



UNIVERSIDADE
ESTADUAL DE LONDRINA

ANDERSON CAMARGO MOREIRA

**CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE
MATERIAIS POROSOS POR MICROTOMOGRÁFIA DE
RAIOS X E TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA**

Londrina
2006

ANDERSON CAMARGO MOREIRA

**CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE
MATERIAIS POROSOS POR MICROTOMOGRAFIA DE
RAIOS X E TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA**

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

Orientador: Prof. Dr. Carlos Roberto Appoloni.

Londrina
2006

ANDERSON CAMARGO MOREIRA

**CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE
MATERIAIS POROSOS POR MICROTOMOGRAFIA DE
RAIOS X E TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA**

COMISSÃO EXAMINADORA

Prof. Dr. Carlos Roberto Appoloni
Universidade Estadual de Londrina

Prof. Dr. Otávio Portezan Filho
Universidade Estadual de Londrina

Prof. Dr. Celso Peres Fernandes
Universidade Federal de Santa Catarina

Londrina, ____ de _____ de 2006.

Dedico às minhas avós Alice e
Albina (*in memoriam*).

AGRADECIMENTOS

À Deus e à minha família por ter dado todo o amor, carinho, suporte emocional e financeiro quando foi preciso. Meu pai Genésio, minha mãe Maria Ignês, meus irmãos Rafael e Karina, minha tia Neuza e a todos os meus familiares, muito obrigado.

Ao Prof. Dr. Carlos Roberto Appoloni pela orientação no mestrado e amizade em todos estes anos de laboratório.

Aos professores Otávio Portezan Filho, Celso Peres Fernandes, Avacir Casanova, Marcos de Castro Falleiros e Paulo Sérgio Parreira pela participação em minhas bancas de defesa e/ou qualificação.

Ao Prof. Ricardo Tadeu Lopes pela participação na minha banca de defesa e pela realização das medidas microtomográficas no LIN-UFRJ que foram de suma importância para realização deste trabalho.

Aos amigos de projeto Wilson Roberto Dejato da Rocha e Jaquiel Salvi Fernandes, e a todos os amigos do Grupo de Física Nuclear Aplicada, que nunca negam ajuda uns aos outros.

À amiga Marize Varella de Oliveira pela interação com o nosso grupo e por fornecer gentilmente uma importante amostra para a realização deste e de outros trabalhos.

Ao companheiro Venâncio Ferreira de Oliveira pela produção de materiais que facilitaram a realização de minhas medidas.

À Natasha Midori Suguihiro que sempre me apoiou nas dificuldades encontradas no decorrer do curso.

Ao amigo João Batista da Costa e toda sua família por todo o apoio.

Aos amigos José Luiz Félix e Ricardo Mendes de Oliveira pelo companheirismo e por me agüentarem por tanto tempo.

Às instituições UFRJ/LIN, UFSC/LMPT, PETROBRÁS, Instituto Nacional de Tecnologia do Rio de Janeiro, CAPES por conceder a minha bolsa de estudo, UEL e Depto de Física por fornecer a infra-estrutura necessária para desenvolvimento de minha pesquisa.

MOREIRA, Anderson Camargo. **Caracterização da Microestrutura de Materiais Porosos por Microtomografia de Raios X e Transmissão de Raios Gama.** 2006. Dissertação (Mestrado em Física) – Universidade Estadual de Londrina.

RESUMO

Neste trabalho é apresentada a aplicabilidade das técnicas de Microtomografia de Raios X e Transmissão de Raios Gama na caracterização microestrutural de variados tipos de materiais. Foram determinadas propriedades como porosidade total média, distribuição de tamanho de poros e coeficiente de auto correlação que permite a reconstrução de modelos 3D, realizados para dois tipos de amostras. Foram analisadas sete pastilhas cerâmicas de Alumina (Al_2O_3), sete pastilhas de Carbetto de Boro (B_4C), três amostras de rocha arenito basáltico e uma amostra de Titânio poroso. Na técnica de Transmissão de Raios Gama foram empregados um detector de NaI(Tl) com cristal de 2" x 2", fonte de ^{241}Am com 59,53keV e 100mCi, mesa micrométrica automatizada de movimentação de amostra e eletrônica nuclear padrão de espectrometria gama. Foram também adotados dois sistemas microtomográficos, o sistema Fein Focus constituído por um tubo de raios X que opera com tensão máxima de 160kV e corrente de 0,3 a 1,1mA, câmera CCD e sistema de movimentação de amostra, e o sistema Skyscan modelo 1072 que trabalha com um tubo de raios X de tensão e corrente máximas de 100kV e 100 μ A e câmera CCD. As pastilhas cerâmicas, analisadas pela técnica de Transmissão de Raios Gama, apresentaram a maioria dos dados de porosidades com intervalos de confiança menores e dentro dos intervalos de confiança fornecidos pelo fabricante. A amostra de Titânio poroso foi analisada pelas duas técnicas, suas imagens microtomográficas foram obtidas com o sistema Fein Focus com resolução espacial de 17 μ m. Esta apresentou, para ambas técnicas, alta porosidade que lhe permite ser aplicável para sua finalidade. As amostras de rocha foram analisadas com o sistema Skyscan, que alcançou resoluções de imagens de 19 μ m, 11 μ m e 3,8 μ m para cada amostra. As resoluções de 11 μ m e 3,8 μ m foram as que geraram melhores seções 2D de suas respectivas amostras e, conseqüentemente, dados de porosidades mais confiáveis. A resolução de 3,8 μ m foi a que melhor quantificou os dados de distribuição de tamanho de poro, mostrando informação ocultada pela resolução de 11 μ m, mostrando que poros com raios de 15 a 45 μ m são predominantes constituindo 57% da fase porosa da amostra, e apenas 1% dela é constituída por poros com raio de até 3,8 μ m. Tais resultados mostram que resolução de imagem melhor que 3,8 μ m apenas se faz necessária para casos mais específicos.

Palavras-chave: Microtomografia de raios X. Transmissão de raios gama e porosidade.

MOREIRA, Anderson Camargo. **Microstructural Characterization of Porous Materials by X-Ray Microtomography and Gamma Ray Transmission Techniques.** 2006. Dissertation (MSc. in Physics) – State University of Londrina.

ABSTRACT

This work presents the application of the X-Ray Microtomography and Gamma Ray Transmission techniques for the microstructure characterization of different kinds of materials. Total porosity, pore size distribution and the two point correlation functions were measured. The two point correlation function, which allows the reconstruction of 3D models, was carried out for two samples. Seven ceramic tablets of Alumina (Al_2O_3), seven tablets of Boron Carbide (B_4C), three samples of sedimentary rocks and one sample of Titanium foam were analyzed. The experimental set up for the Gamma Ray Transmission technique consisted of: a 2" x 2" crystal NaI(Tl) detector, an ^{241}Am radioactive source (59,53keV, 100mCi), an automatic micrometric table for the sample XZ movement and standard gamma spectrometry electronics. Two microtomography systems were used: a Fein Focus system, constituted by an X-ray tube, operated at 160kV and 0.3 to 1.1mA, a CCD camera and the movement sample system, and a Skyscan system, model 1072, with a X-ray tube operated at 100kV and 100 μ A, and a CCD camera. The ceramic tablets, analyzed by the gamma ray transmission technique presented results for most of the porosities data with smaller confidence intervals and inside the intervals supplied by the tablets manufacturer. The Titanium porous sample was analyzed by the two techniques, its microtomography images achieved a resolution of 17 μ m, obtained employing the Fein Focus system. For both techniques, this sample showed high porosity, which allows its application for this purpose. The sandstones samples were analyzed by the Skyscan system, achieving resolutions of 19 μ m, 11 μ m and 3.8 μ m for each sample, respectively. The resolutions of 11 μ m and 3.8 μ m were the ones that generated better 2D sections for the respective samples and, consequently, more reliable porosities. The 3.8 μ m resolution was the one that best quantified the pore size distribution data, showing information not shown by the 11 μ m resolution, showing that pores with 15 to 45 μ m radius are predominant, constituting 57% of the porous phase of this sample, and 1% are just constituted by pores with radius up to 3.8 μ m. These results show that resolution better than 3.8 μ m could be necessary only for specific cases.

Keywords: X-ray microtomography. Gamma ray transmission and porosity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Efeito Fotoelétrico	20
Figura 2 - Efeito Compton.....	21
Figura 3 - Espalhamento Rayleigh	22
Figura 4 - Espalhamento Thomson.....	23
Figura 5 - Formação de Pares	24
Figura 6 - Coeficiente de absorção total do chumbo, mostrando as contribuições da absorção fotoelétrica, espalhamento Compton e formação de pares (extraído de KAPLAN, 1978)	26
Figura 7 - Coeficientes de absorção total do Al, Cu, Sn e Pb (extraído de KAPLAN, 1978)	27
Figura 8 - Projeções paralelas dadas pelo arranjo de raios paralelos para diferentes ângulos.....	34
Figura 9 - Arranjo tomográfico com detectores alinhados na forma de um semicírculo	36
Figura 10 - Arranjo tomográfico com mesmo ângulo entre as linhas de radiação incidente com espaçamentos diferentes de chegada nos detectores.....	36
Figura 11 - Ilustração para auxílio na transformação das coordenadas cartesianas em polares	37
Figura 12 - Parâmetros usados no algoritmo de reconstrução de imagem.....	38
Figura 13 - Software MCS-Plus levantando o espectro da fonte de ^{241}Am	40
Figura 14 - Tela do software SAMARA	41
Figura 15 - Imagem em níveis de cinza.....	42
Figura 16 - Processo de binarização de imagens (extraído de IMAGO. Versão 2.1.3, 2002)	44
Figura 17 - Arranjo experimental de Transmissão de Raios Gama	49
Figura 18 - Mesa micrométrica de medidas	50
Figura 19 - Ilustração esquemática do detector de NaI(Tl).....	51
Figura 20 - Esquema de reconstrução 3D em um sistema tomográfico	52
Figura 21 - Esquema do Tubo de Raios X	53
Figura 22 - Espectro típico de um tubo de raios X com alvo de Tungstênio em função da tensão aplicada (VINEGAR and WELLINGTON, 1987).....	54
Figura 23 - Espectro com aplicação de filtro na janela do tubo de raios X (VINEGAR and WELLINGTON, 1987).....	54
Figura 24 - Esquema do Intensificador de Imagens	55
Figura 25 - Esquema do sistema Fein Focus (extraído de OLIVEIRA, 2002.....	55

Figura 26 - Sistema Skyscan 1072	56
Figura 27 - Detalhe de uma amostra analisada de arenito (AB19) na câmara de medidas do Skyscan 1072	56
Figura 28 - Pastilhas sinterizadas de Alumina (Al ₂ O ₃).....	57
Figura 29 - Pastilhas sinterizadas Carbetto de Boro (B4C).....	58
Figura 30 - Amostra de Arenito Basáltico AB19	59
Figura 31 - Projeções das amostras de arenito	59
Figura 32 - Amostra sinterizada de Titânio.....	60
Figura 33 - Implante do Ti em tecido ósseo (extraído de OLIVEIRA et al., 2004).....	61
Figura 34 - Avanço do tecido ósseo no material titânico (extraído de OLIVEIRA et al., 2004).....	61
Figura 35 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra nº 2 de Al ₂ O ₃	64
Figura 36 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra nº 6 de Al ₂ O ₃	65
Figura 37 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra nº 8 de Al ₂ O ₃	65
Figura 38 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra nº 1 de B4C	66
Figura 39 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra nº 4 de B4C	66
Figura 40 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra nº 8 de B4C	67
Figura 41 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra de Ti	70
Figura 42 - Imagem em tons de cinza das fatias 069 e 266 da amostra de Ti.....	71
Figura 43 - Constatação de um defeito na amostra de Ti.....	72
Figura 44 - Exemplo de seleção de região de imagens no processo de binarização	73
Figura 45 - Aplicação da operação de subtração de imagens.....	73
Figura 46 - Processo de binarização.....	74
Figura 47 - Imagens binarizadas da amostra de Ti.....	74
Figura 48 - Distribuição de tamanho de poro média para a amostra de Titânio	75
Figura 49 - Função de auto correlação para a amostra de Titânio poroso	76
Figura 50 - Modelo 3D da amostra de Titânio poroso	77
Figura 51 - Comparação das funções de auto correlação das seções 2D da amostra de Ti com a do modelo 3D reconstruído com fator de amplificação 2.....	77
Figura 52 - Fatias 541 e 600 da amostra AB19.....	79
Figura 53 - Exemplo de seleção de áreas para binarização da amostra AB19.....	80
Figura 54 - Imagens binarizadas da amostra AB19	81
Figura 55 - Distribuição de tamanho de poro média para a amostra AB19	82
Figura 56 - Função de auto correlação para a amostra AB19	82

Figura 57 - Fatias 583 e 534 da amostra AB1160 (a) e fatias 518 e 598 da amostra AB11100 (b)	83
Figura 58 - Exemplo de áreas selecionadas no processo de binarização da amostra AB1160 (a) e suas imagens binarizadas (b)	84
Figura 59 - Exemplo de áreas selecionadas no processo de binarização da amostra AB11100 (a) e suas imagens binarizadas (b)	85
Figura 60 - Distribuição de tamanho de poro média para a amostra AB1160	86
Figura 61 - Distribuição de tamanho de poro média para a amostra AB11100	86
Figura 62 - Função de auto correlação para a amostra AB1160	87
Figura 63 - Função de auto correlação para a amostra AB11100	87
Figura 64 - Fatias 497 e 579 da amostra AB3.860 (a) e fatias 521 e 598 da amostra AB3.8100 (b).....	89
Figura 65 - Exemplo de áreas selecionadas no processo de binarização da amostra AB3.860.....	90
Figura 66 - Imagens binarizadas da amostra AB3.860	91
Figura 67 - Exemplo de área selecionada no processo de binarização da amostra AB3.8100	91
Figura 68 - Imagem binarizada da amostra AB3.8100.....	92
Figura 69 - Distribuição de tamanho de poro média para a amostra AB3.860	93
Figura 70 - Distribuição de tamanho de poro média para a amostra AB3.8100	93
Figura 71 - Função de auto correlação para a amostra AB3.860	94
Figura 72 - Modelo 3D da amostra AB3.860	95
Figura 73 - Comparação das funções de auto correlação das seções 2D da amostra AB3.860 com a do modelo 3D reconstruído com fator de amplificação 2	95
Figura 74 - Função de auto correlação para a amostra AB3.8100	96
Figura 75 - Regiões selecionadas de seções 2D obtidas com diferentes tensões aplicadas no tubo (a) 100kV e (b)60kV	98
Figura 76 - Região selecionada da fatia AB19-584 (a) e sua binarização (b).....	99
Figura 77 - Região selecionada da fatia AB1160-593 (a) e sua binarização (b).....	99
Figura 78 - Região da fatia AB3.860-553 (a) e sua versão binarizada (b).....	100
Figura 79 - Fatia AB3.8100-529, efeito beam hardening.....	101
Figura 80 - Imagem obtida com filtro de Al na saída do tubo de raios X.....	102
Figura 81 - Extremidade da imagem obtida sem filtro de Al (a) e sua região central (b)....	103
Figura 82 - Binarização das regiões selecionadas, (a) refere-se à extremidade da imagem e (b) o centro	103

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Comparação dos valores de μ_w para validação da técnica de transmissão de raios gama.....	63
Tabela 2 - Porosidades totais das pastilhas de Al_2O_3	68
Tabela 3 - Porosidades totais das pastilhas de B_4C	68
Tabela 4 - Valor da porosidade média das pastilhas de Al_2O_3 e B_4C	68
Tabela 5 - Intervalo com 95% de confiança para os dados de porosidade.....	69
Tabela 6 - Dados de porosidades totais médias determinados pela μ -CT	97
Tabela 7 - Dados de porosidades totais médias para a metodologia de microtomografia de raios X obtidas com uso de filtro de Al	100

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 REVISÃO DA LITERATURA	16
3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	18
3.1 RADIAÇÕES ELETROMAGNÉTICAS	18
3.1.1 Radiação Gama.....	18
3.1.2 Radiação X	19
3.2 INTERAÇÃO DA RADIAÇÃO COM A MATÉRIA.....	19
3.2.1 Efeito Fotoelétrico	19
3.2.2 Efeito Compton.....	21
3.2.3 Espalhamento Rayleigh	22
3.2.4 Espalhamento Thomson	23
3.2.5 Formação de Pares.....	24
3.3 COEFICIENTE DE ATENUAÇÃO LINEAR E DE MASSA (μ)	25
3.3.1 Coeficiente de atenuação Total	26
3.4 TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA	27
3.4.1 Determinação da Porosidade pela Técnica de Transmissão de Raios Gama	28
3.5 MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X	29
3.5.1 Caracterização Geométrica.....	30
3.5.2 Resolução de Imagens	32
3.5.3 Arranjos de Sistemas Tomográficos.....	33
3.5.4 Algoritmo de Reconstrução de Imagens.....	34
4 MATERIAIS E MÉTODOS	39
4.1 SOFTWARES ESPECÍFICOS UTILIZADOS.....	39
4.1.1 Softwares de Gerenciamento da Eletrônica Nuclear e da Mesa de Medidas	39
4.1.2 Software IMAGO	41
4.1.2.1 Descrição	41
4.1.2.2 Histograma de Níveis de Cinza	42
4.1.2.3 Pré-Processamento e Binarização de Imagens	42

4.1.2.4	Reconstrução Tridimensional.....	44
4.1.2.5	Método da Gaussiana Truncada (GT).....	44
4.1.3	Software WinXCOM.....	45
4.1.3.1	Descrição.....	45
4.1.3.2	Banco de Dados dos Elementos.....	46
4.1.3.3	Combinação e Interpolação.....	47
4.2	ARRANJOS EXPERIMENTAIS.....	48
4.2.1	Aparato de Transmissão de Raios Gama.....	48
4.2.1.1	Mesa Micrométrica.....	49
4.2.1.2	Fonte Radioativa.....	50
4.2.1.3	Detector de NaI(Tl).....	51
4.2.2	Aparato de Microtomografia de Raios X.....	52
4.2.2.1	Tubo de Raios X.....	52
4.2.2.2	Módulo de Detecção de Raios X.....	54
4.2.3	Sistemas Microtomográficos.....	55
4.2.3.1	Sistema Fein Focus.....	55
4.2.3.2	Sistema Skyscan.....	56
4.3	AMOSTRAS.....	57
4.3.1	AMOSTRAS CERÂMICAS.....	57
4.3.2	Amostras de Arenito Basáltico.....	58
4.3.3	Amostra de Titânio Poroso.....	60
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	61
5.1	TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA.....	61
5.1.1	Coefficiente de Atenuação Linear da Água.....	61
5.1.2	Porosidade Total.....	63
5.1.2.1	Pastilhas de Al ₂ O ₃ e B ₄ C.....	63
5.1.2.2	Amostra de Titânio Poroso.....	69
5.2	MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X.....	70
5.2.1	Amostra de Titânio Poroso.....	70
5.2.1.1	Processo de Binarização.....	72
5.2.1.2	Caracterização Microestrutural.....	75
5.2.2	Amostras de Arenito (Amostra AB19).....	78
5.2.2.1	Processo de Binarização.....	79

5.2.2.2 Caracterização Microestrutural	81
5.2.3 Amostra AB11	83
5.2.3.1 Processo de Binarização	84
5.2.3.2 Caracterização Microestrutural	85
5.2.4 Amostra AB3.8	88
5.2.4.1 Processo de Binarização	90
5.2.4.2 Caracterização Microestrutural	92
5.3 ANÁLISE DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE IMAGENS	97
5.3.1 Tensão Aplicada no Tubo de Raios X	97
5.3.2 Resolução de Imagens	98
5.3.3 Correção do Efeito de Beam Hardening na obtenção de Imagens Microtomográficas	101
6 CONCLUSÕES	104
REFERÊNCIAS	107

1 INTRODUÇÃO

O estudo de meios porosos vem ganhando considerável destaque no meio científico. Materiais porosos, de origem natural e manufaturada, como rochas e espumas sintéticas, vêm sendo cada vez mais pesquisados devido à possibilidade de suas aplicações em variadas áreas como a industrial, biomédica, engenharia e outros.

A necessidade do conhecimento da microestrutura de meio porosos, está relacionada diretamente à forma de aplicação com que o material será empregado.

O implante ortopédico de estruturas sinterizadas, um dos mais recentes avanços da engenharia biomédica no controle de doenças ósseas, tem sua performance ligada diretamente à fixação do material no tecido. Dentre algumas técnicas de fixação, tais como colagem e uso de parafusos, o implante de uma estrutura porosa superficial permite a penetração do tecido ósseo nos poros, obtendo assim um bom assentamento. Alguns dos parâmetros que afetam a resistência interfacial entre o revestimento e o osso são distribuição, forma e tamanho médio de poros (OLIVEIRA et al., 2002).

Em indústrias, o tipo de espuma, cerâmica ou metálica, a ser adotada tem que atender pré-requisitos básicos para sua devida aplicação, entre eles está a morfologia do material, caracterizada principalmente pelo tipo, quantidade e tamanho de poros que a constitui (BANHART, 2000).

O estudo de bacias sedimentares, pelas indústrias petrolíferas, é focado na compreensão do formato das rochas reservatório que as integram. A microgeometria de arenitos é de particular interesse no entendimento do comportamento do fluido em sua fase porosa, e também para prover o desenvolvimento de métodos melhorados de recuperação do petróleo (JONES et al., 2005).

Como se pôde perceber nos exemplos citados, a caracterização porosa de diversos materiais é de extrema importância nas pesquisas aplicadas. Metodologias convencionais de estimativa de porosidade são bem documentadas, como o método de Arquimedes e porosimetria de intrusão de mercúrio, mas em determinados tipos de estruturas porosas, levando-se em consideração uma escala mais apurada, tais métodos podem se tornar não ideais.

Metodologias nucleares vêm se tornando alternativas acuradas para a pesquisa e caracterização de diversos meios porosos. Neste contexto estão a técnica de Transmissão de Raios Gama e a metodologia de Microtomografia de Raios X.

