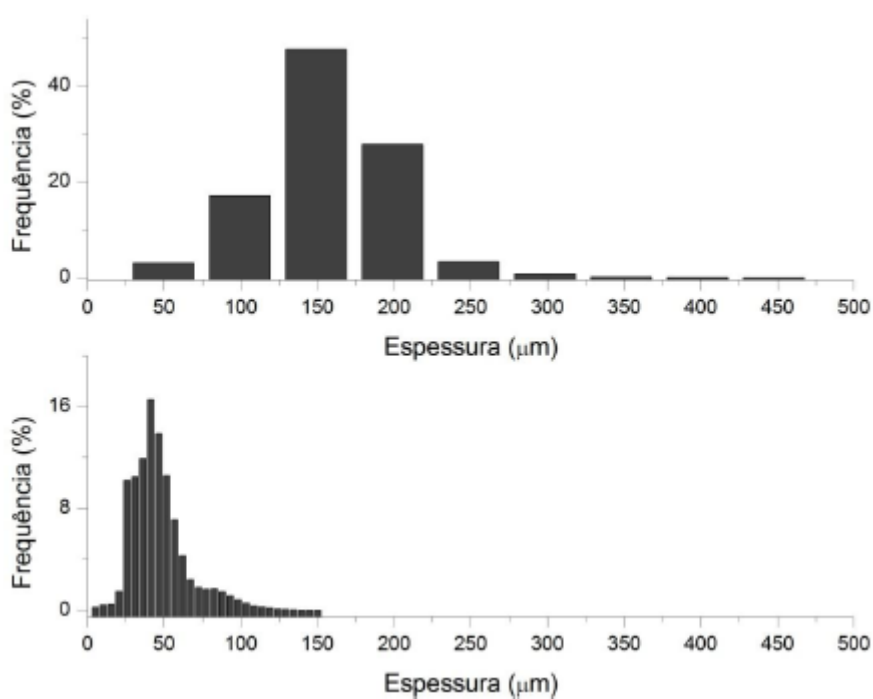
**Figura 118** – Distribuição de espessura das paredes nas resoluções de 24,8  $\mu\text{m}$  (acima) e 2,5  $\mu\text{m}$  (abaixo) para a amostra de 60 ppi



**Figura 119** – Distribuição de espessura das paredes nas resoluções de  $24,8 \mu\text{m}$  (acima) e  $2,5 \mu\text{m}$  (abaixo) para a amostra de 80 ppi



**Figura 120** – Distribuição de espessura das paredes nas resoluções de  $24,8 \mu\text{m}$  (acima) e  $2,5 \mu\text{m}$  (abaixo) para a amostra de 100 ppi



Como os poros no interior das paredes das células não foram observados nas amostras de 60 ppi, 80 ppi e 100 ppi, era natural que as espessuras das paredes fossem diferentes nas duas resoluções. A distribuição da resolução de 24,8  $\mu\text{m}$  mostra a espessura total da parede da célula e a distribuição da resolução de 2,5  $\mu\text{m}$  mostra a espessura da “casca” da parede.

### 5.3 COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS COM A LITERATURA

Embora materiais celulares sejam amplamente estudados, há poucos trabalhos disponíveis na literatura em que a matriz sólida da espuma é totalmente composta por carbeto de silício. Há também problemas devido ao fato de que nem sempre a densidade de poros da espuma é informada. Isso torna difícil fazer comparações dos resultados obtidos.

Entre os trabalhos pesquisados considera-se possível comparar os presentes resultados com apenas quatro trabalhos em que espumas de SiC foram estudadas, como discutido a seguir:

Innocentini et al. (1999) mediu a porosidade aberta de espumas cerâmicas de SiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> através da pictometria de Hélio. Os resultados obtidos para espumas com densidades de poros de 30 ppi, 45 ppi e 60 ppi são comparados com os resultados obtidos no presente trabalho na Tabela .