A técnica de transmissão gama destaca-se das demais na determinação da porosidade de amostras por ser não destrutiva (APPOLONI & POTTKER, 2004). É de rápida aplicabilidade e apresenta uma relação direta entre espaço vazio e espaço ocupado do volume da amostra, já que não se pode destacar a possibilidade de ocorrência de espaços abertos dentro da matriz do material (ROCHA, 2005, APPOLONI et al., 2002).

A metodologia de microtomografia de raios X é uma técnica que permite a obtenção de dados da microestrutura interna de materiais, na forma de imagens, a partir da irradiação externa das amostras (APPOLONI et al., 2004). Necessita da utilização de softwares adequados de tratamento de imagens, que possibilitam a determinação de parâmetros estruturais do material estudado, assim como porosidade média total, distribuição de tamanho de poros e função de auto correlação, a qual possibilita a reconstrução 3D da amostra para simulações computacionais.

Este trabalho tem o objetivo de apresentar a utilização das duas técnicas citadas na caracterização porosa de variadas amostras. A transmissão de raios gama foi aplicada em vinte amostras de espumas cerâmicas de Alumina (Al_2O_3) e Carbetos de Boro (B_4C), dez de cada, e em uma amostra de Titânio poroso, que também foi analisada pela microtomografia de raios X. As espumas cerâmicas tinham porosidades conhecidas, e foram analisadas também para validação da técnica.

A microtomografia de raios X, além da amostra de Titânio, foi aplicada em mais três amostras de rocha reservatório, para diferentes resoluções de imagens. A análise e comparação dos dados de porosidade e distribuição de tamanho de poros obtidos a partir de microtomografias de diferentes resoluções, estão também documentadas neste trabalho, assim como a avaliação de seções 2D geradas sob diferentes condições.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Appoloni, C. R., Rodrigues, C. R. O. e Fernandes, C. P (2005) fizeram a caracterização estrutural de uma amostra de rocha reservatório através da metodologia de Microtomografia de Raios X (μ -CT). A resolução espacial de imagem atingida foi de $3,8\mu\text{m}$ que permitiu a boa quantificação geométrica de grãos e de poros. Um total de 956 seções 2D foram analisadas e foi gerado um volume 3D do espécime. Foram determinados parâmetros como porosidade total, distribuição de tamanho de poro e a função de auto correlação. Uma microestrutura 3D da amostra foi modelada baseada na função de auto correlação através do método da Gaussiana truncada no espaço de Fourier. Os parâmetros foram medidos a partir das seções 2D do modelo Gaussiano 3D para comparar com os mesmos parâmetros das seções 2D do μ -CT. Esta aproximação permitiu uma avaliação completa do modelo 3D que mostrou boa semelhança com o espaço real de poro descrita pelo volume 3D gerado pelo μ -CT.

Phillips, D. H. e Lannutti J. J. (1997) usaram a tomografia computadorizada de raios X para quantificar variações na densidade de materiais. Utilizaram um sistema tomográfico que emprega um tubo de raios X convencional de 420keV e 5mA para apresentarem o desenvolvimento de sua metodologia no estudo da densidade de amostras através da transferência dos dados de mapeamento tomográfico do coeficiente de atenuação linear para dados físicos absolutos. Mostram como diminuir o ruído eletrônico de equipamentos de tomografia computadorizada (CT) para aquisição de dados de porosidade e densidade mais confiáveis através de algoritmo de reconstrução filtrada e a fabricação de amostras padronizadas

Vinegar, H. J. e Wellington, S. L (1987) explicam como se usar um equipamento de tomografia computadorizada (CT) para se estudar o fluxo de fluidos através de um meio poroso (arenito Berea). Medem a fração do volume do espaço poroso preenchido em até três fases, como óleo, água e gás. Atentam para a escolha da melhor energia de raios X e pressão de fluxo de fluido a serem usados. Explicam o uso de filtros de absorção para faixas indesejáveis de energias de raios X para correção do efeito de beam hardening

Appoloni, C. R., FERNANDES, C. P., Innocentini, M. D. M. e Macedo A. (2004) utilizaram a técnica de microtomografia de raios X para analisar a microestrutura de espumas cerâmicas. Os autores utilizaram cerâmicas de $\text{SiC-AL}_2\text{O}_3$ com densidade de poros de 60ppi (ppi = poro por polegada linear), 75ppi e 90ppi. A porosidade das amostras foi

obtida através da análise de transeptos e através do software IMAGO. O software IMAGO também é capaz de fornecer a distribuição do tamanho de poros, e foi obtida pelos autores.

Rodrigues, L. E. (2004) determinou a porosidade total de amostras de espumas de alumínio e espumas cerâmicas de carbetto de silício (SiC), utilizando as técnicas de transmissão de raios gama e microtomografia de raios X com feixe cônico. As amostras de espumas de alumínio de 10, 20, 30, 40 e 45 ppi (poros por polegada) e as amostras de espumas cerâmicas SiC de 20, 30, 45, 60, 75, 80 e 90 ppi foram analisadas por transmissão gama. As amostras SiC de 60, 75 e 90 ppi também foram analisadas por microtomografia de raios X. As imagens microtomográficas foram pré-processadas e analisadas com o software Imago, utilizado para calcular a porosidade total, distribuição de tamanho de poro e a função de autocorrelação $C(u)$ das imagens microtomográficas binarizadas de cada amostra. Os valores de porosidades da amostras determinadas pelas duas técnicas tiveram concordância nos dados.

Rocha, W. R. D. (2005), utilizou as técnicas de Transmissão de Raios Gama e Microtomografia de Raios X para avaliar a porosidade e distribuição de tamanho de poros de espumas cerâmicas de SiC. Realizou a reconstrução tridimensional após a determinação de parâmetros geométricos das amostras, que foram obtidos a partir de imagens bidimensionais com resolução espacial de $32\mu\text{m}$ geradas por um sistema Microfocus. O aparato de transmissão gama contava com fonte de Am-241 (59,53keV, 100mCi), detector de cintilação de NaI(Tl), colimadores, mesa micrométrica de movimentação eletrônica padrão de espectrometria gama. A técnica de transmissão de raios gama mostrou-se precisa e acurada na determinação das porosidades mostrando que 90% dos dados determinados estão em acordo com os dados fornecidos pelo fabricante. A metodologia de Microtomografia de Raios X apresentou dados de porosidade e distribuição de tamanho de poros que, em alguns casos, não se equivaleram aos do fabricante, porém as imagens microtomográficas foram capazes de revelar espaços vazios dentro do material sólido constituinte da amostra.

Appoloni, C. R. e Pottker, W. E. (2004) avaliaram o perfil da porosidade de solo TRe, arenitos e cerâmicas porosas, por transmissão de raios gama. Os materiais consistiram em: fonte radioativa de Am-241 (59,53keV, 100mCi), detector de cintilação de NaI(Tl), colimadores, mesa micrométrica de movimentação eletrônica padrão de espectrometria gama. Neste trabalho constatou-se a vantagem na utilização da técnica de transmissão de raios gama em relação aos métodos tradicionais na determinação da porosidade de materiais. Os resultados obtidos das cerâmicas porosas indicam concordância da técnica de transmissão de raios gama com o método de Arquimedes (tradicional).

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 RADIAÇÕES ELETROMAGNÉTICAS

A radiação eletromagnética tem um comportamento dual, atuando como uma onda em certas circunstâncias e como partícula em outras. É formada por fótons (quantum de radiação) que carregam consigo momento e energia definidos obedecem a fenômenos de interferência e difração, e possuem massa nula (EISBERG & RESNICK, 1979).

Neste trabalho foi empregada a aplicação de radiações eletromagnéticas (gama e X) por serem as mais adequadas para o tipo de aplicação que adotamos. Devido a isto não abordaremos neste capítulo as radiações corpusculares (alfa, beta, prótons...), mesmo sabendo da sua importância na Física Nuclear.

3.1.1 Radiação Gama

Os núcleos atômicos, assim como a eletrosfera, são caracterizados por níveis discretos de energia. Nas transições destes níveis nucleares pode ocorrer a emissão (ou absorção) de radiação eletromagnética. Estes fótons emitidos, geralmente de alta energia (definida pela diferença de energia entre os níveis da transição), são denominados raios gama (WILLIAM, 1994).

Por se tratar de partículas altamente energéticas e com massa nula é extremamente penetrante, interage com a matéria basicamente pelos efeitos fotoelétrico, Compton, Rayleigh, Thomson e produção de pares (se $E_{\text{raios-X}} > 1,02\text{MeV}$) (APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

3.1.2 Radiação X

A radiação X é formada na eletrosfera de um átomo. É proveniente do rearranjo de elétrons em transições decorrentes nos diferentes níveis orbitais ocasionadas por perturbações ou absorção de energia. Pode ser formada também pelo fenômeno de freamento (bremsstrahlung) em tubos de raios X ou em outras situações equivalentes. Apresenta um espectro discreto de energia e interage com a matéria através do efeito fotoelétrico, Compton e espalhamentos Rayleigh, Thomson e produção de pares (se $E_{\text{raios-X}} > 1,02\text{MeV}$) (APPOLONI e MELQUIADES, 1997).

3.2 INTERAÇÃO DA RADIAÇÃO COM A MATÉRIA

É de fundamental importância o conhecimento das diferentes formas de interação da radiação com a matéria para o entendimento do nosso estudo, como ela se dá num meio material e como é possível detectá-la.

A radiação proveniente de uma fonte interage com a amostra estudada, ar e com os detectores. Sua capacidade de atenuação depende da densidade e espessura do material analisado.

A escolha de uma fonte adequada é importante para o tipo de experimento que será adotado, levando em conta tempo de medidas, resultados melhorados e conveniência para sua aplicabilidade. Radiações muito energéticas podem ser ineficientes no estudo certos tipos de materiais, pois uma pequena diferença entre feixe inicial e feixe atenuado pode resultar num grande desvio estatístico dos resultados obtidos.

3.2.1 Efeito Fotoelétrico

O efeito fotoelétrico consiste na total transferência da energia $h\nu$ de um fóton incidente para um elétron atômico, que é ejetado com energia cinética T:

$$T = h\nu - E_k \quad (1)$$

onde E_k é a energia de ligação do elétron na camada K.

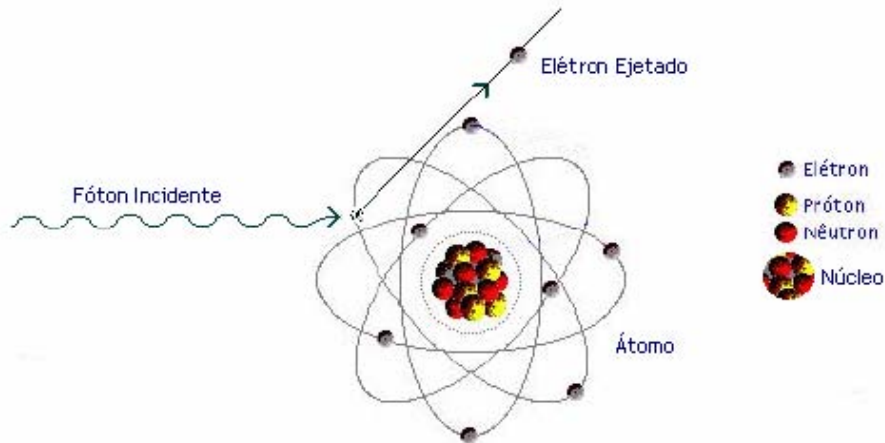


Figura 1 - Efeito Fotoelétrico.

O efeito fotoelétrico ocorre principalmente com elétrons da camada K, que é a camada mais interna e que possui a maior energia de ligação. A ejeção do elétron dessa camada causa um rearranjo na eletrosfera, que ocasiona a emissão de raio X ou de elétron Auger, produzido pelo efeito fotoelétrico interno do átomo (KAPLAN, 1978, APPOLONI e MELQUIÁDES, 1997).

A equação (2) mostra a seção de choque fotoelétrica ($\text{cm}^2/\text{átomo}$) para a camada K, a qual é responsável por 80% do efeito fotoelétrico (KAPLAN, 1978).

$$\tau_K = \varphi_0 Z^5 \alpha^4 2^{5/2} (mc^2/h\nu)^{7/2} \quad (2)$$

onde τ_K é a seção de choque da absorção fotoelétrica para a camada K; $\varphi_0 = 2,67\pi r_0^2$ onde $r_0 = e^2/mc^2$ é o raio clássico do elétron; α é a constante de estrutura fina ($\alpha = 1/137 = 2\pi e^2/hc$); mc^2 é a energia de repouso do elétron, e $h\nu$ é a energia do fóton incidente.

3.2.2 Efeito Compton

O fóton incidente sofre espalhamento inelástico na interação com elétrons pouco ligados ou livres, que são ejetados com uma certa energia cinética. O fóton é espalhado com energia menor que o incidente (APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

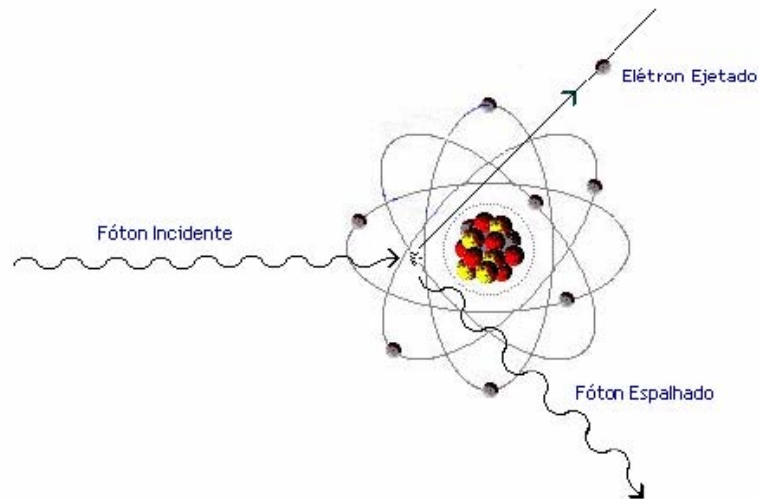


Figura 2 - Efeito Compton.

As energias dos fótons incidente e espalhado são representadas como:

$$E = h\nu \quad (3)$$

$$E' = \frac{E}{1 + \alpha(1 - \cos\theta)} \quad (4)$$

onde E é a energia do fóton incidente; E' é a energia do fóton espalhado, e $\alpha = h\nu/m_0c^2$.

A equação (5) mostra a seção de choque total ($\text{cm}^2/\text{átomo}$) do espalhamento Compton, onde se pode notar que a dependência do número atômico Z é linear (KAPLAN, 1978).

$$\sigma_e = 2Z\pi r_0^2 \left\{ \frac{1+\alpha}{\alpha^2} \left[\frac{2(1+\alpha)}{1+2\alpha} - \frac{1}{\alpha} \ln(1+2\alpha) \right] + \frac{1}{2\alpha} \ln(1+2\alpha) - \frac{1+3\alpha}{(1+2\alpha)^2} \right\} \quad (5)$$

onde $\alpha = hv/mc^2$, $h\nu$ é a energia do fóton incidente, m é a massa do elétron, $r_0 = e^2/mc^2$ e Z é o número atômico.

3.2.3 Espalhamento Rayleigh

O espalhamento elástico, também conhecido como coerente, é o processo em que o elétron incidente sofre apenas um desvio da sua trajetória inicial ao colidir com um elétron do átomo. Há apenas uma mudança no momento linear do fóton, a sua energia inicial é conservada (APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

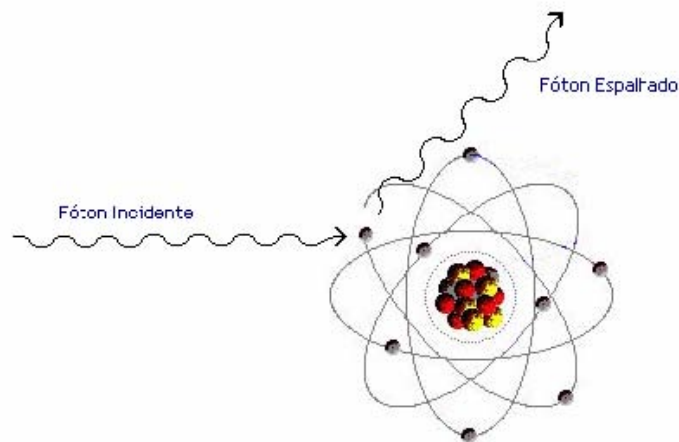


Figura 3 - Espalhamento Rayleigh.

A equação (6) mostra a dependência da seção de choque ($\text{cm}^2/\text{átomo}$) com o número atômico (KAPLAN, 1978).

$$d\sigma_R = r_0^2 |f_\theta|^2 \frac{1 + \cos^2 \theta}{2} d\Omega \quad (6)$$

onde f_0 é o fator de espalhamento atômico; $d\Omega$ é o ângulo sólido na direção de θ . Para comprimento de onda (λ) grande, $f_0 \rightarrow Z$.

3.2.4 Espalhamento Thomson

O espalhamento Thomson ocorre quando um fóton é espalhado elasticamente pelo campo Coulombiano do núcleo atômico, a energia inicial do fóton é conservada com mudança no seu momento linear (APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

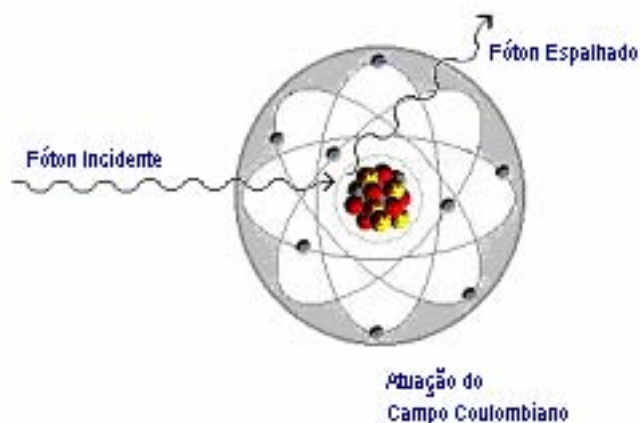


Figura 4 - Espalhamento Thomson.

A seção de choque ($\text{cm}^2/\text{átomo}$) do espalhamento Thomson é dada pela equação (11) (KAPLAN, 1978).

$$\sigma_T = \frac{8\pi}{3} r_0^2 \quad (7)$$

onde: $r_0 = e^2/mc^2$.

3.2.5 Formação de Pares

A formação ou produção de pares é o evento em que na interação do fóton com o campo Coulombiano do núcleo do átomo, há uma conversão total da energia do fóton em massa de repouso e energia cinética de partículas. Ocorre a criação de um par elétron-pósitron, de acordo com a fórmula de equivalência de Einstein ($E = mc^2$). A energia $2m_0c^2 = 1,02\text{MeV}$ é limiar para o processo, sendo esta a energia da massa de repouso necessária para criar o par de partículas (APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

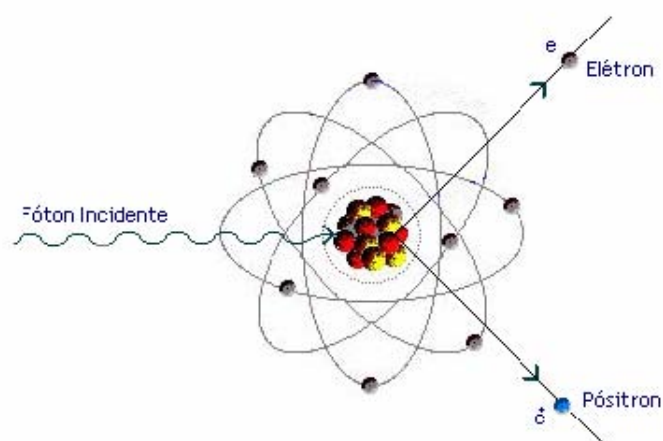


Figura 5 - Formação de Pares.

O pósitron é uma partícula com as mesmas características do elétron, a não ser pela sua carga de sinal oposto e momento magnético contrário.

Este processo de interação, apesar de importante, só ocorre com probabilidade apreciável quando se usa feixes de radiação com fótons de energia bem maior que $1,02\text{MeV}$ (radiação gama ou X).

A seção de choque ($\text{cm}^2/\text{átomo}$) para a produção de um pósitron de energia cinética T_+ é dado pela equação (8) (KAPLAN, 1978).

$$d\sigma_P = \frac{\sigma_0 Z^2 P}{h\nu - 2mc^2} dT_+ \quad (8)$$

onde: $\sigma_0 = 5,8 \cdot 10^{-32} \text{ m}^2$, e $P = p(h\nu, Z)$.

3.3 COEFICIENTE DE ATENUAÇÃO LINEAR E DE MASSA (μ)

A absorção exponencial que caracteriza a passagem da radiação eletromagnética através da matéria é a Lei de Lambert-Beer dada por:

$$I = I_0 e^{-\mu'x} \quad (9)$$

onde x representa a espessura do material usado como amostra (cm), μ' o coeficiente de atenuação linear (cm^{-1}), I_0 é a intensidade do feixe incidente na amostra e I é a intensidade do feixe emergente da amostra, as intensidades são dadas em contagens por unidade de tempo. Podemos também definir μ' como:

$$\mu = \mu' / \rho \quad (10)$$

onde μ é o coeficiente de atenuação de massa (cm^2/g), e ρ é a densidade volumétrica da amostra (g/cm^3).

A atenuação de fótons é dada tanto pela absorção pelo material, que dá lugar à conversão direta, parcial ou total, da energia dos fótons em energia cinética de outras partículas, como pelo espalhamento de fótons, que desvia o fóton de sua trajetória inicial. Então podemos escrever:

$$\mu = \mu_a + \mu_s \quad (11)$$

onde μ_a é o coeficiente de energia absorvida e μ_s é o coeficiente de energia espalhada (APPOLONI e MELQUIÁDES, 1997).

3.3.1 Coeficiente de atenuação Total

O coeficiente de atenuação linear total é determinado somando as contribuições de cada processo descrito: Efeito Fotoelétrico (τ_K), Espalhamento Rayleigh (σ_R), Espalhamento Compton (σ_C), Espalhamento Thomson (σ_T) e Formação de Pares (σ_p) (APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

A equação(12) representa a soma das contribuições das seções de choque parciais para o coeficiente de atenuação:

$$\mu = N(\sigma_R + \sigma_T + \sigma_p) + ZN\sigma_C \quad (12)$$

onde N é o número de átomos absorventes por m³.

A Figura 6 apresenta o gráfico do coeficiente de absorção *versus* energia para o Pb (chumbo), mostrando a evolução dos três processos em função da energia e do número atômico Z.

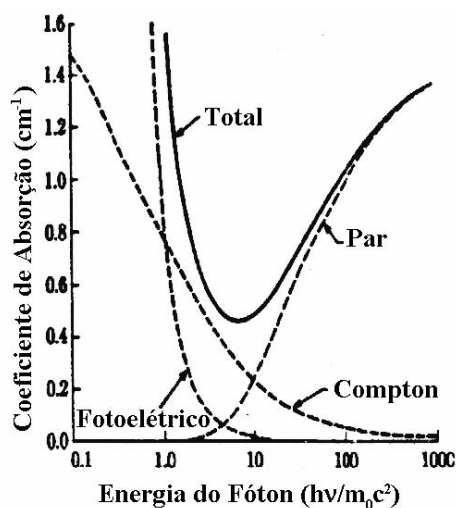


Figura 6 - Coeficiente de absorção total do chumbo, mostrando as contribuições da absorção fotoelétrica, espalhamento Compton e formação de pares (extraído de KAPLAN, 1978).

A Figura 7 apresenta o gráfico do coeficiente de absorção total *versus* energia, para o $^{82}_{82}\text{Pb}$, $^{50}_{50}\text{Sn}$, $^{29}_{29}\text{Cu}$ e $^{13}_{13}\text{Al}$.

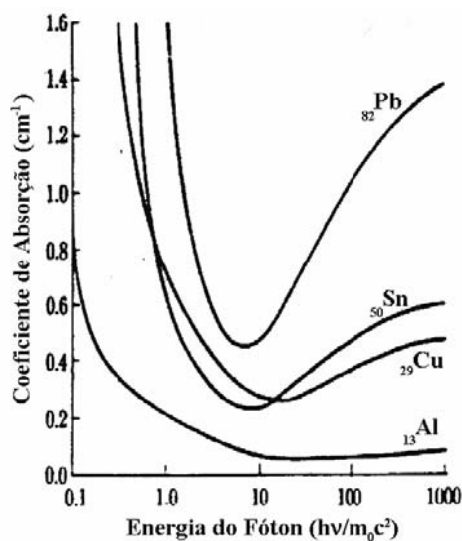


Figura 7 - Coeficientes de absorção total do Al, Cu, Sn e Pb (extraído de KAPLAN, 1978).

3.4 TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA

A técnica de transmissão de raios gama é baseada na atenuação que um feixe de radiação incidente em um meio material sofre ao atravessá-lo, sendo expressa pela lei de Lambert-Beer equação (9), que relaciona intensidade de radiação proveniente de uma fonte conhecida com parâmetros físicos da amostra irradiada, como espessura e densidade, representada pelo coeficiente de atenuação de massa (equação (10)). Em casos que este coeficiente não é conhecido, faz-se o uso de valores tabelados de μ encontrados na literatura ou do software WinXCOM, que é o mais indicado e foi adotado neste trabalho, que será citado mais adiante.

Para a aplicação desta técnica necessita-se basicamente de uma fonte radioativa, detector e eletrônica adequada.

A fonte radioativa emite radiação para todos os lados. Cuidados com a proteção radiológica devem ser tomados como blindagem adequada e cautela no manuseio do equipamento. O material radioativo é blindado com placas de chumbo, a radiação liberada pela blindagem é controlada por uma janela removível e passa por colimadores, tornando-se um feixe de radiação pontual e direcionado. O feixe percorre um trajeto definido até atingir o detector que repassa as informações para a eletrônica.

As amostras a serem analisadas são posicionadas entre a fonte e o detector.

O tempo de irradiação de cada material depende da sua densidade e energia de emissão da fonte. A razão entre contagens de pulsos elétricos e tempo de irradiação é definida como “intensidade”.

Em medidas com esta metodologia, que apresenta uma relação direta entre intensidade de radiação e parâmetros físicos da amostra, se acontecer qualquer alteração na intensidade do feixe atenuado, alguma alteração na densidade do material ocorreu. Isto significa a possibilidade de analisar como se dá, ou o que ocorre na estrutura interna de amostras apenas com sua irradiação externa, permitindo uma série de aplicações em materiais que poderão ser reutilizados. Este fato exprime uma das maiores vantagens desta técnica, a de ser “não destrutiva”.

3.4.1 Determinação da Porosidade pela Técnica de Transmissão de Raios Gama

A “fase porosa” de uma amostra é constituída pela soma do volumes vazios dentro de um volume total por ela ocupado no espaço. Sua porosidade (ϕ) é dada pela razão entre estes volumes, na forma de porcentagem, que pode ser definida pela equação (13). A arquitetura que constitui a estrutura da amostra é denotada por “*matriz*”.

$$\phi = 100 \left(\frac{V_v}{V} \right) \quad (13)$$

Onde ϕ é a porosidade total, V_v e V são a soma dos volumes vazios e volume total da amostra, respectivamente.

Para o uso da técnica de transmissão de raios gama, em termos de coeficiente de atenuação linear (PHOGAT, 1989), podemos escrever a equação (13) da seguinte maneira:

$$\phi = 100 \left(\frac{\mu_p - \mu_s}{\mu_p} \right) \quad (14)$$

onde μ_s é o coeficiente de atenuação linear da amostra e μ_p (de partícula) é o coeficiente de atenuação linear do material que constitui a amostra, conhecido como coeficiente de atenuação linear de partícula da amostra.

3.5 MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X

A microtomografia computadorizada de raios X (μ -CT) é um método de inspeção que provê imagens detalhadas da região interna de materiais através do mapeamento do coeficiente de atenuação linear de uma amostra a ser analisada.

Esta técnica é uma versão otimizada e aplicada para amostras de pequenas dimensões e com alta resolução espacial do CAT (*Computed Axial Tomography*), metodologia tomográfica usada em diagnósticos médicos (TESEI et al. 2005), baseada na tomada de dados a partir da translação de fonte e detector em torno de um paciente.

Em um sistema tomográfico, uma amostra tem o mapeamento da sua estrutura interna tomada pela atenuação da radiação proveniente de uma fonte de raios X, que é projetada em uma câmera CCD (*charge-coupled devices*), um arranjo bi-dimensional de detectores, geralmente de Silício.

Os microtomógrafos computadorizados fazem a reconstrução completa da amostra na forma de uma imagem 3D a partir do empilhamento de seções 2D da mesma. As seções 2D são procedidas através de um algoritmo de reconstrução, que é aplicado às projeções tomadas da amostra. Cada projeção é realizada com a exposição de uma seção da amostra ao feixe de radiação durante um tempo pré estabelecido. Este processo é repetido passo a passo até uma rotação completa da amostra, de 0° a 360° ou de 0° a 180° .

A análise das seções 2D torna possível a determinação dos parâmetros estruturais do material em questão, e até uma reconstrução matemática de um modelo 3D da amostra. O modelo 3D tem as mesmas características da amostra e é usado para simulações computacionais. Para este tipo de análise é necessária a utilização de softwares adequados de tratamento de imagens. As fontes irradiadoras de raios X, empregadas em sistemas de μ -CT, podem ser tubos convencionais de raios X ou radiação síncrotron. A diferença entre as duas fontes está no tempo de aquisição de dados e resolução de imagens adquiridas. Tubos de raios X requerem alto tempo de exposição e atingem resoluções menores que as alcançadas com o

uso de aceleradores síncrotron com um baixo tempo de medidas (PHILLIPS and LANNUTTI, 1997). Entretanto, equipamentos modernos de μ -CT, que usam como fonte tubos de raios X, estão sendo cada vez mais aperfeiçoados e atingindo resoluções de imagens da ordem de $<10\mu\text{m}$ com pouco tempo de exposição.

Contudo, a técnica de μ -CT é confiável e rápida na aquisição de dados e pode ser considerada não destrutiva, conforme seja a resolução de imagens necessária. Já análise das imagens depende do software de processamento de imagens e do operador que analisa os dados.

3.5.1 Caracterização Geométrica

O meio poroso, representado em uma imagem tomográfica 2D binária, pode ser caracterizada pela função de fase de poro $Z(\mathbf{x})$:

$$Z(\mathbf{x}) = \begin{cases} 1 & \text{quando } \mathbf{x} \text{ pertence ao espaço poroso} \\ 0 & \text{quando não pertence} \end{cases} \quad (15)$$

onde \mathbf{x} é a posição em relação a uma origem arbitrária. A porosidade ϕ , a função de auto correlação $C(\mathbf{u})$, e a função de auto correlação normalizada $R(\mathbf{u})$ são definidas pelas médias estatísticas (denotado por $\langle \square \rangle$), como se segue:

$$\phi = \langle Z(\mathbf{x}) \rangle \quad (16)$$

$$C(\mathbf{u}) = \langle Z(\mathbf{x})Z(\mathbf{x} + \mathbf{u}) \rangle \quad (17)$$

$$R(\mathbf{u}) = \frac{\langle [Z(\mathbf{x}) - \phi][Z(\mathbf{x} + \mathbf{u}) - \phi] \rangle}{\phi - \phi^2} \quad (18)$$

onde \mathbf{u} é o deslocamento no plano da imagem.

Quando o meio é homogêneo os parâmetros estatísticos independem de x , assim a porosidade é constante e $R(u)$ depende somente do vetor u independente de x . Além disso se o meio poroso for isotrópico R_z é uma função somente de $u = \|\mathbf{u}\|$, independente da direção de u .

Enquanto a porosidade é dada pela probabilidade de um pixel arbitrário pertencer á fase porosa, a função de auto correlação $C(u)$ fornece a probabilidade de se encontrar dois pixels separados por u pertencentes à fase porosa. Tais relações constituem as estatísticas de primeira e segunda ordem da imagem.

A morfologia matemática visa descrever a forma de objetos contidos em uma imagem, comparando os objetos de interesse a outro de forma conhecida, sendo este último conhecido como elemento estruturante. As operações de base da morfologia matemática são a erosão e a dilatação. Ainda se podem definir operações combinadas como erosão seguida de dilatação ou o contrário.

Para a determinação da distribuição dos tamanhos dos poros utiliza-se várias aberturas com uma seqüência de elementos estruturantes de tamanho crescente, $\delta_1, \delta_2, \dots, \delta_{\max}$, onde δ_{\max} é tal que elimina todos os poros na operação de erosão.

A função de distribuição acumulada normalizada $F(X, \delta)$ será:

$$F(X, \delta) = \frac{\text{Mes}(X) - \text{Mes}(T_\delta(X))}{\text{Mes}(X)} \quad (19)$$

onde Mes designa a medida segundo a unidade escolhida e T_δ é o conjunto obtido após a operação de abertura, composto pelos objetos de tamanho superior a δ .

Para a determinação da distribuição de poros em imagens binárias 2-D, a unidade de medida consiste na área superficial dos poros. Desta forma, a distribuição acumulada de poros será dada por:

$$F(r) = \frac{\phi - \phi(r)}{\phi} \quad (20)$$

onde φ é a porosidade total da imagem de partida e $\varphi(r)$ é a porosidade da imagem após a abertura com uma bola de raio r .

3.5.2 Resolução de Imagens

A resolução espacial de uma imagem expressa qual é a dimensão mínima de uma determinada região que pode ser investigada com clareza pelo software analisador, ou seja, se a resolução espacial de uma tomografia de for de $20\mu\text{m}$, por exemplo, então poros ou estrutura de matriz com diâmetros menores que esta resolução não serão identificados pelo sistema.

Quanto melhor for a resolução espacial atingida, mais acurados serão os dados que poderão ser obtidos da amostra. Sistemas microtomográficos modernos atingem resoluções que vão da ordem de μm até nm , dependendo basicamente do tamanho da amostra e geometria/qualidade do sistema de irradiação/detecção.

A resolução (R) da imagem tomográfica, que depende do tamanho do pixel no detector e do fator de magnificação (M), é descrita da seguinte maneira:

$$R = \frac{x}{M} \quad (21)$$

onde x é o tamanho de pixel em mm .

$$M = \frac{a+b}{a} \quad (22)$$

onde a é a distância fonte-amostra e b é distância amostra-câmera CCD.

Para se atingir melhores resoluções de uma determinada tomografia, pode-se reavaliar a colimação do sistema ou diminuir o tamanho da amostra, o que transformaria o

método de microtomografia de raios X em uma técnica “destrutiva”.

Outro parâmetro importante a ser avaliado é a resolução de contraste das imagens. Este parâmetro está relacionado ao contraste mínimo entre coeficientes de atenuação linear de partes integrantes adjacentes na amostra, importante para quantificar pequenas variações na densidade da estrutura do material analisado.

3.5.3 Arranjos de Sistemas Tomográficos

Os sistemas tomográficos vêm sendo pesquisados e aperfeiçoados no decorrer dos anos. As mudanças ocorreram principalmente na qualidade dos detectores, fonte de radiação e equipamento computacional. Algumas alterações ocorreram também no arranjo e forma de movimentação do sistema fonte-detector dos tomógrafos. Estas diferenciações são tratadas por “gerações”, como se segue:

Tomógrafos de primeira geração: adota o sistema fonte-amostra-detector em linha, neste caso a amostra é rotacionada e transladada.

Tomógrafos de segunda geração: arranjo com abertura no detector de 3° a 10° , usando mais de um detector.

Tomógrafos de terceira geração: o sistema rotaciona detector e fonte com a amostra postada no eixo central do movimento.

Tomógrafos de quarta geração: arranjo de detectores estacionários e fonte de raios X que se movimenta fazendo a varredura da amostra

Existem diferentes formas de irradiação que provêm feixes de diferentes formatos, como o paralelo, que é pouco usado pela difícil operação e colimação do sistema, porém gera boas resoluções de imagens, e o feixe cônico, amplamente usado por não apresentar as dificuldades encontradas no sistema de feixe paralelo, mas que perde um pouco na resolução. O arranjo adotado em nosso trabalho foi o tomógrafo de primeira geração com

feixe cônico, também conhecido como “*fan beam*”.

3.5.4 Algoritmo de Reconstrução de Imagens

O método de obtenção de imagens tomográficas adotado é chamado de “Retroprojeção Filtrada”. Esse método consiste em aproximar uma solução considerando que atenuação do feixe é uniforme sobre todo o trajeto do raio no interior da amostra, 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 coleção de raios paralelos denotada por $P_{\theta}(t)$ para um θ constante, como se pode observar na Figura 8.

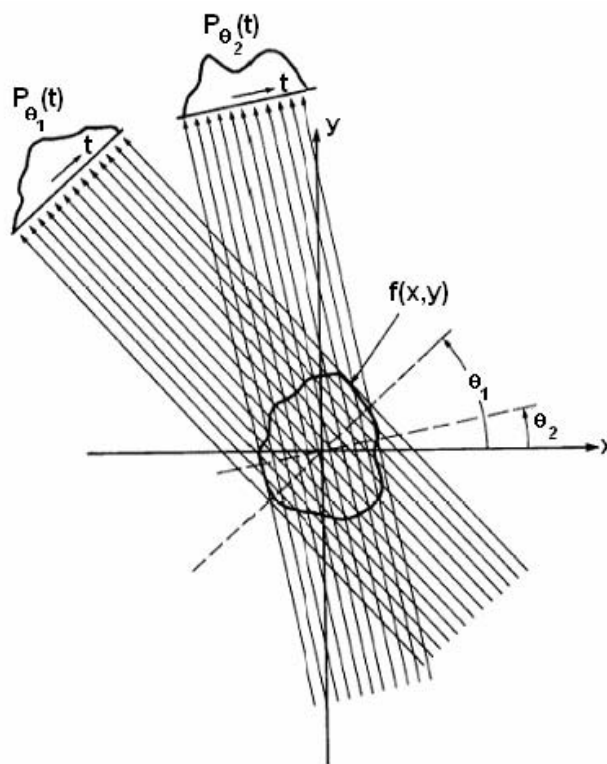


Figura 8 - Projeções paralelas dadas pelo arranjo de raios paralelos para diferentes ângulos.

Onde:

$$P_{\theta}(t) = \int_{(\theta,t)} f(x, y) ds \quad (23)$$

Em que $f(x,y)$ representa um função bidimensional em cada integral de linha dos parâmetros (θ,t) . A equação utilizada pelo algoritmo, adotada para rotações de 0° a 180° está relacionada abaixo:

$$f(x, y) = \int_0^{\pi} Q_{\theta}(x \cos \theta + y \sin \theta) d\theta \quad (24)$$

Onde:

$$Q_{\theta}(t) = \int_{-\infty}^{\infty} S_{\theta}(w) |w| \exp(j2\pi wt) dw \quad (25)$$

$S_{\theta}(w)$ 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° a 360° , o limite inferior de integração da equação (24) deve permanecer 0 e o superior deve ser alterado para 2π .

No caso em que sistemas tomográficos empregam feixe cônico de radiação, como foi adotado neste trabalho, não se pode trabalhar com a função $f(x,y)$ como está descrita na equação (24) que é usada para feixes paralelos. Uma modificação no seu formato deve ser realizada para se obter o algoritmo de projeção adequado.

Existem dois tipos de arranjos instrumentais para o feixe cônico, também conhecido como “feixe em leque”, a diferença está no formato do detector e como neles incidem as linhas (feixe) de radiação.

A Figura (9) mostra o exemplo em que o arranjo de detectores são montados formando um arco, as linhas de radiação incidem com espaçamentos D iguais. Pode-se notar no arranjo da Figura 10 que as linhas de radiação chegam aos detectores com espaçamentos diferentes devido ao seu arranjo em formato plano.

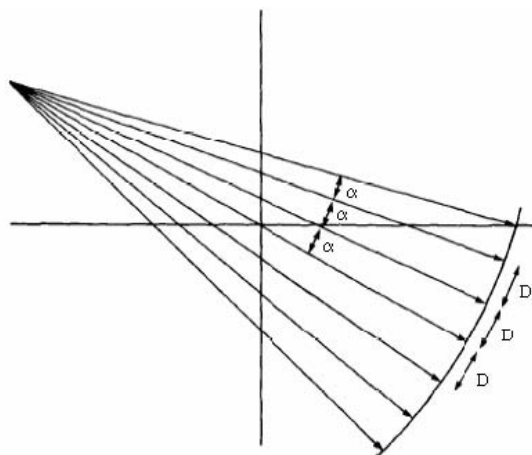


Figura 9 - Arranjo tomográfico com detectores alinhados na forma de um semicírculo.

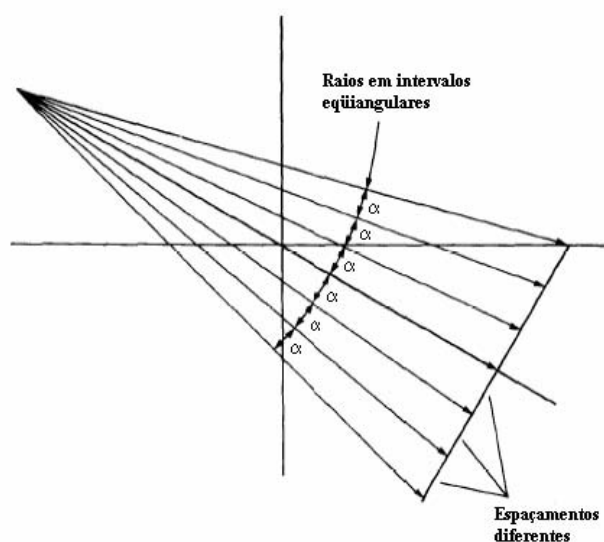


Figura 10 - Arranjo tomográfico com mesmo ângulo entre as linhas de radiação incidente com espaçamentos diferentes de chegada nos detectores.

Para se obter projeções com feixe em leque a função $f(x,y)$ tem que ser dada em coordenadas polares $f(r,\phi)$, que de acordo com a Figura 11 sofre as seguintes transformações:

$$x = r \cos \phi \quad y = r \sin \phi \quad (26)$$

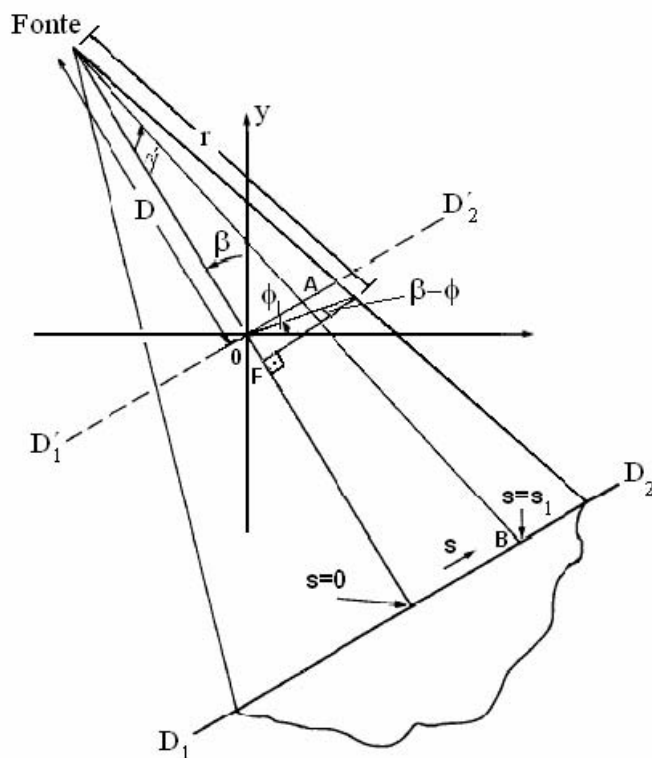


Figura 11 - Ilustração para auxílio na transformação das coordenadas cartesianas em polares.