**Tabela 13** – Comparação de resultados de porosidade (%)

Amostra	Presente Trabalho					Innocentini (1999)
	Transmissão de raios gama			Microtomografia de raios-X		
	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	24,8 $\mu\text{m}$	2,5 $\mu\text{m}$	
30 ppi	----- ---	90,16 ± 0,26	89,01 ± 0,25	89,0 ± 3,9	90,7 ± 4,6	89,0
45 ppi	----- ---	88,64 ± 0,38	88,13 ± 0,14	82,2 ± 2,1	82,5 ± 5,7	88,0
60 ppi	90,01 ± 0,44	91,07 ± 0,38	90,39 ± 0,39	82,4 ± 1,6	85,4 ± 2,1	85,0

A comparação entre os valores mostra boa concordância, com exceção dos resultados para transmissão de raios gama para a amostra de 60 ppi e para as medidas de microtomografia de raios-X com resolução de  $24,8 \mu m$  para as amostras de 45 ppi e 60 ppi.

Appoloni et al. (2004) analisaram espumas cerâmicas de SiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> com densidade de poros de 60 ppi, 75 ppi e 90 ppi. Foram medidas a porosidade total, através da técnica de microtomografia de raios-X e pelo método de transeptos, e o diâmetro de poros, pela técnica de microtomografia de raios-X. As medidas de microtomografia de raios-X tiveram resolução de  $60 \mu m$ . Os resultados para a amostra de 60 ppi são comparados com os do presente trabalho na Tabela e na Tabela .

**Tabela 14** – Comparação de resultados de porosidade (%) para a amostra de 60 ppi.

Presente trabalho					Appoloni (2004)	
Transmissão de raios gama			Microtomografia de raios-X			
C1	C2	C3	$24,8 \mu m$	$2,5 \mu m$	$\mu CT$	Método de transeptos
$90,01 \pm 0,44$	$91,07 \pm 0,38$	$90,39 \pm 0,39$	$82,4 \pm 1,6$	$85,4 \pm 2,1$	$86,7 \pm 2,8$	80,8

**Tabela 15** – Comparação de resultados de raios de tamanhos de poros ( $\mu m$ ) para a amostra de 60 ppi

Presente trabalho		Appoloni (2004)
$24,8 \mu m$	$2,5 \mu m$	
348,29 – 373,17	272,16 – 414,44	380,00 – 450,00

A Tabela mostra que as amostras utilizadas no presente trabalho para as medidas de transmissão de raios gama têm valores de porosidade maiores que a amostra utilizada para microtomografia de raios-X no presente trabalho e que a amostra utilizada por Appoloni (2004). Os resultados de microtomografia de raios-

X obtidos no presente trabalho para a resolução de 2,5  $\mu\text{m}$  mostram boa concordância com os resultados obtidos por Appoloni (2004) para a mesma técnica.

A Tabela mostra que os intervalos em que os raios de poros predominam têm uma faixa em comum para os resultados na resolução de 2,5  $\mu\text{m}$  do presente trabalho e os resultados de Appoloni (2004).

Moreira (2004) mediu a porosidade e o diâmetro de poros de espumas de SiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. A porosidade foi medida através de pictometria de hélio, enquanto os tamanhos de poros foram medidos por uma técnica de análise de imagens. Os resultados para amostras de 45 ppi são comparados com os obtidos no presente trabalho na Tabela .

**Tabela 16** – Comparação de porosidades e tamanhos de poros para as amostras de 45 ppi

	Transmissão de raios gama		Microtomografia de raios-X		Moreira (2004)
	B2	B3	24,8 $\mu\text{m}$	2,5 $\mu\text{m}$	
Porosidade (%)	88,64 ± 0,38	88,13 ± 0,14	82,2 ± 2,1	82,5 ± 5,7	76
Tamanho da célula ( $\mu\text{m}$ )	-----	----- ---	994 - 1343	865 – 1492	360

A comparação dos resultados mostra que as espumas, embora tenham mesma densidade de poros, tem características completamente diferentes. A amostra medida por Moreira (2004) tem menor tamanho de célula e menor porosidade.

Lacroix et al (2007) relatou valores de tamanhos de poros fornecidos pelo fabricante e mediu a porosidade e o tamanhos de paredes celulares para amostras de SiC. A porosidade foi medida através da técnica de intrusão de mercúrio enquanto o tamanho das paredes celulares foi medido com microscopia ótica. Como não foram relatados os valores de densidade de poros, foi feita uma comparação com a amostra de 30 ppi na resolução de 24,8  $\mu\text{m}$ , que apresenta tamanhos de poros próximos ao do referido trabalho. Essa comparação é feita na Tabela .

Os resultados do presente trabalho permitem afirmar que quanto menor for densidade de poros maior será o tamanho da célula. Isso está de acordo com as conclusões de Innocentini (1998). A amostra de 30 ppi é a amostra que apresenta os maiores tamanhos de célula, com o valor mais frequente sendo de 1542, 44  $\mu m$ . Isso indica que a densidade de poros da amostra utilizada por Lacroix (2007) tem densidade de poros menor que 30 ppi.

**Tabela 17** – Comparação de porosidades, tamanhos de poros e espessuras de paredes.

Propriedade	Presente trabalho	Lacroix (2007)	
		Medido	Calculado
Porosidade (%)	89,0 ± 3,9	91,5	-----
Tamanho de poros ( $\mu m$ )	1094,64 – 1709,72	1750-1800	-----
Espessura das paredes ( $\mu m$ )	149 - 248	143	178

Também é possível afirmar que quando o tamanho de célula aumenta, a espessura da parede celular aumenta. Isso é compatível com o relatado por Innocentini (1998) e Lacroix (2007). Entretanto, a comparação dos resultados para essa propriedade não mostra concordância, uma vez que os valores obtidos no presente trabalho se referem à espessura da “casca” das paredes, enquanto no referido trabalho se referem à espessura de toda a parede.

Embora a espessura das paredes seja um parâmetro importante para a caracterização de materiais celulares, o trabalho de Lacroix (2007) foi o único encontrado na literatura para amostras de carbetos de silício.

## 6 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos e as suas concordâncias com outros resultados da literatura confirmam que as técnicas utilizadas são adequadas e confiáveis para a análise de propriedades estruturais de espumas industriais.

Os baixos desvios estatísticos nas medidas de verificação da acurácia da técnica de transmissão de raios gama mostram que o equipamento tem uma boa precisão.

Os resultados obtidos também permitem concluir que as amostras 45 ppi B2, 60 ppi C1, C2 e C3, 80 ppi D1, D2 e D3 e 100 ppi E1, E2 e E3 têm uma direção preferencial para um pequeno, porém constante, aumento de porosidade.

Os valores de porosidade total obtidos pela técnica de transmissão de raios gama mostram boa concordância com resultados encontrados na literatura.

A influência dos limiares de binarização na porosidade total foi avaliada. Os resultados para as imagens das amostras 30 ppi e 60 ppi obtidas na resolução de 24,8  $\mu m$  mostraram que a variação do limiar implica em pequenas variações na porosidade. As imagens obtidas na mesma resolução para as amostras 45 ppi, 80 ppi e 100 ppi mostraram maior dependência da porosidade com o limiar. As imagens obtidas na resolução de 2,5  $\mu m$  mostraram pouca dependência da porosidade com o limiar.

Os perfis de porosidade mostraram que a porosidade varia muito ao longo da amostra, formando picos e vales. Na imagens em que são observados poros dentro da parede celular, os picos de porosidade são causados por imagens em que esses poros estão mais “abertos”, enquanto os vales são causados por imagens em que os microporos estão mais “fechados”. Nas imagens em que não são observados poros no interior das paredes celulares os picos e vales se referem à heterogeneidade da amostra.