Para simplificar e ter uma melhor visualização, vamos considerar na Figura 12 o detector imaginário $D'_1 D'_2$, que passa pela origem, e as seguintes transformações que se seguem:

$$\begin{aligned}
 t &= s \cos \gamma & \theta &= \beta + \gamma \\
 t &= \frac{sD}{\sqrt{D^2 + s^2}} & \theta &= \beta + \tan^{-1} \frac{s}{D} \quad (27)
 \end{aligned}$$

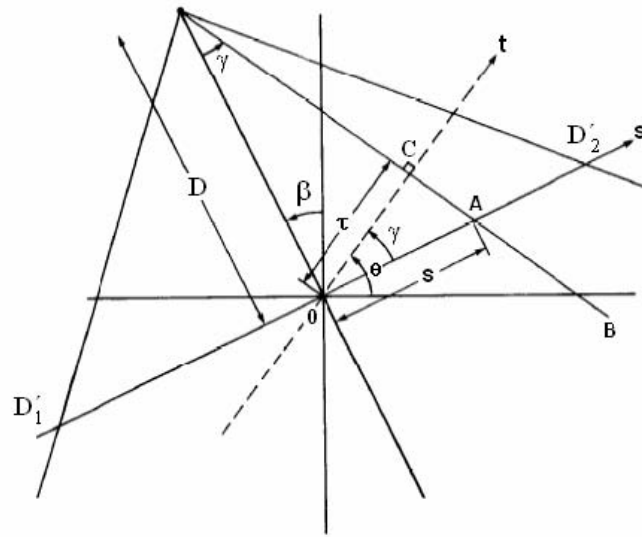


Figura 12 - Parâmetros usados no algoritmo de reconstrução de imagem.

Agora a função $f(r, \phi)$, com auxílio das relações descritas em (27) e com algumas equações matemáticas, pode ser escrita como:

$$f(r, \phi) = \frac{1}{2} \int_{-\tan^{-1}(s_m/D)}^{2\pi - \tan^{-1}(s_m/D)} \int_{-s_m}^{s_m} P_{\beta+\gamma} \left(\frac{sD}{\sqrt{D^2 + s^2}} \right) \cdot h \left[r \cos(\beta + \tan^{-1}(s/D) - \phi) \right] \frac{D^3}{(D^2 + s^2)^2} ds d\beta \quad (28) \quad (28)$$

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 SA na projeção paralela $P_\theta(t)$.

A equação (28) está descrita para rotações de 0° a 360° , sua solução não é trivial e pode ser vista em detalhes no terceiro capítulo de KAK & SLANEY, 1999.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 SOFTWARES ESPECÍFICOS UTILIZADOS

Para a realização deste trabalho, além dos softwares convencionais para edição de texto, Microsoft® Office Word, e do software para realizar os cálculos de equações, desvios e gráficos a partir de planilhas, Microsoft® Office Excel, foram utilizados também programas específicos de tratamento de imagens, gerenciamento de mesa de medidas e eletrônica nuclear, e banco de dados para cálculos de seções de choques de radiação.

4.1.1 Softwares de Gerenciamento da Eletrônica Nuclear e da Mesa de Medidas

O software MCS-Plus é responsável pela contagem de eventos em função do tempo que ocorrem na placa multicanal da eletrônica do sistema de medidas de transmissão de raios gama.

Permite observar, em tempo real, a formação do espectro de contagem *versus* canal de voltagem da radiação incidente no detector. Com este software determina-se qual a faixa de energia da fonte utilizada, conhecida como “janela do pico”. Este dado é o *input* inicial para o software que gerencia a mesa de medidas poder trabalhar com a eletrônica adequadamente, além dos comandos de movimentação do motor de passo da mesa micrométrica. A tela do MCS-Plus pode ser observada na Figura 13.

A versão utilizada foi a MCS Emulator 1.0 0923-000, produzido pela EG&G ORTEC.

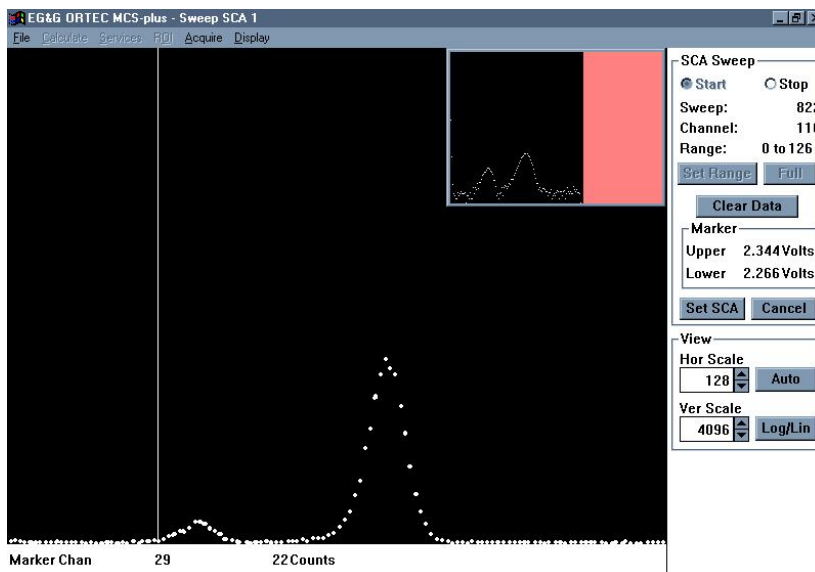


Figura 13 - Software MCS-Plus levantando o espectro da fonte de ²⁴¹Am.

O SAMARA 1.0, programa gerenciador da mesa de medidas, desenvolvido pelo CNPDIA/EMBRAPA, permite que se faça programações de movimentos automáticos da plataforma da mesa de medidas em função de um tempo pré-estabelecido.

Este software, juntamente com o equipamento da mesa de deslocamento XZ, permite que se programe medidas de transmissão, em pontos pré-estabelecidos de uma amostra, com tempo de exposição que se deseje, e na janela de energia da fonte de radiação usada. Automaticamente cria arquivos de todos os parâmetros que está analisando, como posição, contagens e tempo de medidas, que podem ser enviados para softwares de cálculos como o Microsoft Excel. Pode-se observar na Figura 14 a tela do SAMARA.

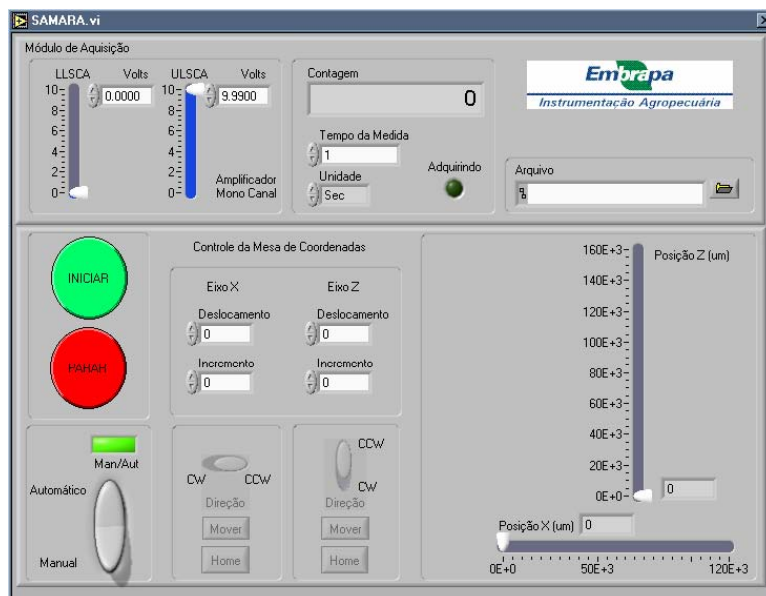


Figura 14 - Tela do software SAMARA.

4.1.2 Software IMAGO

4.1.2.1 Descrição

O IMAGO® Image Analysis System é um programa que atua na análise quantitativa de imagens. É uma ferramenta computacional formada por um núcleo central de trabalho (um software), composto por ferramentas básicas de aquisição, navegação e armazenamento de arquivos, visualização das imagens (2D e 3D), manipulações básicas (inversão, conversões), operações aritméticas, entre outras.

O software foi desenvolvido pelo Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas (LMPT) da Universidade Federal de Santa Catarina em colaboração com a ESSS (Engineering Simulation and Scientific Software) e CENPES/Petrobrás.

4.1.2.2 Histograma de Níveis de Cinza

Uma imagem em níveis de cinza corresponde a uma representação onde cada pixel assume um valor em um intervalo $[0, L-1]$ de Z , onde o valor 0 é associado ao preto, o valor $(L-1)$ corresponde ao branco, e os valores intermediários constituem um “degradê” de tons de cinza. O caso mais freqüente corresponde a $L = 256$, sendo a imagem codificada em uma estrutura de dados 8 bits/pixel. Na Figura 15, apresenta-se um exemplo de imagem em níveis de cinza 8 bits/pixel.

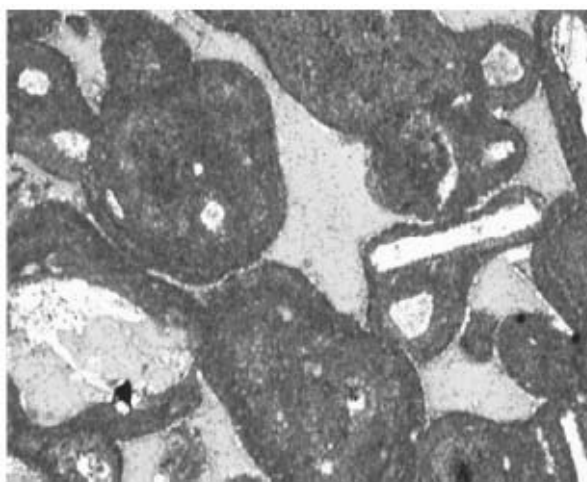


Figura 15 - Imagem em níveis de cinza.

O histograma de uma imagem representa, para cada nível de intensidade (cinza), a fração do número de pixels com aquele nível. Indica se a imagem está distribuída adequadamente dentro dos possíveis níveis. Se a imagem não está utilizando todos os níveis disponíveis, podemos alterá-los, para melhor uso. Este tipo de filtragem chama-se manipulação de histograma. Um exemplo de histograma de níveis de cinza é apresentado no item precedente.

4.1.2.3 Pré-Processamento e Binarização de Imagens

As técnicas de pré-processamento têm como objetivo transformar uma imagem original de forma que a imagem resultante seja mais adequada para um

processamento específico posterior, como por exemplo, o próprio processamento de segmentação. Em geral, o que se diz tornar uma imagem mais adequada é uma questão de interpretação do usuário, sendo importante a sua experiência. Além disso, as técnicas não são universais, quer dizer, não produzem resultados satisfatórios para todos os tipos de imagens.

De um ponto de vista geral, podemos definir a segmentação como um processamento que consiste em realizar a divisão de uma imagem em regiões homogêneas, de acordo com um critério estabelecido. De acordo com o critério, as regiões obtidas diferem entre si mais ou menos significativamente. Por uma região, entende-se um agrupamento conexo de pixels com propriedades comuns, como intensidade de nível de cinza, textura, etc. que a diferencia de outras regiões.

Os métodos de binarização são freqüentemente classificados em métodos globais, que são geralmente baseados no histograma de níveis de cinza onde através da adoção de um único valor de nível de cinza de corte, que opera em toda a imagem em consideração, separa as regiões de pretos e brancos, e métodos locais que adotam parâmetros que operam em regiões limitadas da imagem, variando de região para região da imagem.

Além disso, os métodos de binarização podem ser manuais ou automáticos, se exigem ou não a interferência do usuário para a decisão de parâmetros no seu processamento.

A binarização consiste em uma etapa fundamental na cadeia de processamento de imagens, uma vez que toda quantificação de parâmetros geométricos (por exemplo, a distribuição de tamanhos de poros em um material sinterizado) dependerá da correta definição das regiões de pretos e brancos. Desta forma, a imagem binária obtida deve representar realisticamente a imagem original. Esta é uma tarefa difícil, não existindo um método de binarização universal dados os diferentes tipos de textura das imagens. A Figura 16 apresenta a janela utilizada para a escolha do nível de cinza no processo de binarização.

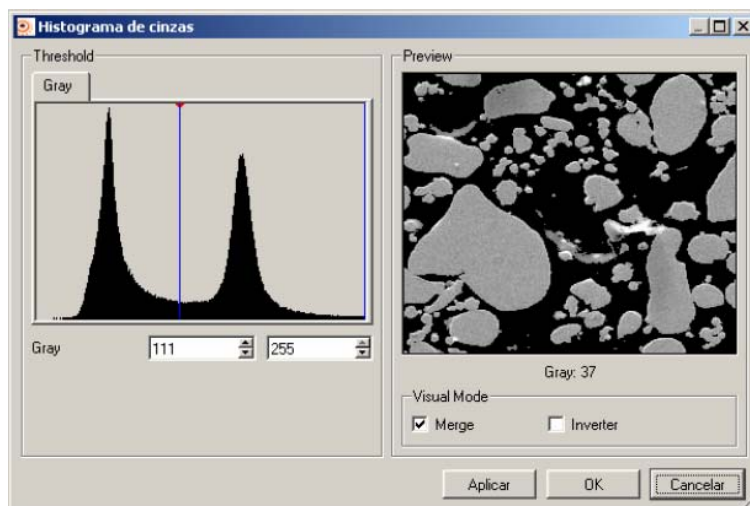


Figura 16 - Processo de binarização de imagens (extraído de IMAGO. Versão 2.1.3, 2002)

4.1.2.4 Reconstrução Tridimensional

A reconstrução 3D é a obtenção de uma imagem tridimensional representativa do material, e que é obtida a partir de imagens bidimensionais da lâmina. De um modo geral os métodos de reconstrução partem de um conjunto de imagens binarizadas e de propriedades caracterizadas sobre estas imagens (auto correlação, ou função distribuição de tamanho de poros).

4.1.2.5 Método da Gaussiana Truncada (GT)

Este método permite gerar um meio 3D a partir da “função de auto correlação” de uma imagem 2D binária. Sua idéia básica reside na consideração de que a imagem binária de um material poroso pode ser associada a um processo estocástico representado por uma função de fase.

A hipótese fundamental é que a microestrutura porosa pode ser completamente descrita pelos dois primeiros momentos de sua função de fase, a porosidade ϕ e a função de auto correlação. Considera-se ainda que as microestruturas porosas em estudo são estatisticamente homogêneas e isotrópicas.

O método de reconstrução consiste em um modelo matemático capaz de criar uma imagem 3D conservando a porosidade e a auto correlação medidas em imagens originais 2D. O IMAGO disponibiliza uma ferramenta GT que trabalha no domínio transformado de Fourier e que foi proposta por LIANG (1997) e LIANG et al. (1998).

4.1.3 Software WinXCOM

4.1.3.1 Descrição

Dados de espalhamento e absorção de fótons são muito requeridos no meio científico, mas as tabelas disponíveis normalmente incluem seções de choque para muitos (mas não todos) elementos. Algumas tabelas contêm dados para um número limitado de combinações e misturas e na prática não é possível satisfazer adequadamente todas as exigências, como energias de fontes disponíveis, por meio de tabelas.

Seções de choque de fótons podem ser obtidas, com bastante precisão, para combinações (excluindo as energias perto das discontinuidades de absorção) como somas das porcentagens das seções de choque dos componentes atômicos. Uma aproximação alternativa conveniente é gerar as seções de choque e coeficientes de atenuação para combinações e misturas que se deseje. Este papel é realizado pelo programa XCOM, que faz tal aproximação para qualquer elemento, combinação ou mistura, para energias entre 1keV e 100GeV.

O programa fornece as seções de choque totais e coeficientes de atenuação como também as seções parciais para os seguintes processos: espalhamento incoerente, espalhamento coerente, efeito fotoelétrico e produção de pares no núcleo atômico e na eletrosfera. Para combinações de elementos, as quantidades tabeladas são os coeficientes de atenuação de massa parciais e totais, que são iguais ao produto das seções de choque correspondentes pelo número de moléculas do alvo por unidade de massa do material.

O inverso destes coeficientes de interação é o caminho livre médio entre espalhamentos, entre eventos de absorção fotoelétrica, ou entre eventos de produção de pares. A soma dos coeficientes de atenuação para os processos individuais é igual ao coeficiente de atenuação total. Coeficientes de atenuação totais sem a contribuição do espalhamento coerente também são determinados, porque eles são freqüentemente usados em cálculos de

transporte de radiação gama.

São obtidos os coeficientes de interação e os coeficientes de atenuação totais para combinações ou misturas como somas das quantidades correspondentes para os componentes atômicos. As frações por peso dos componentes são calculadas pelo XCOM através da composição química estipulada pelo usuário. Para misturas, porém, o usuário tem que prover as frações por peso dos vários componentes.

Algumas limitações devem ser lembradas. As seções de choque para elementos no banco de dados do XCOM pertencem a átomos neutros isolados, e não levam em conta efeitos moleculares e de estado sólido que modifiquem as seções de choque, especialmente nas vizinhanças das descontinuidades de absorção. Seções de choque relativamente pequenas, tais como do espalhamento Delbruck, espalhamento Compton de dois fótons e produção de foto-mesons não são incluídos. Também é omitido o efeito fotonuclear que, na região da ressonância gigante de dipolo, entre 5MeV e 30MeV, pode contribuir com uma pequena porcentagem para o coeficiente de atenuação total. Finalmente, o XCOM não calcula coeficientes de absorção de energia que representam a conversão da energia do fóton para a energia cinética dos elétrons secundários nos efeitos Compton, fotoelétrico e produção de pares.

4.1.3.2 Banco de Dados dos Elementos

Um banco de dados, para todos os elementos, com uma gama extensa de energias, foi construído para combinação de seções de choque de espalhamentos incoerentes e coerentes de HUBBELL et al. (1977) e HUBBELL and OVERBO (1979), efeito fotoelétrico de SCOFIELD (1973), e produção de pares de HUBBELL et al. (1980). As mesmas seções de choque são usadas como em recentes tabelas de HUBBELL (1977), HUBBELL et al. (1980) e HUBBELL (1982), considerando que para absorção fotoelétrica há uma diferença pequena (omissão de uma correção de normalização) que é discutida a seguir.

A seção de choque do espalhamento incoerente (Compton) (HUBBELL et al., 1977) foi obtida de uma combinação da fórmula de Klein-Nishina e de funções não relativísticas de Hartree-Fock. Correções radiativas de duplo espalhamento Compton também foram incluídas. A seção de choque para o espalhamento coerente (Rayleigh) (HUBBELL and OVERBO, 1979) foi calculada através de uma combinação da fórmula de Thompson e de

fatores relativísticos de Hartree-Fock para átomos. As seções de choque para o efeito fotoelétrico foram obtidas por SCOFIELD (1973) por um cálculo de deslocamento de fase para um potencial central e um modelo atômico de Hartree-Slater. Os resultados de Scofield só abrangem energias de até 1.5MeV. Para energias mais altas onde a seção de choque para o efeito fotoelétrico é bastante pequena, uma fórmula semi-empírica de HUBBELL (1969) conecta os valores de Scofield a 1.5MeV para o limite assintótico de alta energia calculado por PRATT (1960). Seções de choque para produção de pares cedidas por HUBBELL et al. (1980), estão baseadas em combinações complicadas de fórmulas da teoria de Bethe-Heitler com vários outros modelos teóricos que levam em conta a blindagem eletrônica e correções radiativas e de Coulomb. Combinações diferentes foram usadas nas regiões próximas de limiares, intermediárias e de alta energia para obter o melhor acordo possível com as seções de choque experimentais.

Para elementos com números atômicos de 2 a 54, Scofield (SCOFIELD, 1973) apresentou fatores de correção para subníveis atômicos individuais, de forma que as seções de choque para o efeito fotoelétrico pudessem ser renormalizadas para corresponder aproximadamente a um modelo relativístico de Hartree-Fock em lugar do modelo de Hartree-Slater usado no cálculo original. Esta renormalização é muito significativa para os níveis atômicos exteriores; a seção de choque total é reduzida em 10 por cento na energia de 1 keV. Scofield não aplicou a renormalização nas seções de choque apresentadas em suas tabelas. Porém, a renormalização foi usada nas tabulações de HUBBELL (1977), HUBBELL et al. (1980) e HUBBELL (1982). Recentes revisões (SALOMAN and HUBBELL, 1986; SALOMAN and HUBBELL, 1987) indicam que, em geral, de acordo com experiência, é melhor que a renormalização não seja aplicada. A renormalização no banco de dados para o programa XCOM não foi usada.

4.1.3.3 Combinação e Interpolação

Com a finalidade de interpolação da energia do fóton, as seções de choque de espalhamentos coerentes e incoerentes, e os coeficientes de atenuação total são aproximados através de ajuste log-log como funções da energia. Para as seções de choque para produção de pares, a quantidade provida é o logaritmo de $(1-E/E')^3 \sigma_{\text{pair}}(E)$, onde E é a

energia do fóton, E' é o limite de energia para produção de pares, e $\sigma_{\text{pair}}(E)$ é a seção de choque. O ajuste é realizado separadamente para produção de pares no campo do núcleo atômico ($E' = 1.022\text{MeV}$) e na eletrosfera ($E' = 2.044\text{MeV}$).

A seção de choque da absorção fotoelétrica para todos os níveis é interpolada semelhantemente com uso dos ajustes cúbicos das funções log-log, mas só para as energias abaixo da descontinuidade de absorção da camada K. Abaixo desta energia a interpolação é aplicada ao logaritmo da seção de choque da absorção fotoelétrica para cada camada separada, calculada como uma função linear do logaritmo da energia do fóton. O ajuste separado para cada camada é necessário para evitar o erro que ocorreria interpolando por descontinuidade de absorção.

Para combinações, as somas das porcentagens dos coeficientes correspondentes para cada elemento fornecem os coeficientes de interação e coeficientes de atenuação totais. O XCOM calcula automaticamente a porcentagem, i.e., as frações por pesos dos componentes químicos para a combinação estipulada pelo usuário.

Uma descrição do DOS XCOM está disponível no National Bureau of Standards Report NBSIR-87, escrita por M.J. Berger e J. H. Hubbell.

A criação do XCOM no formato Windows foi realizada por Leif Gerward, do Departamento de Física da Technical University of Denmark (GERWARD et al., 2001).

4.2 ARRANJOS EXPERIMENTAIS

As medidas de transmissão de raios gama foram realizadas no Laboratório de Física Nuclear Aplicada da Universidade Estadual de Londrina.

Dois sistemas tomográficos foram usados, o sistema Fein Focus do Laboratório de Instrumentação Nuclear da Universidade Estadual do Rio de Janeiro e o sistema Skyscan 1072 da sede da Skyscan, Allentown, EUA.

4.2.1 Aparato de Transmissão de Raios Gama

O equipamento de transmissão de raios gama do LFNA/UEL é composto por um sistema automatizado de medidas e uma mesa de movimentação de amostra XZ. A

mesa foi montada no Departamento de Física da UEL e é gerenciada pelo programa SAMARA. O arranjo experimental do sistema de transmissão de raios gama pode ser observado na Figura 17.

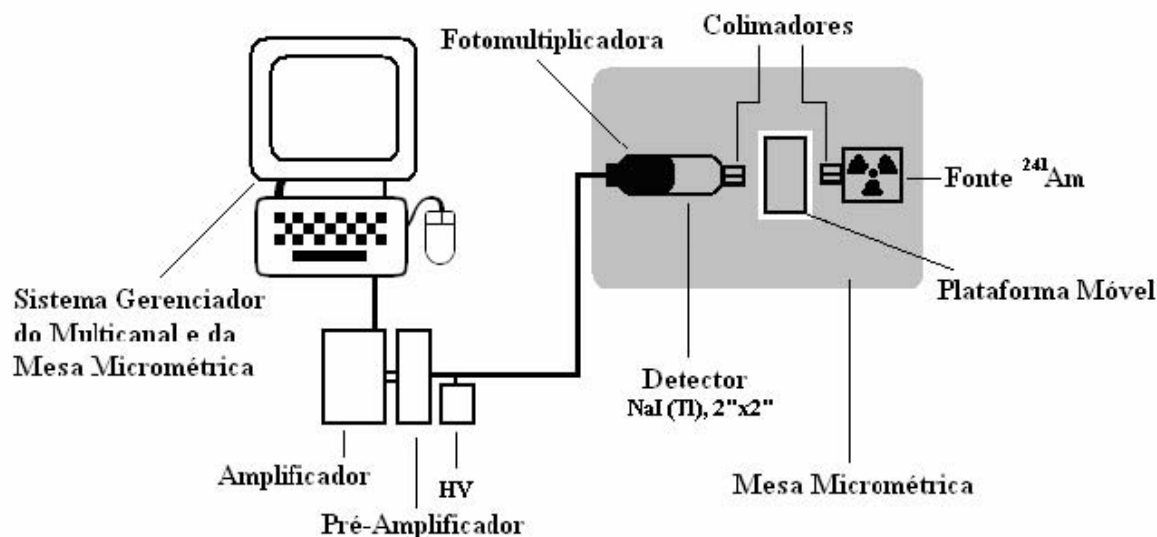


Figura 17 - Arranjo experimental de Transmissão de Raios Gama.

O sistema consiste de com eletrônica nuclear padrão de espectrometria gama formada por detector de NaI(Tl) com cristal de 2 polegadas de diâmetro por 2 polegadas de espessura, fonte de ^{241}Am , mesa automatizada de movimentação de amostra, amplificador (ORTEC, modelo 575 A), pré-amplificador (ORTEC, modelo 276), fonte de alta tensão-HV (ORTEC, modelo 456), colimadores de chumbo com 2mm de diâmetro e PC com softwares gerenciadores já referidos.

4.2.1.1 Mesa Micrométrica

A mesa automatizada de medidas permite a movimentação de amostras com dois graus de liberdade e precisão micrométrica, é constituída pela plataforma móvel e motor de passo. Nela também estão postados os colimadores, detector e fonte radioativa, como pode ser visto na Figura 18. Nesta fotografia a blindagem do detector foi retirada para melhor visualização. Os colimadores estão conjugados com a blindagem da fonte e com a blindagem da janela do detector.

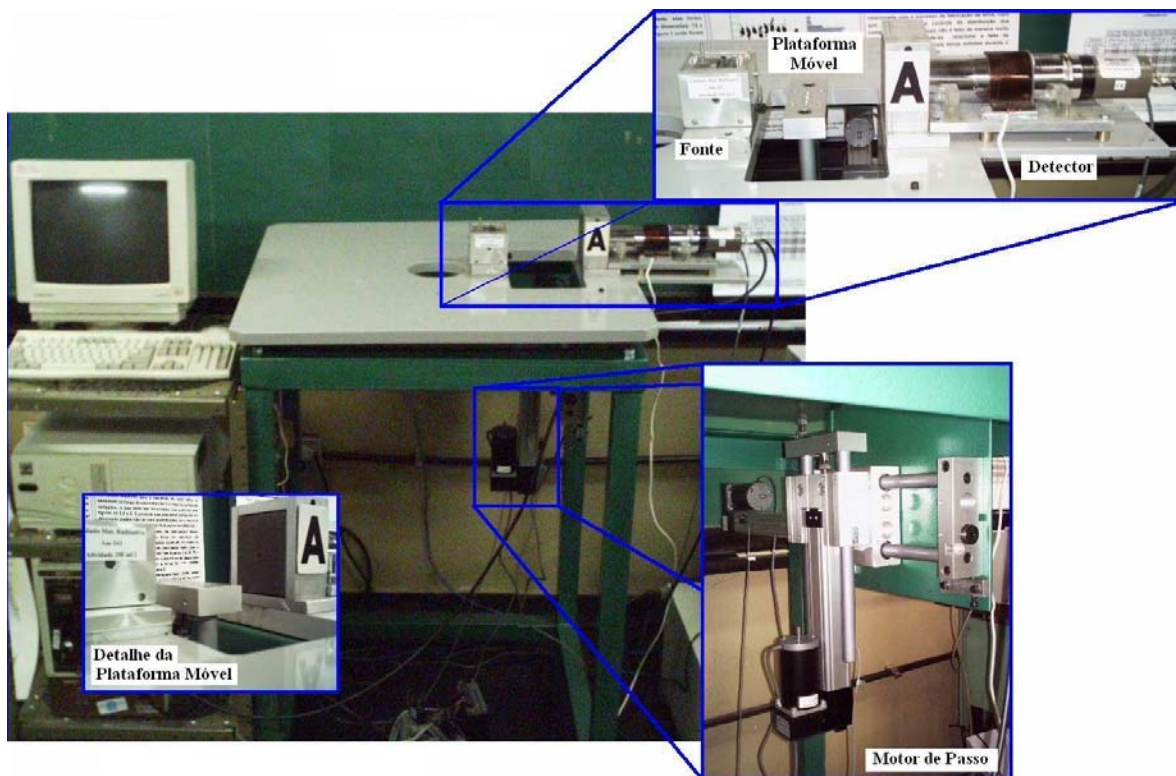


Figura 18 - Mesa micrométrica de medidas.

4.2.1.2 Fonte Radioativa

O material radioativo adotado neste trabalho foi uma fonte de ^{241}Am (Américio) com 100mCi de atividade. O Américio não é um emissor gama, seus núcleos decaem por emissão α para um estado excitado do ^{237}Np (Neptunio), que então se de-excita emitindo radiação gama com a probabilidade de 85,2% de ser da linha de energia de 59.53keV (LEDERER, 1978).

O Laboratório de Física Nuclear Aplicada conta também com outras fontes radioativas, de menores e maiores energias. O Américio foi considerado ideal para este trabalho devido às dimensões e densidades das amostras analisadas. Altas energias de radiação causariam pequena atenuação no material estudado, comprometendo assim os dados de transmissão com a geração de altos desvios nos resultados.

4.2.1.3 Detector de NaI(Tl)

Sistemas de detecção são avaliados pelo modo de transformação da radiação incidente em um sinal mensurável para a eletrônica nuclear. Existem dois tipos de detectores, os *cintiladores* e os *ionizantes*.

O detector adotado neste trabalho, NaI(Tl) (Iodeto de Sódio ativado com Tálcio) é do tipo cintilador. O Tálcio serve para criar um nível eletrônico entre a banda de valência e a banda de condução do cristal, tal nível favorece a emissão de luz no comprimento de onda exigido pela fotomultiplicadora.

É constituído basicamente pelo material cintilador (cristal inorgânico), guias de luz, fotomultiplicadora (PM) e invólucro protetor adequado, como pode ser observado no esquema da Figura 19, e no detalhe da Figura 18.

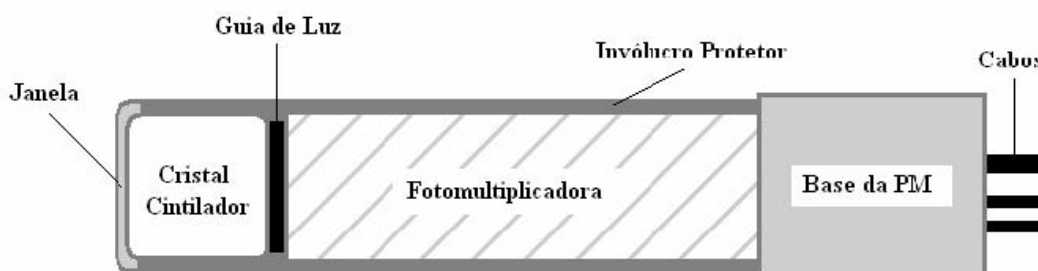


Figura 19 - Ilustração esquemática do detector de NaI(Tl).

A radiação incidente no material cintilador passa através de uma fina janela e nesta fase do detector ela excita células e moléculas do cristal que emitem luz. A luz é transmitida à fotomultiplicadora, diretamente ou via guias de luz, e é convertida em uma corrente fraca de fotoelétrons. Esta corrente é amplificada e o sinal de corrente resultante será analisado pelo sistema eletrônico.

Este detector tem um grande poder de absorção de radiação (*stopping power*) devido ao elevado valor do número atômico e densidade do cristal cintilante. Produz alta saída de luz, que resulta em boa resolução em energia tornando-o favorável para detecção de raios gama. Como é fotossensível e tem a desvantagem de ser higroscópico, devem ser tomados cuidados especiais com blindagem em relação a exposição à luz e contato com ambiente externo (WILLIAN, 1994).

4.2.2 Aparato de Microtomografia de Raios X

O arranjo experimental básico de um sistema tomográfico é constituído por um tubo de raios X, sistema de movimentação de amostra, intensificador de imagens, detector (câmara CCD) e sistema computacional de reconstrução de imagens. Na Figura 20 pode-se observar uma ilustração esquemática de um sistema microtomográfico.

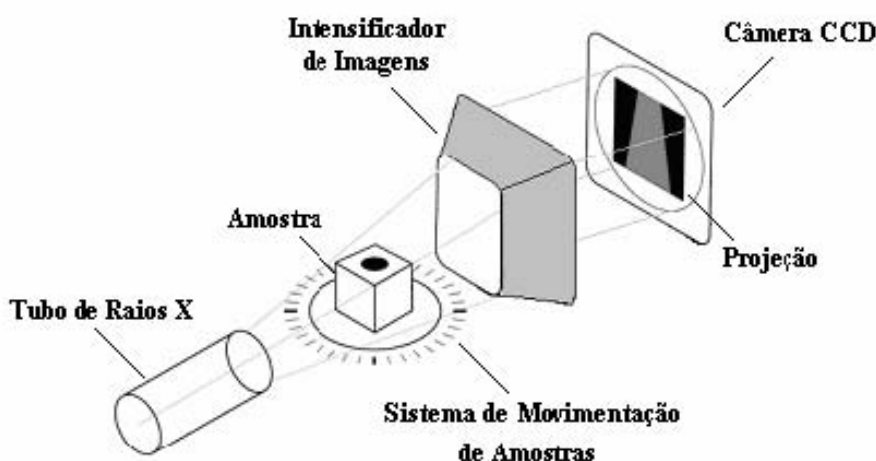


Figura 20 - Representação esquemática de um sistema tomográfico.

4.2.2.1 Tubo de Raios X

Um tubo de raios X produz radiação pelo freamento de elétrons acelerados (*Bremsstrahlung*). Os elétrons se desprendem do filamento (catodo) devido ao aquecimento que é submetido, uma diferença de potencial aplicada no tubo acelera os elétrons liberados em direção ao alvo (anodo). O feixe é direcionado com a ajuda de lentes eletromagnéticas, como pode ser observado na Figura 21. No freamento abrupto sofrido pelos elétrons ao se chocarem com o alvo, quase toda energia cinética ganha na aceleração é convertida na emissão de fótons. Estes fótons são chamados de raios X.

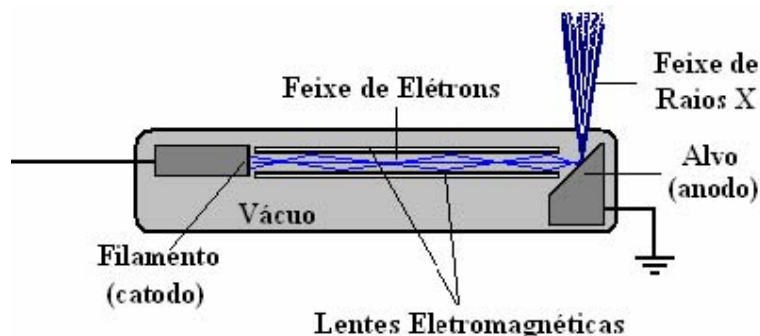


Figura 21 - Esquema do Tubo de Raios X.

No interior de um tubo é mantido vácuo para prevenir a interação do feixe de elétrons com átomos e moléculas de qualquer gás que o preencha. O feixe de raios X é liberado através de uma janela e pode ser colimado ou filtrado assim como se deseje.

A intensidade e a energia dos raios X gerados varia com a tensão aplicada no tubo. O espectro emitido esperado seria o de um feixe de radiação monoenergético, pois os elétrons acelerados no catodo estão submetidos ao mesmo potencial, mas o choque destes contra o anodo não se dá da mesma maneira. Há grande possibilidade de ocorrer interação de elétrons em pontos mais profundos no alvo, assim o feixe sofre múltiplas colisões, formando raios X de diferentes energias. Esta diferença na profundidade da interação também pode ocasionar a transferência de energia dos próprios raios X formados para o anodo, provocando interações secundárias. Este fenômeno de formação de faixa de energia secundária é conhecido como *beam hardening*. Este efeito prejudica amplamente a qualidade de imagens tomográficas como será mostrado mais adiante.

O filtro de raios X é usado para absorver a faixa de energia indesejada, tem que ser de um material que possua uma descontinuidade fotoelétrica no valor da energia que se deseja, dessa maneira ele absorverá toda a faixa de baixa energia do espectro original, criando um feixe quase monoenergético.

Na Figura 22 pode-se observar um espectro típico de um tubo de raios X com alvo de Tungstênio para diferentes potenciais aplicados (80kV, 90kV, 100kV e 120kV). Nota-se um alargamento na base dos espectros, este alargamento é devido á formação de um pico de menor energia ao lado da formação do pico de energia mais intensa. Na Figura 23 é usado um filtro que absorve a faixa de menor energia, evidenciando agora a energia desejada. VINEGAR and WELLINGTON (1987) explicam que o Cobre e o Zinco no tubo suprimem uma porção de energia do espectro.

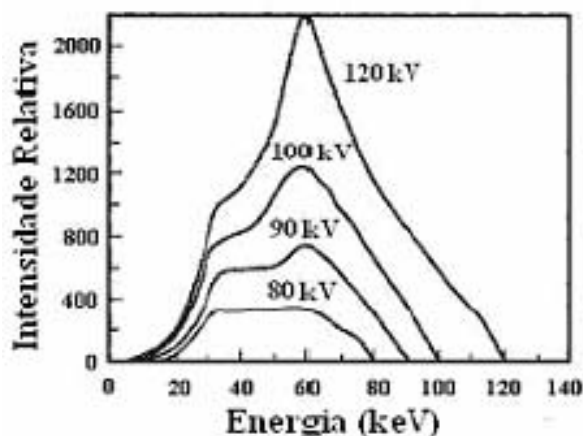


Figura 22 - Espectro típico de um tubo de raios X com alvo de Tungstênio em função da tensão aplicada (VINEGAR and WELLINGTON, 1987).

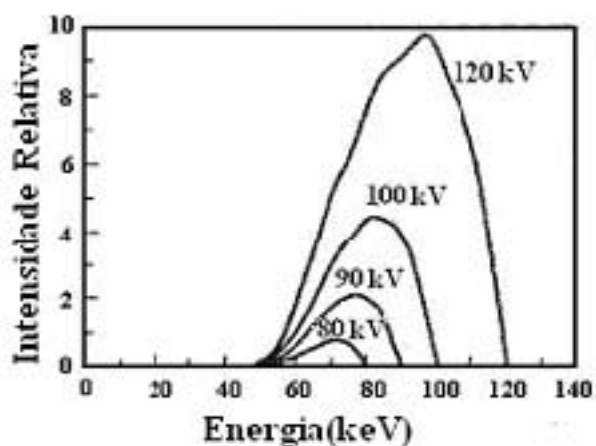


Figura 23 - Espectro com aplicação de filtro na janela do tubo de raios X (VINEGAR and WELLINGTON, 1987).

4.2.2.2 Módulo de Detecção de Raios X

O módulo de detecção de radiação em sistemas tomográficos é formado por um intensificador de imagem acoplado a uma câmera CCD. O intensificador converte a radiação X incidente em um feixe de fótons de luz com comprimento de onda adequado para a detecção pela câmera CCD. Na Figura 24 pode-se observar um esquema do intensificador de imagens.

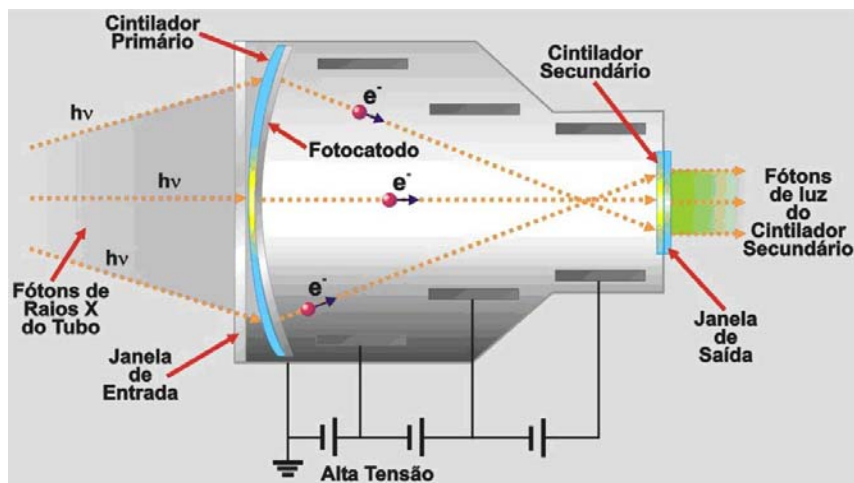


Figura 24 - Esquema do Intensificador de Imagens.

4.2.3 Sistemas Microtomográficos

4.2.3.1 Sistema Fein Focus

O sistema Fein Focus foi um dos dois sistemas utilizados para medidas de microtomografia. É provido de um sistema automático de movimentação de amostras com cinco graus de liberdade, que translada amostras nos eixos x , y e z e rotaciona nas direções x e z , como pode ser visto no esquema da Figura 25.

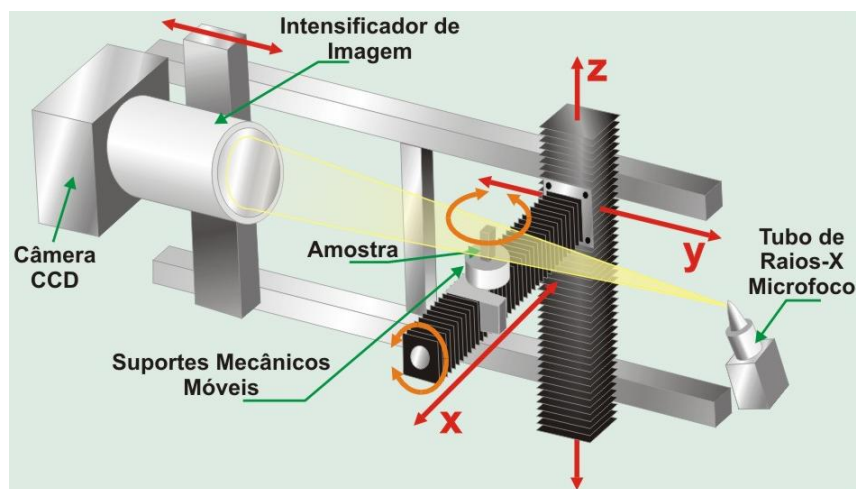


Figura 25 - Esquema do sistema Fein Focus (extraído de OLIVEIRA, 2002).

Seu tubo de raios X é um microfoco de feixe cônico com tamanho focal que pode variar de 10 a 160 μ m dependendo da potência aplicada, opera com tensão máxima de 160kV e corrente de 0,3 a 1,1mA. O detector é uma câmera CCD 16bit com tamanho de pixel de 0,143mm.

4.2.3.2 Sistema Skyscan

O sistema Skyscan, adotado para medidas de três amostras de arenito, foi o modelo 1072 que trabalha com um tubo de raios X microfoco de tensão e corrente máximas de 100kV e 100 μ A, respectivamente. A câmera CCD, modelo Hamamatsu c4742-55-12NRF. Na Figura 26 pode-se observar uma foto do modelo utilizado, e no detalhe da Figura 27, pode-se observar uma das amostras analisadas no interior do sistema de medidas.