A resolução mostrou ter forte influência nos resultados de porosidade total e na distribuição de tamanhos de poros. Nas imagens em que os poros no interior das paredes celulares foram observados a porosidade total teve maiores valores médios. Nas amostras 30 ppi e 45 ppi os picos mais intensos de tamanho de poros observados na resolução de 24,8  $\mu m$ , que estão na mesma faixa de comprimento de outro trabalho da literatura, foram decompostos na resolução de

2,5  $\mu\text{m}$ . Nas amostras de 30 ppi e 60 ppi os maiores raios de poros medidos com resolução de 2,5  $\mu\text{m}$  foram razoavelmente menores do que os maiores raios medidos com resolução de 24,8  $\mu\text{m}$ . Isso mostra que a fração medida dessas amostras nessa resolução não é capaz de caracterizar toda a macroestrutura das mesmas. Embora a diferença tenha sido menor para a amostra 45 ppi, também se pode afirmar que a resolução de 2,5  $\mu\text{m}$  não é a mais adequada para caracterizar a macroestrutura dessa amostra.

Isso permite afirmar que nem sempre a menor resolução é a melhor escolha para a análise de uma amostra. Esse parâmetro deve ser escolhido com cuidado e critério e, alguns casos, pode ser necessário realizar medidas com diferentes resoluções. No caso do material estudado, para as densidades de poros de 30, 45 e 60 ppi, verificou-se que para caracterizar adequadamente toda a micro e macroestrutura é necessário realizar medidas em duas escalas, sendo uma da ordem de unidades de microns e outra da ordem de dezenas de microns.

A possibilidade de poder identificar e quantificar os microporos em medidas microtomográficas é muito importante, uma vez que eles podem influenciar outras propriedades da amostra.

As distribuições de tamanhos das espessuras das paredes das células apresentaram resultados não esperados quando se faz a comparação de resoluções para a amostra 30 ppi. Entretanto, os resultados foram coerentes para as outras amostras. Só foi encontrado um trabalho na literatura em que esse parâmetro foi medido para espumas de SiC.

Pretende-se, na sequência deste trabalho, investigar a influência do limiar de binarização para os resultados da distribuição de tamanhos de poros, determinar a permeabilidade e realizar a caracterização tridimensional das amostras.

## REFERÊNCIA

- 100 kV Microfocus X-Ray Source L7901-01 - Instruction Manual. Shizuoka: Hamamatsu Photonics. 2004.
- APPOLONI, C. R., & POTTKER, W. E. Non-destructive porosity profile measurement of amorphous materials by gamma ray transmission. *Applied Radiation and Isotopes* , 61, 1133-1138. 2004.
- APPOLONI, C. R., FERNANDES, C. P., INNOCENTINI, M. D., & MACEDO, A. Ceramic Foams Porous Microstructure Characterization By X-ray Microtomography. *Materials Research* ,7, 557-564. 2004.
- BERGER, M. J., HUBBEL, J. H., SELTZER, S. M., CHANG, J., COURSEY, J. S., SUKUMAR, R., et al. XCOM: Photon Cross Sections Database. 1998. Disponível em <<http://physics.nist.gov/PhysRefData/Xcom/Text/XCOM.html>. Acessado em 08> de dezembro de 2009.
- BODWADKAR, S. V., & REIS, J. R. Porosity Measurements of Core Samples using Gamma-ray Attenuation. *Nuclear Geophysics* , 8 (1), 61-78. 1994.
- BURCHAM, W. E. Física Nuclear. Barcelona: Reverté. 1974.
- CONNER, A. L., ATWATER, H. F., PLASSMANN, E. H., & MCCRARY, J. H. Gamma-Ray Attenuation-Coefficient Measurements. *Physical Review A* , 1 (3), 539-544. 1970.
- COOPER, D. M., MATYAS, J. R., KATZENBERG, M. A., & HALLGRIMSSON, B. Comparison of Microcomputed Tomographic and Microradiographic Measurements of Cortical Bone Porosity. *Calcified Tissue International* , 74, 437-447. 2004.
- DAVISSON, C. M. Interaction of gama-radiation with matter. In: K. Siegbahn, Alpha-, Beta-, and Gamma Ray Spectroscopy (5 ed., Vol. 1). New York: American Elsevier. 1979.
- Digital CCD Camera C4742-55-12HRF - Instruction Manual. Shizuoka: Hamamatsu . 2004.
- EL-KATEB, A. H., RIZK, R. A., & ABDUL-KADER, A. M. Determination of atomic cross-sections and effective atomic numbers for some alloys. *Annalso of Nuclear Energy* , 27 (14), 1333-1343. 2000.
- FELDKAMP, L. A., DAVES, L. C., & KRESS, J. W. Practical cone-beam algorithm. *Journal of the Optical Society of America A* , 1 (6), 612-619. 1984.
- FERRAZ, E. S. Determinação simultânea de densidade e umidade de solos por atenuação de raios gama do <sup>137</sup>Cs e <sup>241</sup>AM. Tese de livre docência . Piracicaba: ESALQ-USP. 1974.