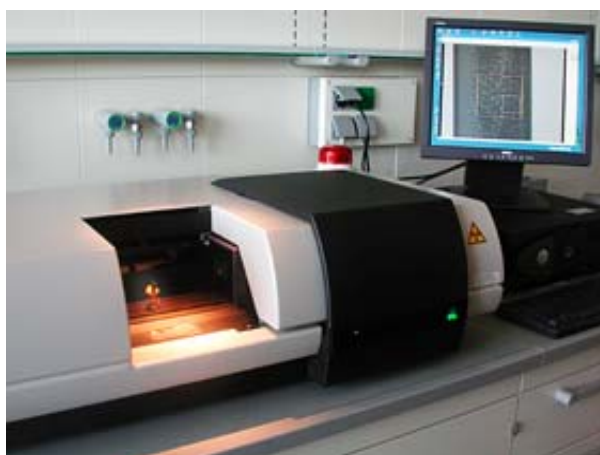


Figura 26 - Sistema Skyscan 1072.



Figura 27 - Detalhe de uma amostra analisada de arenito (AB19) na câmara de medidas do Skyscan 1072.

4.3 AMOSTRAS

4.3.1 Amostras Cerâmicas

Foram determinadas as porosidades totais de sete pastilhas sinterizadas de Alumina (Al_2O_3), e sete de Carbetto de Boro (B_4C), pela técnica de transmissão de raios gama. As amostras foram gentilmente cedidas pelo Laboratório de Materiais Nucleares do Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo – Centro Experimental Aramar.

As pastilhas de Alumina (Figura 28) têm espessuras de aproximadamente 9mm, variando de amostra para amostra e densidade de partícula estimada em $3,77\text{g/cm}^3$.



Figura 28 - Pastilhas sinterizadas de Alumina (Al_2O_3).

A Alumina tem alta resistência a ambientes corrosivos e grande durabilidade, e por isso, uma de suas aplicações é no uso como prótese óssea. Além disso, possui alta condutividade térmica com baixa dilatação e baixa compressibilidade, o que a torna ideal para revestir recipientes sujeitos a choques térmicos e altas temperaturas (até 1700°C), como em reatores nucleares.

As amostras de Carbetto de Boro (Figura 29) têm densidade de partícula estimada em $2,42\text{g/cm}^3$ e espessuras de aproximadamente 9,8mm.

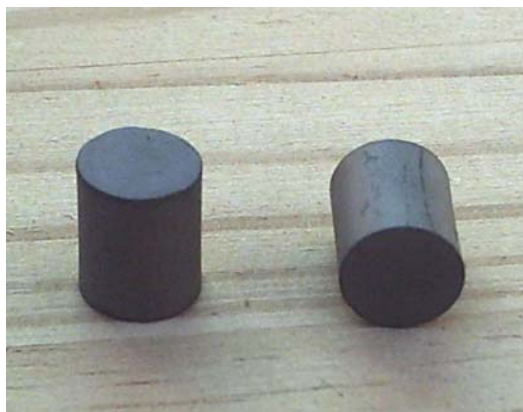


Figura 29 - Pastilhas sinterizadas Carbetto de Boro (B_4C).

O Carbetto de Boro é o terceiro material em grau de dureza conhecido, no entanto possui baixa densidade o que o torna um material leve. Uma de suas aplicações é na confecção de protetores balísticos. Em aplicações na área nuclear, por ser um bom absorvedor de nêutrons através da reação $B(n,\gamma)$, é usado em reatores para diminuir a densidade de nêutrons provenientes de reações nucleares.

4.3.2 Amostras de Arenito Basáltico

As amostras de arenito analisadas são da Formação Botucatu, localizada na Bacia do Paraná, cobrindo as regiões sul e central do Brasil, leste do Paraguai e nordeste da Argentina (SCHERER, 2000). O termo arenito vem do grego psamito: *psamos* que significa areia e o sufixo ito significa rocha.

As bacias sedimentares são depressões na costra terrestre para onde são direcionados e acumulados os detritos (sedimentos) de rochas mais antigas, substâncias químicas e matéria orgânica, de origem animal e vegetal. Devido ao acúmulo de sedimentos e ação da pressão e temperatura sobre a matéria orgânica depositada, exercida pelas camadas de rochas ao longo do tempo geológico (milhões de anos), ocorre a formação de petróleo, que fica depositado na fase porosa do arenito (<http://www.petrobras.com.br>, 22/10/2005).

Também conhecidas como rocha reservatório, as formações de arenito basáltico podem também atuar como grandes depósitos de água no subsolo.

O arenito Botucatu é constituído por grãos esféricos com tamanho variando

de fino a médio, e sua composição química é formada principalmente por cristais de quartzo e óxido de ferro (APPOLONI et al., 2005).

Três amostras do mesmo arenito tiveram sua microestrutura caracterizada pela metodologia de microtomografia de raios X, o sistema utilizado para a obtenção das imagens tomográficas destas foi o Skyscan 1072.

A amostra AB19 tem o formato de meia-lua com aproximadamente 43mm de raio e 4mm de espessura. A amostra AB11 foi cortada da amostra AB19, tem o formato de um paralelepípedo com 6x4x8 mm³. A amostra AB3.8 foi cortada da AB11 e tem um formato aproximadamente cilíndrico com diâmetro médio de 3mm por 5mm de altura. Na Figura 30 pode-se observar uma das amostras de arenito, e na Figura 31 uma seção 2D completa de cada uma das amostras analisadas.



Figura 30 - Amostra de Arenito Basáltico AB19.

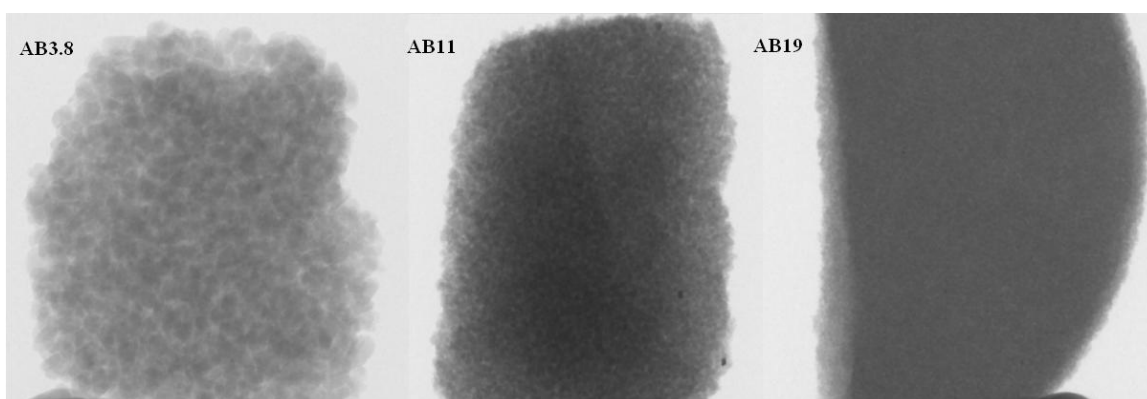


Figura 31 - Projeções das amostras de arenito.

4.3.3 Amostra de Titânio Poroso

A amostra de Titânio poroso analisada foi gentilmente cedida pelo Instituto Nacional de Tecnologia, INT/DPCM do Rio de Janeiro. É constituída de Ti puro de grau 2. O grau de pureza é uma escala de 1 a 4 que indica o teor máximo dos elementos químicos sendo formado por Titânio. No caso grau 2, a soma dos outros elementos constituintes é menor que 1% do total. A densidade de partícula do Ti de grau 2 é $4,51\text{g/cm}^3$.

A amostra tem um formato cilíndrico irregular com diâmetro variando de 7,44 a 7,96mm, com uma espessura de $10,01 \pm 0,06\text{mm}$. A Figura 32 apresenta a amostra de Titânio poroso.



Figura 32 - Amostra sinterizada de Titânio.

O titânio poroso tem aplicações na medicina e engenharia biomédica sendo adotado em implantes cirúrgicos para o controle de doenças ósseas como a osteoporose. É processado a partir da mistura de pó de Titânio com aglomerantes.

A superfície porosa é ideal para a fixação do material, pois o tecido cresce para dentro dos poros, dispensando o uso de parafusos e ligas colantes que são menos eficientes (OLIVEIRA et al., 2002). Na Figura 33 temos o implante do Ti em um tecido ósseo animal, e na Figura 34 pode se observar o avanço do osso na fase porosa da amostra.



Figura 33 - Implante do Ti em tecido ósseo (extraído de OLIVEIRA et al., 2004).

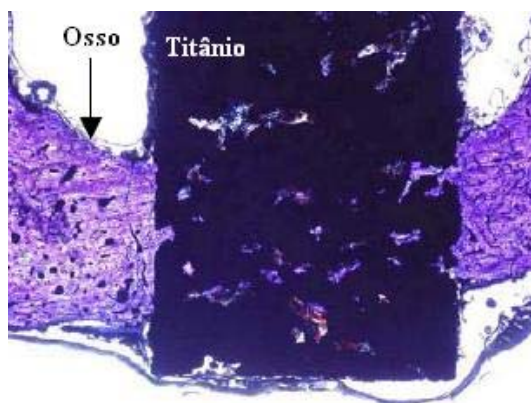


Figura 34 - Avanço do tecido ósseo no material titânico (extraído de OLIVEIRA et al., 2004).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA

Para todas as medidas de transmissão gama, a eletrônica (Figura 17) foi previamente estabilizada com tensão de 1150V no amplificador, sendo ligada no mínimo 24h antes de cada tomada de dados. Este procedimento garante a confiabilidade nos dados obtidos devido à estabilização da eletrônica da eletrônica.

O espectro de energia do ^{241}Am foi determinado com o software MCS-Plus e não mostrou alterações significativas no intervalo de tempo que duraram as medidas. Isto mostra a boa estabilização e alinhamento do sistema de medidas.

5.1.1 Coeficiente de Atenuação Linear da Água

A determinação do coeficiente de atenuação linear da água (μ_w) foi realizada para a validação do sistema de transmissão de raios gama.

O μ_w foi determinado com o auxílio da equação (9). Foi usada uma caixa de acrílico de 10x10x5cm (o caminho interno atravessado pelo feixe (x) é de 4,42cm) e nesta foram adotados 12 pontos aleatórios para se realizarem as medidas. As transmissões foram efetuadas na caixa vazia para determinação do feixe inicial (I_0), desta maneira considera-se descontada a atenuação no acrílico, e na caixa com água para se obter a intensidade de radiação atenuada (I), em cada um dos 12 pontos. O tempo de medidas foi de 60s para as medidas com caixa vazia e com água.

Na Tabela 1 são apresentados os valores de μ_w obtidos experimentalmente e na literatura. A boa concordância entre os dados revela a validação das medidas de transmissão gama efetuadas neste trabalho.

Tabela 1 - Comparação dos valores de μ_w para validação da técnica de transmissão de raios gama para a energia de 59,53keV do ^{241}Am .

	FERRAZ, (1974)	POTTKER (2000)	ROCHA (2005)	WinXCOM	Presente Trabalho
$\mu_w \text{ (cm}^{-1}\text{)}$	0,200±0,002	0,1971±0,0005	0,203±0,002	0,207	0,2005±0,0003

5.1.2 Porosidade Total

A porosidade total das amostras foi calculada a partir da equação (14) que utiliza o coeficiente de atenuação linear de partícula do material formador da amostra e o coeficiente de atenuação linear da amostra porosa, determinado pelas medidas de transmissão através da equação (9). As espessuras das amostras foram medidas com um paquímetro digital

5.1.2.1 Pastilhas de Al_2O_3 e B_4C

Com as composições químicas das amostras de Alumina (Al_2O_3) e de Carbetto de Boro (B_4C), os valores dos coeficientes de atenuação de massa foram determinados com o software WinXCOM. Como os valores das densidades de partícula não eram conhecidos, os valores dos coeficientes de atenuação linear de partícula desses materiais não puderam ser determinados através da equação (10).

O doador das amostras (LABMAT-ARAMAR) forneceu os valores das porosidades totais das vinte pastilhas, determinadas através de metodologias convencionais. Para determinação das porosidades o LABMAT utilizou um dispositivo para obtenção de densidade de sólidos ME210250 e uma balança Mettler-Toledo AX205.

Através dos dados de transmissão gama de três pastilhas de cada material, a densidade de partícula de cada um foi estimada variando-se a densidade do material na equação (10), lembrando que o valor do coeficiente de atenuação de massa (μ) foi determinado com o WinXCOM. Alternando os valores de densidade, os valores do coeficiente de atenuação linear (μ') também se alternavam, até atingir um valor de

porosidade, que quando submetido à equação (14), concordasse com o valor fornecido.

As três amostras de cada material adotadas para a determinação da densidade de partícula foram as nº 4, 7 e 9 de Alumina, e nº 2, 5 e 7 de Carbetto de Boro. As amostras foram escolhidas aleatoriamente.

Devido aos pequenos diâmetros das pastilhas sinterizadas de Alumina e Carbetto de Boro (< 9mm), o número de pontos de medidas tomados aleatoriamente variaram de 8 a 12, para que não houvesse repetição de medidas, levando em conta também que o diâmetro do feixe é de 2mm (PÖTTKER, 2000). Apenas para a amostra nº 3 de B_4C foram medidos 4 pontos, por causa de perda acidental de dados.

O tempo de medida por ponto foi de 240s, que resultou em intensidades na amostra da ordem de 90000 cont/s para a Alumina e 140000 cont/s para o Carbetto de Boro.

Com a transmissão de raios gama pode-se também verificar a porosidade local ponto¹ a ponto da amostra, mostrando a homogeneidade ou não da distribuição de poros de cada amostra, para o sistema de medidas adotado, como se pode observar nos gráficos de distribuição de porosidade *versus* posição (ponto de medida), para três amostras de cada material, nas Figuras 35 a 40.

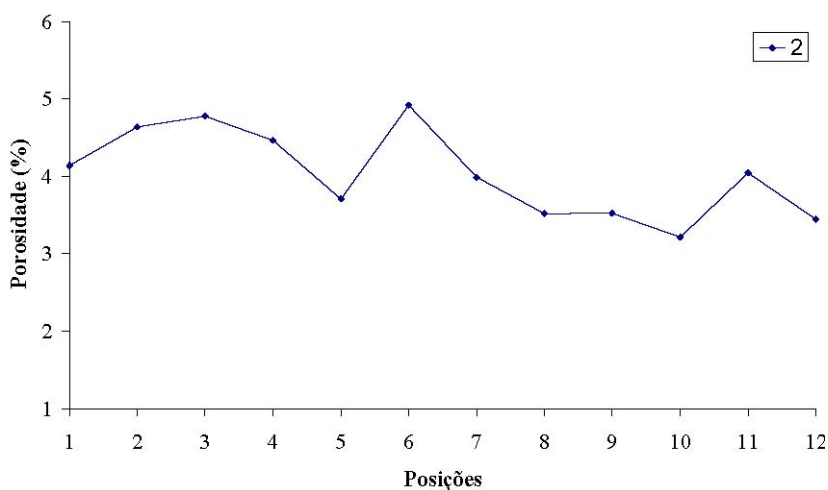


Figura 35 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra nº 2 de Al_2O_3 .

¹ No caso das medidas de transmissão, o “ponto” de medida na verdade é o valor médio da medida num cilindro de diâmetro igual ao do colimador do feixe e comprimento igual à espessura da amostra.

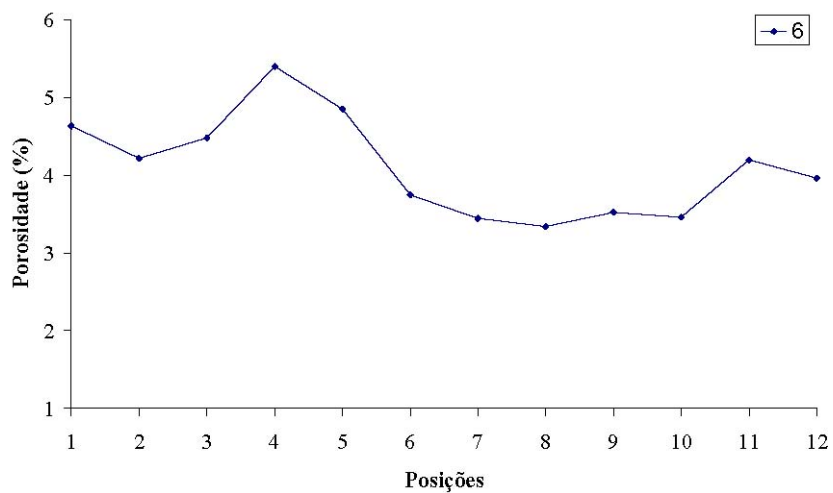


Figura 36 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra nº 6 de Al_2O_3 .

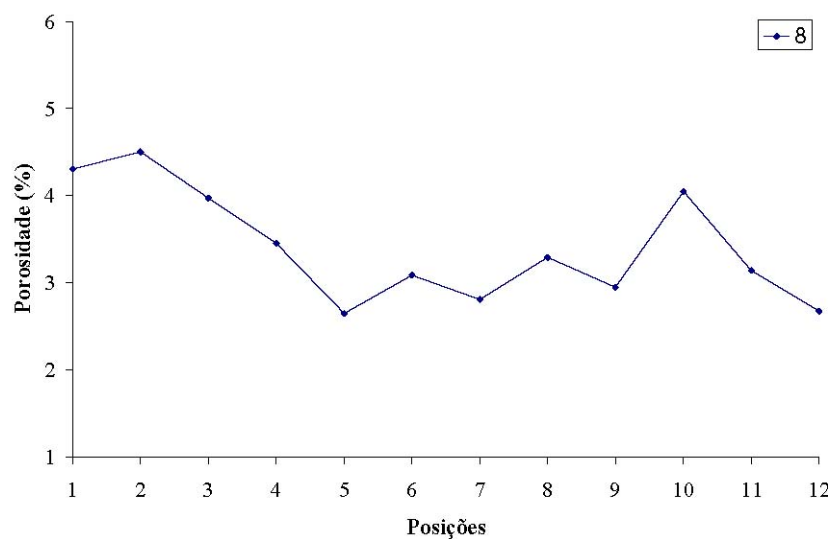


Figura 37 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra nº 8 de Al_2O_3 .

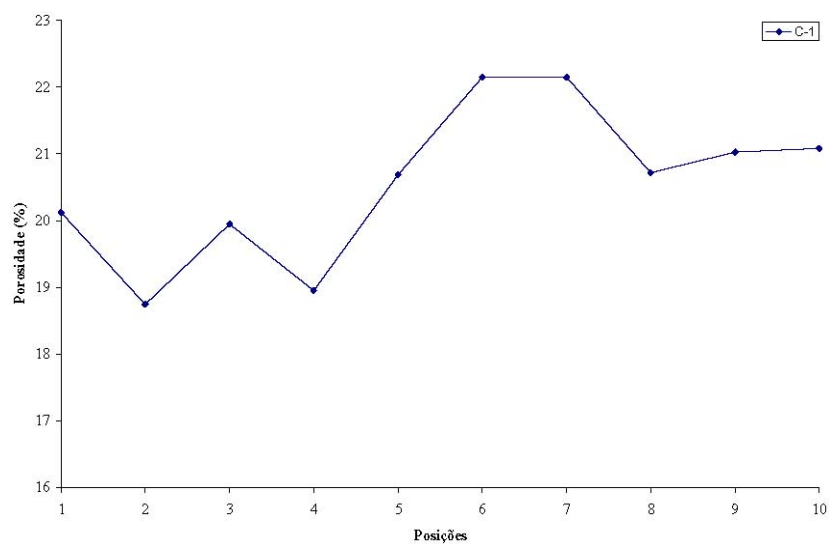


Figura 38 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra nº 1 de B_4C .

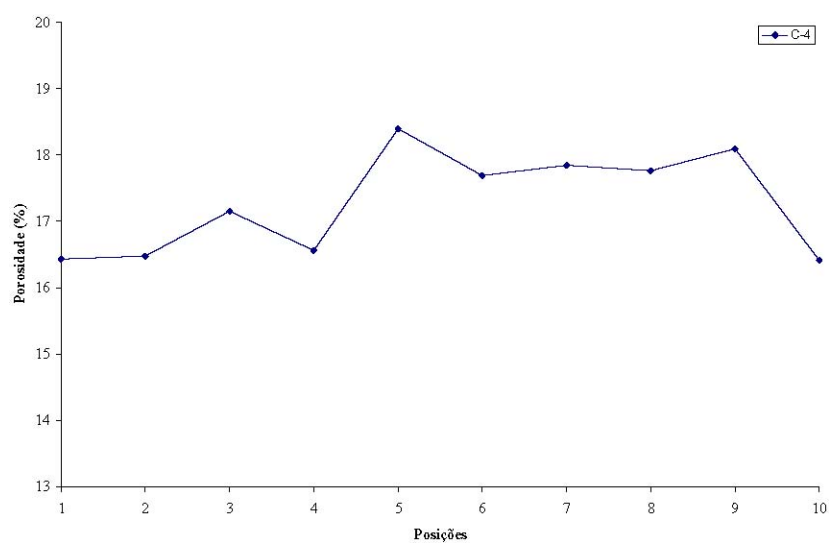


Figura 39 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra nº 4 de B_4C .

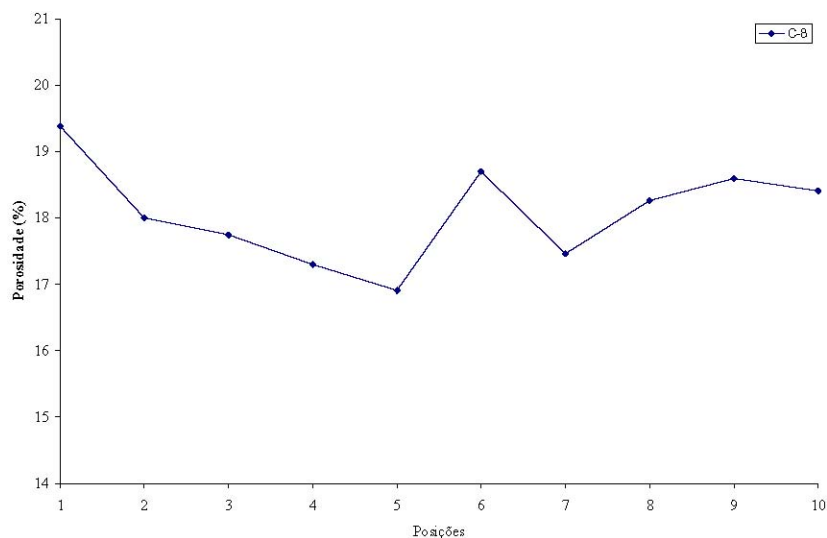


Figura 40 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra nº 8 de B_4C .

Os gráficos acima mostram a homogeneidade das amostras de Al_2O_3 e B_4C , para o sistema de medidas adotado (aparato de transmissão gama com feixe de 2mm de diâmetro) em relação à distribuição porosa. As porosidades das pastilhas de Alumina tiveram uma variação de até 2%, enquanto que as pastilhas de Carbetto de Boro apresentaram uma variação máxima de 4%.

As Tabelas 2 e 3 apresentam os valores das porosidades totais das pastilhas determinadas pela transmissão de raios gama, juntamente com os desvios e com os valores do LABMAT. A Tabela 4 apresenta os valores médios dos valores de porosidade determinados para as sete pastilhas de cada material juntamente com o valor médio do LABMAT e os desvios.

A Tabela 5 apresenta os intervalos com 95% de confiança para os dados fornecidos pelo LABMAT e dos dados determinados pela técnica de transmissão de raios gama. Nota-se que os intervalos dos dados determinados pela transmissão gama são menores que os fornecidos.

Tabela 2 - Porosidades totais das pastilhas de Al_2O_3 .

Al_2O_3 Amostra	Porosidade (%) Transmissão	Desvio Padrão		Porosidade (%) LABMAT	Diferença Percentual
		Gama	Desvio 95% conf. (1,943 σ)		
1	3,68	0,16	0,28	4,17	-11,74
2	4,03	0,16	0,29	4,11	-1,94
3	4,59	0,17	0,32	4,08	12,42
4*	4,00*	-	-	4,1*	-
5	3,22	0,12	0,22	3,83	-15,85
6	4,10	0,19	0,34	3,95	3,89
7*	3,91*	-	-	3,9*	-
8	3,41	0,19	0,34	4,14	-17,73
9*	4,52*	-	-	4,53*	-
10	4,05	0,16	0,28	3,61	12,08

*Valores usados para determinação da densidade de partícula.

Tabela 3 - Porosidades totais das pastilhas de B_4C .

B_4C Amostra	Porosidade (%) Transmissão	Desvio Padrão		Porosidade (%) LABMAT	Diferença Percentual
		Gama	Desvio 95% conf. (1,943 σ)		
1	20,56	0,37	0,67	19,7	4,36
2*	18,28*	-	-	18,29*	-
3	17,34	0,19	0,44	18,36	-5,54
4	17,28	0,24	0,44	16,71	3,42
5*	18,45*	-	-	18,47*	-
6	16,37	0,62	1,15	17,97	-8,92
7*	16,47*	-	-	16,47*	-
8	18,08	0,23	0,43	18,71	-3,38
9	18,22	0,25	0,45	18,31	-0,51
10	16,93	0,64	1,17	18,4	-8,01

*Valores usados para determinação da densidade de partícula.

Tabela 4 - Valor da porosidade média das pastilhas de Al_2O_3 e B_4C .

Al_2O_3	Porosidade média (%)	Desvio Padrão	Desvio 95% (1,943 σ)
Transmissão Gama	3,78	0,12	0,24
LABMAT	4,04	0,24	-
Diferença Percentual	-6,32	-	-
B_4C			
Transmissão Gama	17,99	0,35	0,68
LABMAT	18,14	0,94	-
Diferença Percentual	-0,82	-	-

Tabela 5 - Intervalo com 95% de confiança para os dados de porosidade.

Al₂O₃ Intervalo de Confiança para Porosidade (%)		
Amostra	Valores Medidos	Valores LABMAT
1	3,40 – 3,96	3,93 – 4,41
2	3,74 – 4,33	4,11 – 4,11
3	4,27 – 4,90	4,08 – 4,08
5	3,00 – 3,45	3,59 – 4,07
6	3,77 – 4,44	3,95 – 4,19
8	3,07 – 3,74	3,90 – 4,38
10	3,77 – 4,33	3,37 – 3,85
Valor Médio	3,54 – 4,02	3,80 – 4,28
B₄C Intervalo de Confiança para Porosidade (%)		
Amostra	Valores Medidos	Valores LABMAT
1	19,89 – 21,23	18,76 – 20,64
3	16,90 – 17,18	17,42 – 19,30
4	16,84 – 17,72	15,77 – 17,65
6	15,22 – 17,51	17,03 – 18,91
8	17,65 – 18,51	17,77 – 19,65
9	17,76 – 18,67	17,37 – 19,25
10	15,76 – 18,10	17,46 – 19,34
Valor Médio	17,30 – 18,68	17,20 – 19,08

5.1.2.2 Amostra de Titânio Poroso

A amostra de Titânio poroso tinha as propriedades físicas necessárias conhecidas para a determinação da porosidade total, densidade de partícula ($4,51 \text{ g/cm}^3$) e espessura. De posse de sua composição química, seu coeficiente de atenuação de massa (μ) foi determinado com o software WinXCOM. Com a equação (10) os coeficientes de atenuação linear de partícula do Ti e da amostra porosa, obtida pelos dados de transmissão (equação (9)), foram determinados. Assim, com a equação (14) a porosidade total da amostra foi obtida.

Foram medidos 22 pontos na amostra de Ti. O tempo de medida por ponto foi de 240s que resultou em intensidades na amostra da ordem de 180000cont/s a 320000cont/s. Na Figura 41 pode-se observar a distribuição da porosidade ponto a ponto de medida na amostra.

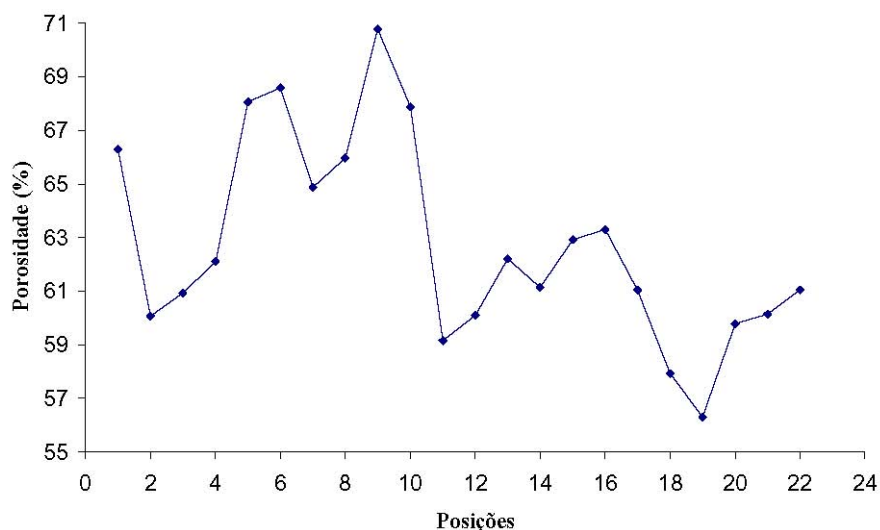


Figura 41 - Distribuição da porosidade ponto a ponto na amostra de Ti.

A maior porosidade pontual encontrada foi de 70,78%, e a menor de 56,30%. A porosidade total determinada para a amostra de Titânio poroso foi de $\phi=62,76 \pm 1,39\%$ (95% de confiança). A Figura 41 mostra o quão heterogênea é a amostra de Ti em relação à distribuição da porosidade, para o sistema de medidas adotado (resolução do feixe gama de 2mm de diâmetro), que apresentou uma variação de 14,48%.

5.2 MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X

5.2.1 Amostra de Titânio Poroso

A amostra de Titânio teve sua caracterização estrutural determinada pelas duas metodologias. Suas imagens tomográficas foram obtidas com o sistema Fein Focus com tensão aplicada no tubo de 55kV e corrente de 0,24mA. As distâncias fonte-objeto e objeto-detector foram, respectivamente, 135mm e 990mm, que resultaram na resolução espacial de imagem de 17 μ m. Foram realizadas 600 projeções da amostra inteira, a partir das quais foram reconstruídas 508 seções 2D. Destas, 166 seções foram selecionadas para análise.

Todas as imagens foram analisadas com o software IMAGO, que também caracterizou as porosidades totais, distribuição de tamanho de poro e função de auto

correlação.

Na Figura 42 a seguir pode-se observar duas seções 2D, em tons de cinza, geradas pelo sistema microtomográfico Fein Focus. As regiões claras correspondem à matriz do material e as escuras à fase porosa.

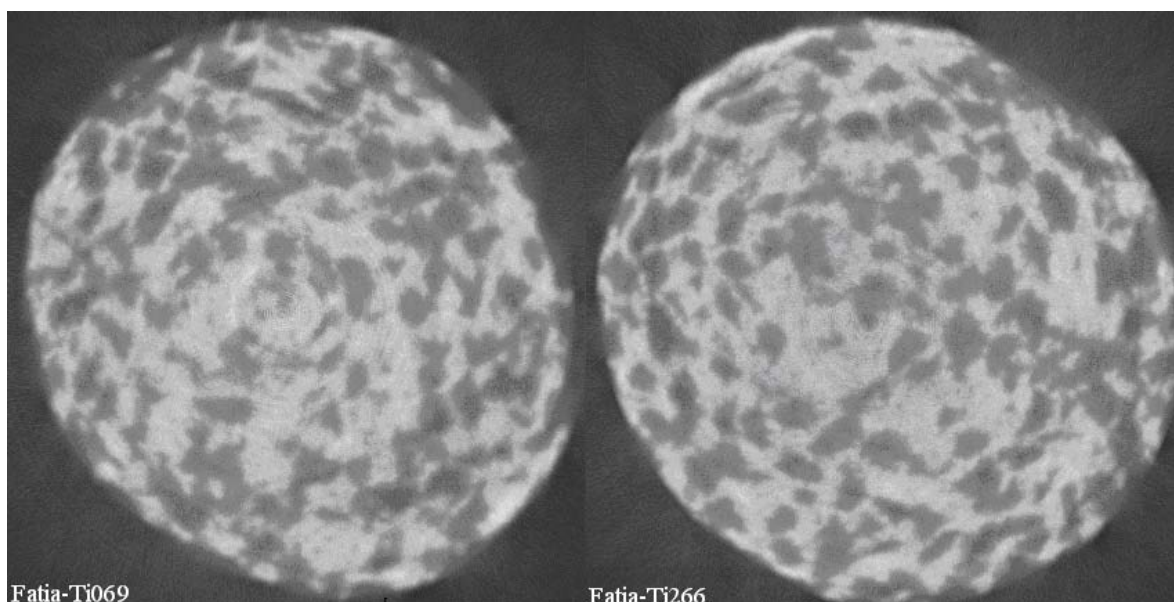


Figura 42 - Imagem em tons de cinza das fatias 069 e 266 da amostra de Ti.

A Figura 43 apresenta a fatia 507, que está próxima a uma das extremidades da amostra, nota-se uma grande área escura. Nesta região constatou-se que uma má formação da amostra na sua fase de produção gerou o defeito. A Figura 43 apresenta ainda a foto da amostra de Ti para uma constatação visual do defeito captado pela seção 2D e esta figura mostra a capacidade da técnica de microtomografia de raios X de se caracterizar possíveis defeitos ou más formações na estrutura superficial ou interna de amostras.

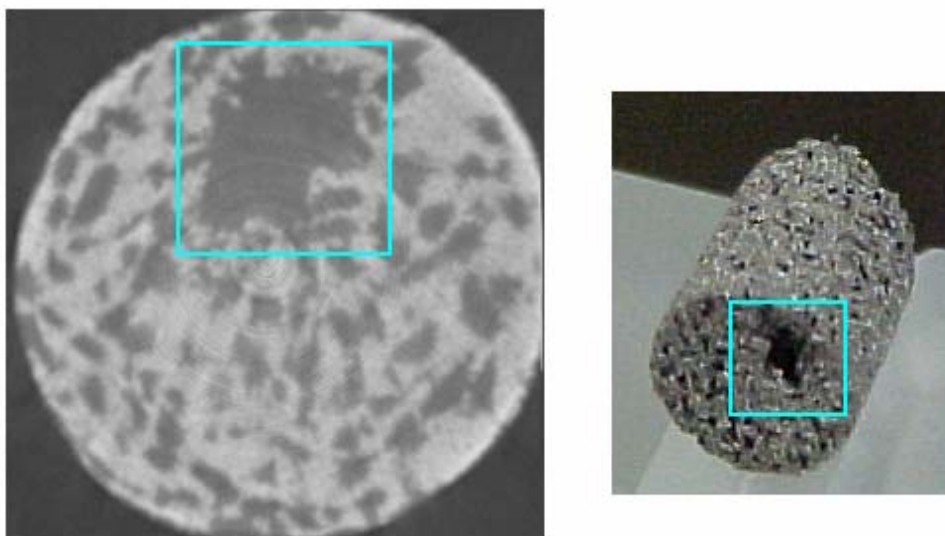


Figura 43 - Constatação de um defeito na amostra de Ti.

5.2.1.1 Processo de Binarização

Para a caracterização microestrutural da amostra a partir das seções 2D microtomográficas, um pré-processamento das imagens tem que ser realizado. No processo de binarização, a imagem inicialmente em tons de cinza, passa a ter um caráter binário, sendo constituída apenas por pixels brancos e pretos.

A seção 2D não pode ter a sua área total binarizada, pois a região referente à amostra não ocupa todo o espaço dentro dos limites da fatia, sendo assim, uma região de interesse tem que ser pré-selecionada. Com software IMAGO faz-se a seleção da região a ser binarizada, o programa permite apenas a seleção em formato retangular. A Figura 44 apresenta regiões selecionadas de duas seções para a binarização.

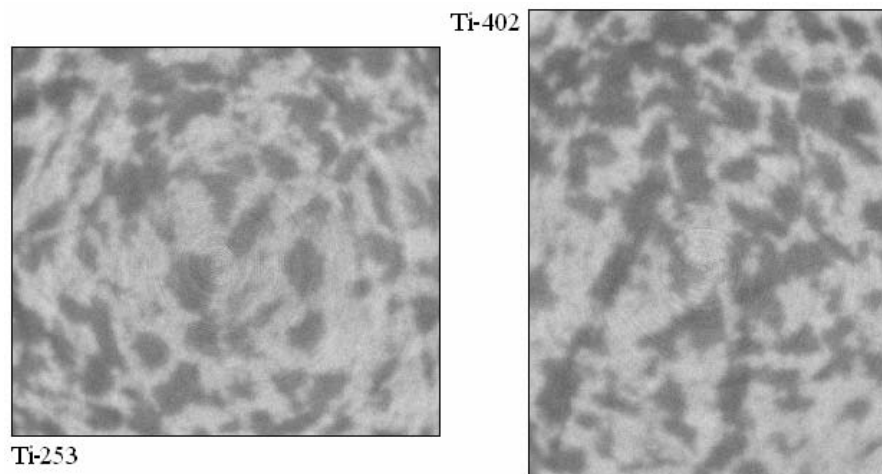


Figura 44 - Exemplo de seleção de região de imagens no processo de binarização.

Neste processo foi usado o recurso de “operação aritmética”. Visando reforçar os tons de cinza escuros e aumentar o contraste para facilitar a binarização, foi realizada uma cópia de cada imagem selecionada para que se pudesse aplicar a operação “subtração”. Esta operação sobrepõe duas imagens A e B, o que é preto na imagem A ou preto na Imagem B permanece na imagem resultante, como pode ser observado na Figura 45, que mostra o resultado da operação para as mesmas imagens da Figura 44.

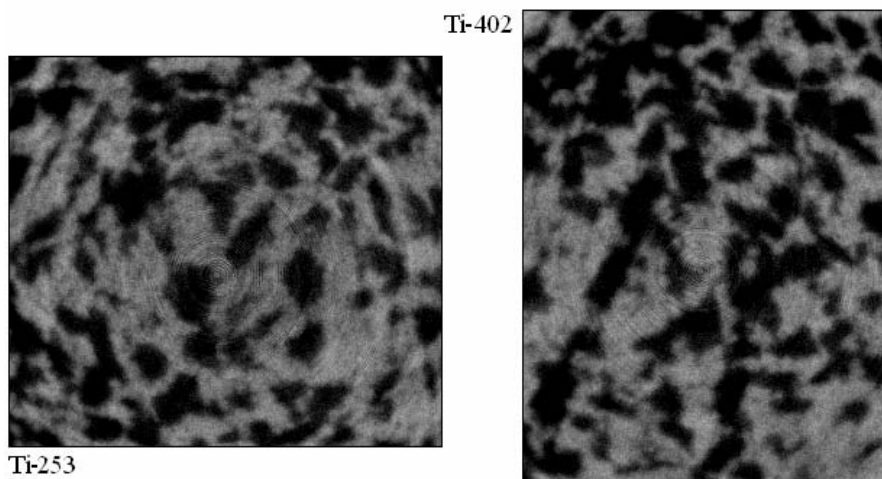


Figura 45 - Aplicação da operação de subtração de imagens.

Para concretizar o processo de binarização um “limiar” em um histograma de tons de cinza deve ser escolhido. Este limite define até que tom de cinza um pixel deverá ser considerado branco ou preto na imagem binarizada resultante.

Geralmente o limiar escolhido deve ser o mesmo para todas as seções 2D analisadas, mas no caso da amostra de Titânio, que possui uma estrutura porosa bastante heterogênea, os limiares foram escolhidos por pacote de imagens.

O IMAGO sugere um limiar a ser aplicado (seta vermelha no gráfico de tons de cinza da Figura 46), mas a aceitação da sugestão deve ser uma decisão do operador do software. Os limiares sugeridos pelo programa variaram de 49 a 81, e os escolhidos de 77 a 92. Neste processo as imagens foram também invertidas, ou seja, o que era preto tornou-se branco e vice-versa.

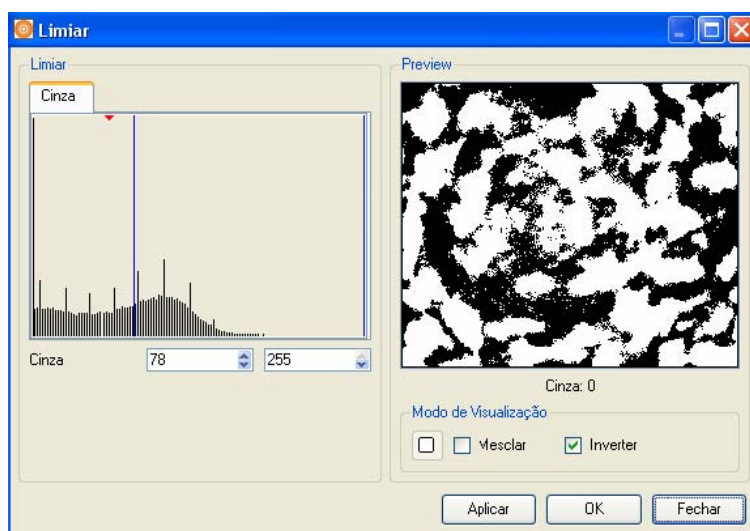


Figura 46 - Processo de binarização.

A Figura 47 apresenta algumas imagens binarizadas.

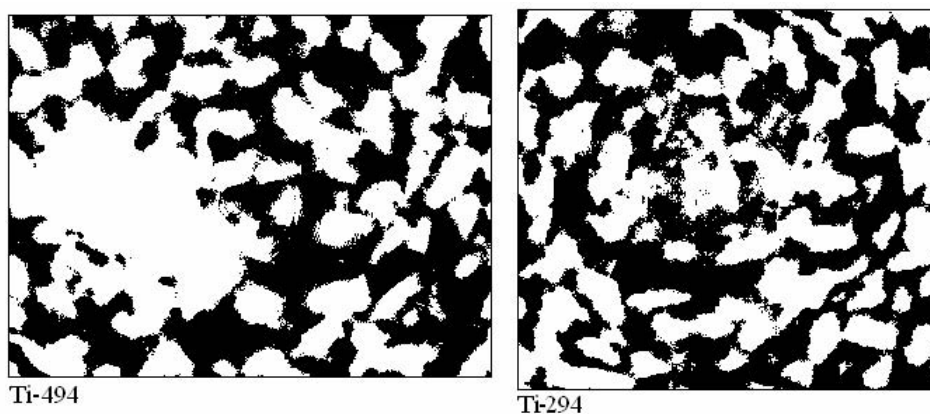


Figura 47. Imagens binarizadas da amostra de Ti.

5.2.1.2 Caracterização Microestrutural

Com as imagens binarizadas o IMAGO determina as porosidades, distribuições de tamanho de poro e funções de auto correlação para cada imagem. Os valores médios são calculados a partir da média dos parâmetros de cada uma das 166 imagens binarizadas. A porosidade total média determinada foi de $\varphi = 53,49 \pm 0,98\%$ (95% de confiança). A Figura 48 apresenta a distribuição de tamanho de poro média num gráfico de frequência de ocorrência (%) *versus* raio de poro (μm). Na Figura 49 pode-se observar a função de auto correlação média, onde este gráfico informa o grau de correlação entre dois pixels da imagem em função da distância entre eles, e também é a informação necessária para a reconstrução de um modelo 3D da amostra.