FIRESTONE, R. B. Table of Isotopes (8<sup>a</sup> ed., Vol. 2). New York: John Wiley. 1999.

GERWARD, L., GUILBERT, N., BJORN JENSEN, K., & LEVRING, H. X-ray absorption in matter. Reengineering XCOM. Radiation Physics and Chemistry , 60, 23-24. 2001.

GERWARD, L., GUILBERT, N., JENSEN, K. B., & LEVRING, H. WinXCom—a program for calculating X-ray attenuation coefficients. Radiation Physics and Chemistry , 71, 653-654. 2004.

GIBSON, L. G., & ASHBY, M. F. Cellular Solids - Structure and Properties. 2 ed. Cambridge: Cambridge University Press. 1997.

GOODALL, R., MARMOTTANT, A., SALVO, L., & MORTENSEN, A. Spherical pore replicated microcellular aluminium: Processing and influence on properties. Materials Science and Engineering A , 465, 124-135. 2007.

HENKE, B. L., LEE, P., TANAKA, T. J., SHIMABUKURO, R. L., & FUJIKAWA, B. K. Low Energy X-ray Interaction Coefficients: Photoabsorption, Scattering and Reflection. Atomic Data and Nuclear Data Tables , 27, 1-144. 1982.

HUBBELL, J. H. Photon Mass Attenuation and Energy Absorption Coefficients from 1 keV to 20 MeV. International Journal of Applied Radiation and Isotopes , 33, 1269-1290. 1982.

HUBBELL, J. H., & OVERBO, I. Relativistic Atomic Form Factors and Photon Coherent Scattering Cross Sections. Journal of Physical Chemistry Reference Data , 8, 615-616. 1979.

HUBBELL, J. H., VEIGELE, W. J., BRIGGS, E. A., BROWN, R. T., CROMER, D. T., & HOWERTON, R. J. Atomic Form Factors, Incoherent Scattering Functions, and Photon Scattering Cross Sections. Journal of Physical Chemistry Reference Data , 4, 471-538. 1975.

Imago - Manual Científico. ESSS – Engineering Simulation and Scientific Software Ltda. 2002.

INNOCENTINI, M. D., SALVINI, V. R., COURY, J. R., & PANDOLFELLI, V. C. The Permeability of Ceramic Foams. Bulletin of the American Ceramic Society , 78 (9), 78-84. 1998

INNOCENTINI, M. D., SALVINI, V. R., MACEDO, A., & PANDOLFELLI, V. C. Prediction of Ceramic Foams Permeability Using Ergun's Equation. Materials Research , 2 (4), 283-289. 1999.

KAEWKHAO, J., LAOPAIBOON, J., & CHEWPRADITKUL, W. Determination of effective atomic numbers and effective electron densities for Cu/Zn alloy. Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer , 109 (7), 1260-1265. 2008.

- KAK, A. C., & SLANEY, M. Principles of Computerized Tomographic Imaging. 1999. Acesso em 20 de Janeiro de 2009, disponível em <<http://www.slaney.org/pct/pct-toc.html>>
- KAPLAN, I. Nuclear Physics. 2ª ed. Reading: Addison-Wesley. 1972.
- LACROIX, M., NGUYEN, P., SCHWEICH, D., HUU, C. P., SAVIN-PONCET, S., & EDOUARD, D. Pressure drop measurements and modeling on SiC foams. Chemical Engineering Science , 62 (12), 3259-3267. 2007.
- LEO, W. R. Techniques for nuclear and particles experiments. 2ª ed. Nova York: Springer Verlag. 1994.
- LEROUX, J., & THINH, T. P. Revised Tables of X-ray Mass Attenuation Coefficients. Quebec: Corporation Scientifique Classique. 1977.
- MAIRE, E., FAZEKAS, A., SALVO, L., DENDIEVEL, R., YOUSSEF, S., CLOETENS, P., et al. X-ray tomography applied to the characterization of cellular materials. Related finite element modeling problems. Composites Science and Technology , 63, 2431–2443. 2003.
- MARQUES, L. C. Estudo da porosidade de arenitos sintéticos por técnicas nucleares não destrutivas. Dissertação de mestrado , 125 p. Londrina: Universidade Estadual de Londrina. 2008.
- MORALES-RODRÍGUEZ, A., REYNAUD, P., FANTOZZI, G., ADRIEN, J., & MAIRE, E. Porosity analysis of long-fiber-reinforced ceramic matrix composites using X-ray tomography. Scripta Materialia , 60, 388-390. 2009.
- MOREIRA, A. C. Caracterização da microestrutura de materiais porosos por microtomografia de raios-X e transmissão de raios gama. Dissertação de mestrado , 120 p. Londrina. 2006.
- MOREIRA, A. C., FERNANDES, J. S., MARQUES, L. C., APPOLONI, C. R., FERNANDES, C. P., & NAGATA, R. Effects of Manual Threshold Setting on Image Analysis Results of a Sandstone Sample Structural Characterization by X-ray Microtomography. In: INAC 2009 DVD. Rio de Janeiro. 2009.
- MOREIRA, E. A., & COURRY, J. R. The Influence of Structural Parameters on the Permeability of Ceramic Foams. Brazilian Journal of Chemical Engineering , 21 (1), 23 - 33. 2004.
- OGURI, V., SANTORO, A., MAHON, J. R., OLIVEIRA, J. U., MUNDIN FILHO, L. M., & SILVA, W. L. Estimativas e Erros em Experimentos de Física. Rio de Janeiro: EdUERJ. 2005.
- OLIVEIRA, J. C., APPOLONI, C. R., COIMBRA, M. M., REICHARDT, K., BACCHI, O. O., FERRAZ, E., et al. Soil structure evaluated by gamma-ray attenuation. Soil & Tillage Research , 48, 127-133. 1998.

OLURIN, O. B., ARNOLD, M., KÖRNER, C., & SINGER, R. F. The investigation of morphometric parameters of aluminium foams using micro-computed tomography. *Materials Science and Engineering A* , 328, 334-343. 2002.

PESSOA, E. F. *Introdução à Física Nuclear*. São Paulo: EdUSP. 1978.

PHOGAT, V. K., & ALYMORE, L. Evaluation of Soil structure by using computerassisted tomography. *Soil physics and hydrology* (27), 313-323. 1989.

ROCHA, W. R. Determinação de parâmetros geométricos estruturais de espumas cerâmicas industriais por transmissão de raios gama e microtomografia de raios-X. *Dissertação de mestrado* , 109 p. Londrina. 2005.

RODRIGUES, L. E. Caracterização microestrutural de espumas industriais por transmissão de raios gama e microtomografia de raios X. *Dissertação de mestrado* . Londrina: Universidade Estadual de Londrina. 2004.

SLUTSKER, A. I., SINANI, A. B., BETEKHTIN, V. I., KOZHUSHKO, A. A., KADOMTSEV, A. G., & ORDANYAN, S. S. Influence of Microporosity on the Strength Properties of SiC Ceramic Materials. *Physics of the Solid State* , 50 (8), 1450–1457. 2008.

TRATER, A. M., ALAVI, S., & RIZVI, S. S. Use of non-invasive X-ray microtomography for characterizing microstructure of extruded biopolymer foams. *Food Research International* , 38, 709-719. 2005.

VEIGELE, W. J. Photon Cross Sections from 0.1 keV to 1 MeV for Elements Z=1 to Z=94. *Atomic Data* , 5, 52-111. 1973.

12:09 2/3/2012