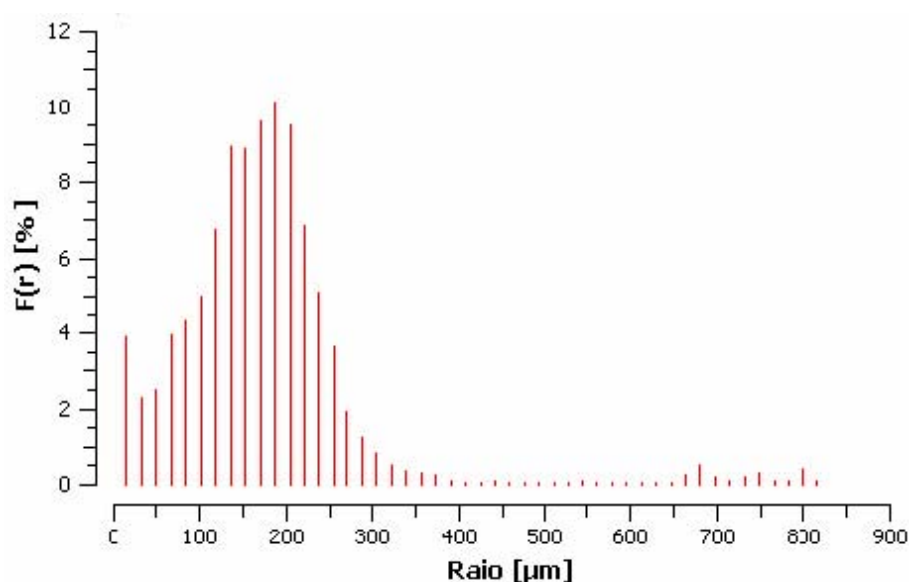


Figura 48 - Distribuição de tamanho de poro média para a amostra de Titânio.

Como se pode observar na Figura 48, a distribuição média de tamanho de poros indica que aproximadamente 64% da fase porosa se refere a poros com raios de 120 a 235 μm . Nota-se também que poros com até 16 μm de raio (resolução espacial) aparecem com aproximadamente 4% de frequência.

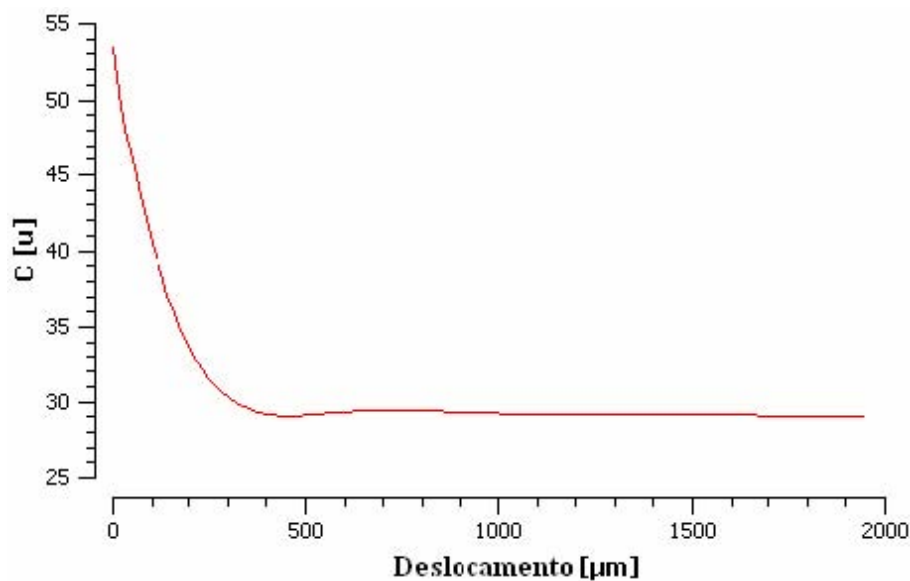


Figura 49 - Função de auto correlação para a amostra de Titânio poroso.

Com a função de auto correlação apresentada na Figura 49, foi possível fazer a reconstrução de um modelo 3D para a mostra de Ti. Esta reconstrução mostra a capacidade do programa de prover um modelo matemático da amostra em questão para simulações computacionais. O método de reconstrução adotado foi o da Gaussiana Truncada com fator de amplificação 2 que gerou um modelo 3D com tamanho de voxel de $34\mu\text{m}$ e 100^3 voxels. A unidade de medida de uma imagem 3D é chamada de “voxel”. O fator de amplificação 2 significa que a resolução do pixel é duas vezes a resolução espacial.

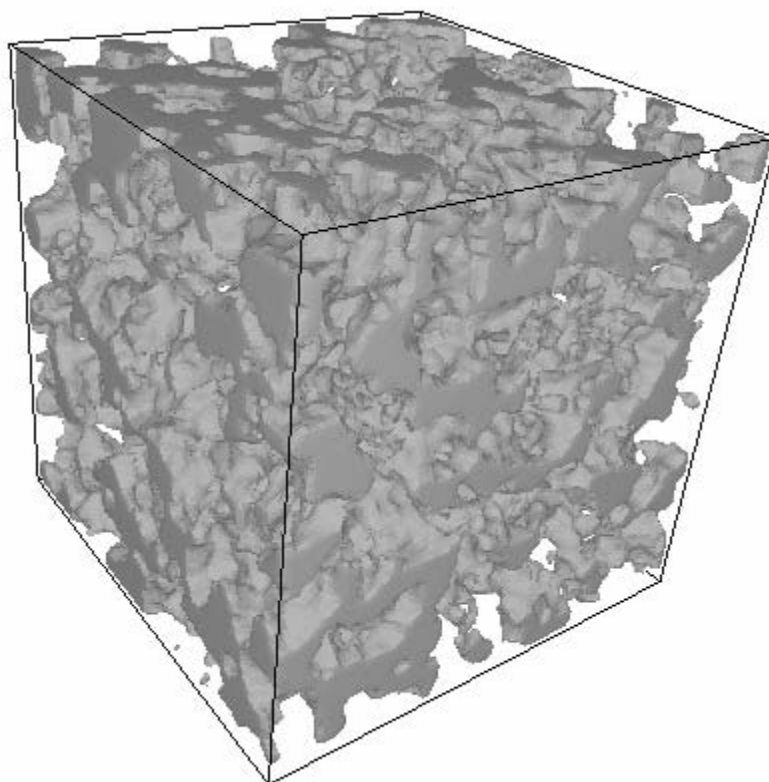


Figura 50 - Modelo 3D da amostra de Titânio poroso.

A porosidade calculada para o modelo apresentado na Figura 50 da amostra de Ti foi de $\phi = 53,46\%$. Na Figura 51 pode-se observar a comparação das funções de auto correlação média das seções 2D com a do modelo 3D. Estes dados mostram a fidelidade da reconstrução 3D em relação à amostra, validando-a para possíveis simulações futuras.

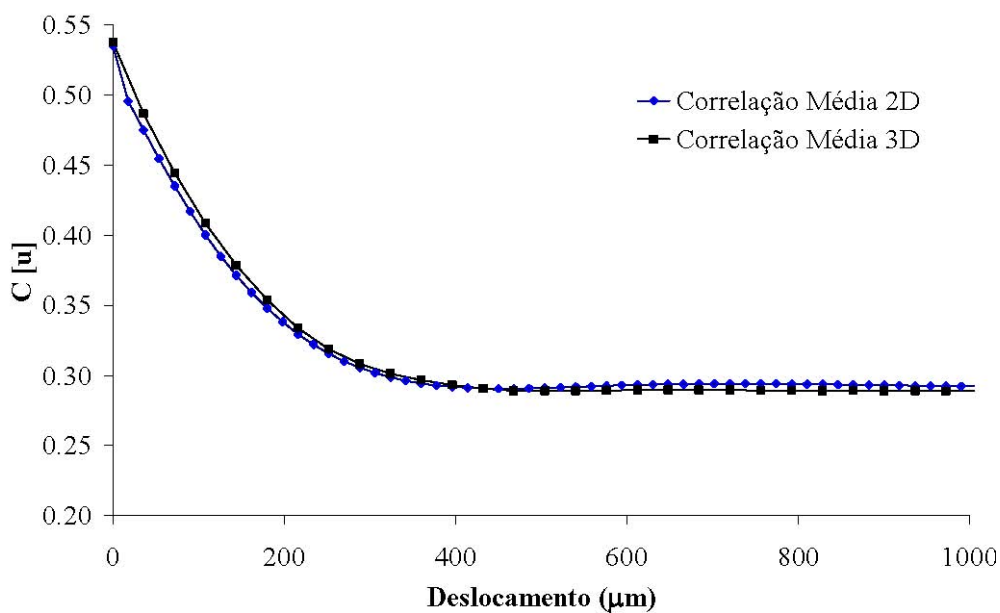


Figura 51 - Comparação das funções de auto correlação das seções 2D da amostra de Ti com a do modelo 3D reconstruído com fator de amplificação 2.

A reconstrução 3D da amostra de Ti foi realizada para mostrar mais uma aplicação que o software Imago permite, modelagens tridimensionais que podem ser adotadas para simulações computacionais.

5.2.2 Amostras de Arenito (Amostra AB19)

As três amostras de arenito basáltico tiveram as suas medidas de microtomografia realizadas sob diferentes condições no sistema Skyscan 1072.

Para a amostra AB19 foi adotado o uso de um filtro de Alumínio na saída do tubo de raios X com tensão aplicada de 100kV, a resolução de imagem foi de $\approx 19\mu\text{m}$. A amostra AB11 foi analisada com filtro de Alumínio em duas etapas, uma com tensão no tubo de 60kV, e outra com 100kV, para ambas a resolução foi de $\approx 11\mu\text{m}$. E por fim, a amostra AB3.8 também foi analisada para duas tensões, 60kV com filtro de Alumínio na saída do tubo e 100kV sem filtro. A resolução de imagem obtida da amostra AB3.8 foi de $3,8\mu\text{m}$. O filtro de Al adotado nas medidas tem 1mm de espessura.

A análise e caracterização microestrutural das amostras foram feitas com o software IMAGO.

Para a tomografia da amostra AB19 a tensão aplicada no tubo foi de 100kV e corrente de 0,098mA. A resolução espacial alcançada foi de $19,11\mu\text{m}$, e as projeções foram realizadas com tempo de exposição de 1,9ms em passos de $0,9^\circ$, com rotação total de 180° . Foram analisadas 115 seções 2D.

A Figura 52 apresenta duas seções da amostra AB19. Nas imagens obtidas pelo sistema Skyscan, diferentemente do sistema Fein Focus, as regiões mais claras são referentes à fase porosa e as escuras à matriz da rocha. Neste processo de binarização não foi necessária a inversão de cores.

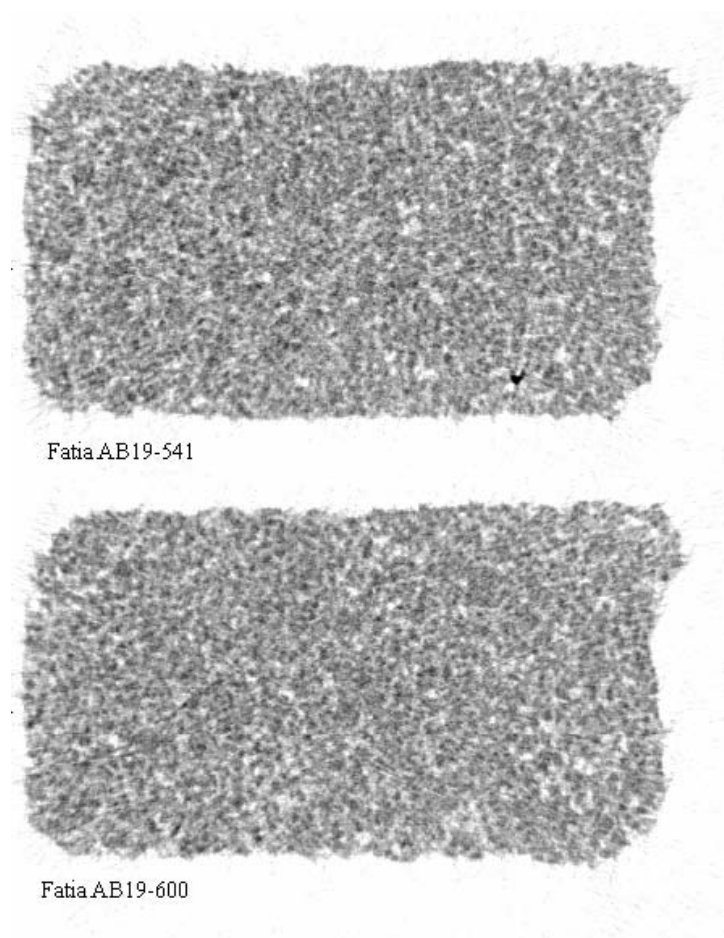
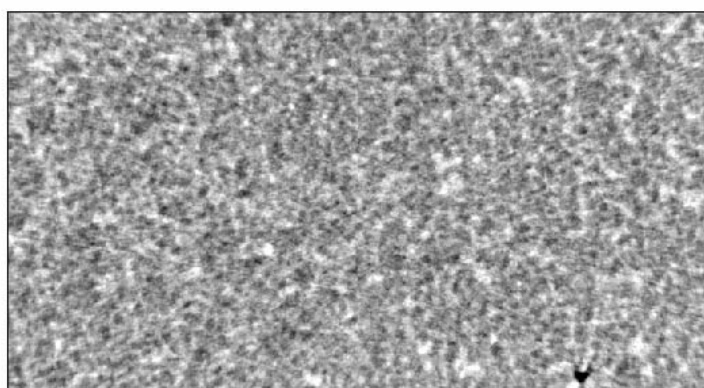


Figura 52 - Fatias 541 e 600 da amostra AB19.

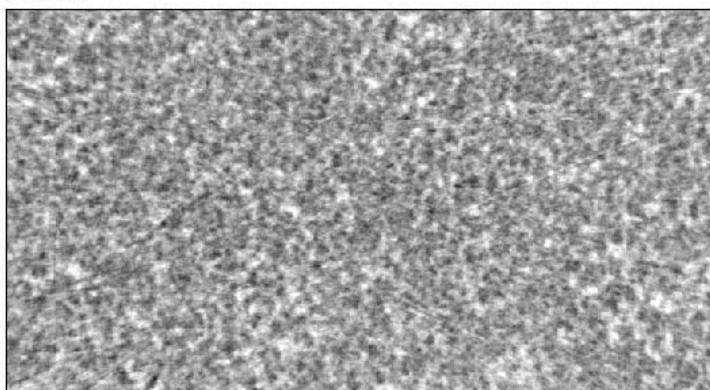
Observando as imagens acima nota-se que, para a resolução de $19\mu\text{m}$, o discernimento entre fase porosa e matriz fica amplamente prejudicado. No processo de binarização a dificuldade de definição de um limiar adequado aumenta.

5.2.2.1 Processo de Binarização

A Figura 53 apresenta as regiões selecionadas das fatias 541 e 600 da amostra AB19 para a binarização.



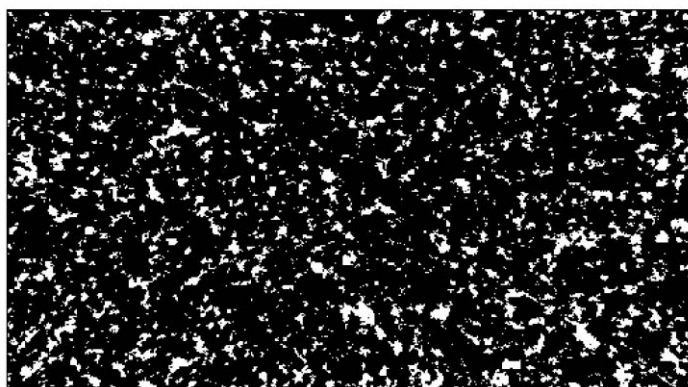
AB19-541



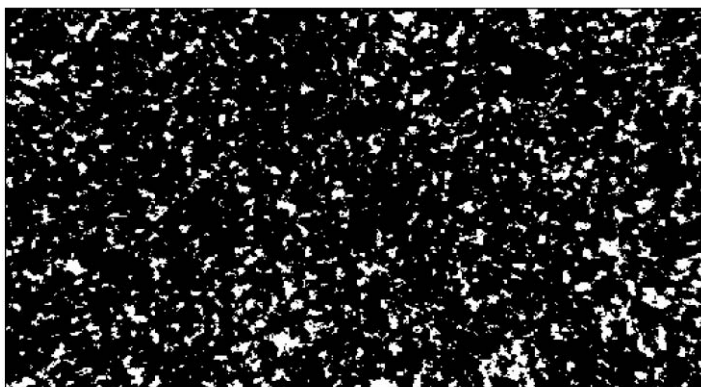
AB19-600

Figura 53 - Exemplo de seleção de áreas para binarização da amostra AB19.

Para a binarização das imagens obtidas pelo sistema Skyscan não foi necessária a aplicação de nenhum tipo de operação ou inversão de imagens. O limiar escolhido foi 196, o mesmo aplicado em todo o projeto, o sugerido pelo software foi 160. A Figura 54 apresenta as imagens selecionadas na versão binarizada.



AB19-541



AB19-600

Figura 54 - Imagens binarizadas da amostra AB19.

5.2.2.2 Caracterização Microestrutural

A porosidade total média determinada foi de $\phi = 13,14 \pm 0,06\%$ (95% de confiança). A Figura 55 apresenta a distribuição de tamanho de poro média, e a Figura 56 a função de auto correlação média.

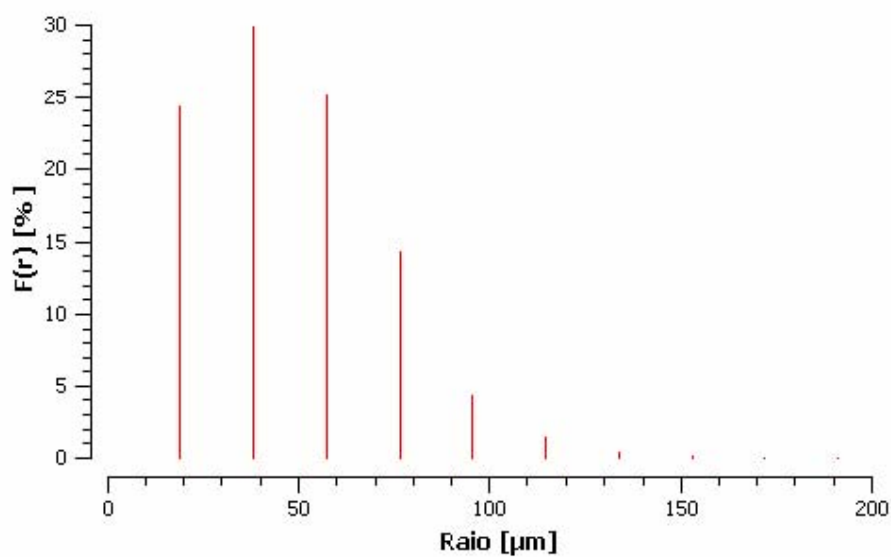


Figura 55 - Distribuição de tamanho de poro média para a amostra AB19.

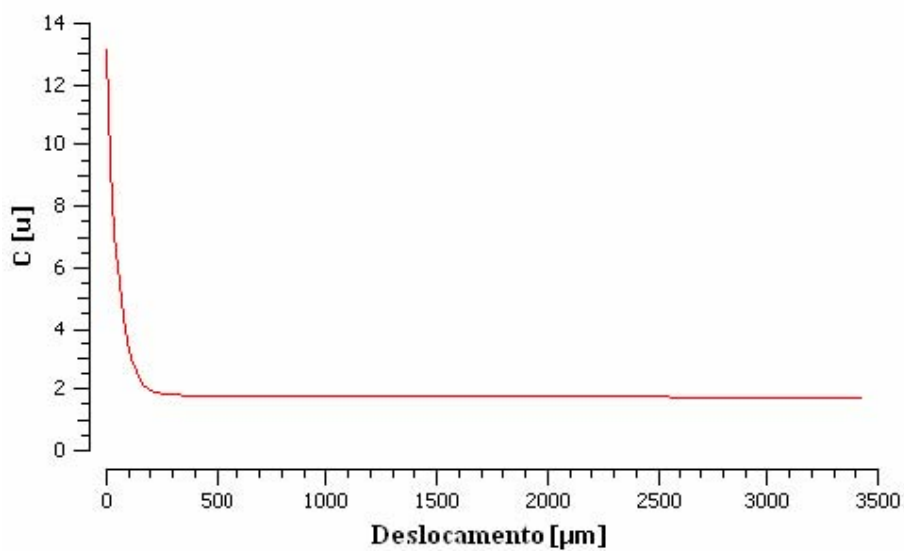


Figura 56 - Função de auto correlação para a amostra AB19.

A Figura 55 mostra que poros com raio entre 0 e 19 μm (resolução espacial) constituem 24,5% da amostra, ou seja, praticamente um quarto da amostra não teve uma boa quantificação dos dados de distribuição de tamanho de poros. Este fato mostra a necessidade de uma melhor resolução de imagem para melhor quantificação dos dados.

5.2.3 Amostra AB11

A amostra AB11 teve suas imagens tomográficas obtidas para duas tensões diferentes aplicadas no tubo, porém ambas medidas com filtro de Al e resolução de imagem de $10,85\mu\text{m}$. As projeções foram realizadas com tempo de exposição $1,9\text{ms}$ em passos de $0,45^\circ$, com rotação total de 180° . Foram analisadas 115 seções 2D para as medidas com tensão aplicada no tubo de 60kV e 106 para 100kV .

A amostra denotada por AB1160 refere-se à medida de $11\mu\text{m}$ de resolução de imagem com tensão no tubo de 60kV e $0,165\text{mA}$ de corrente, e a AB111000 refere-se à medida com mesma resolução porém com tensão aplicada no tubo de 100kV e corrente de $0,0985\text{mA}$. Na Figura 57 pode-se observar duas fatias da amostra de rocha obtidas com tensão no tubo de 60kV (AB1160) e duas fatias obtidas com tensão de 100kV (AB11100).

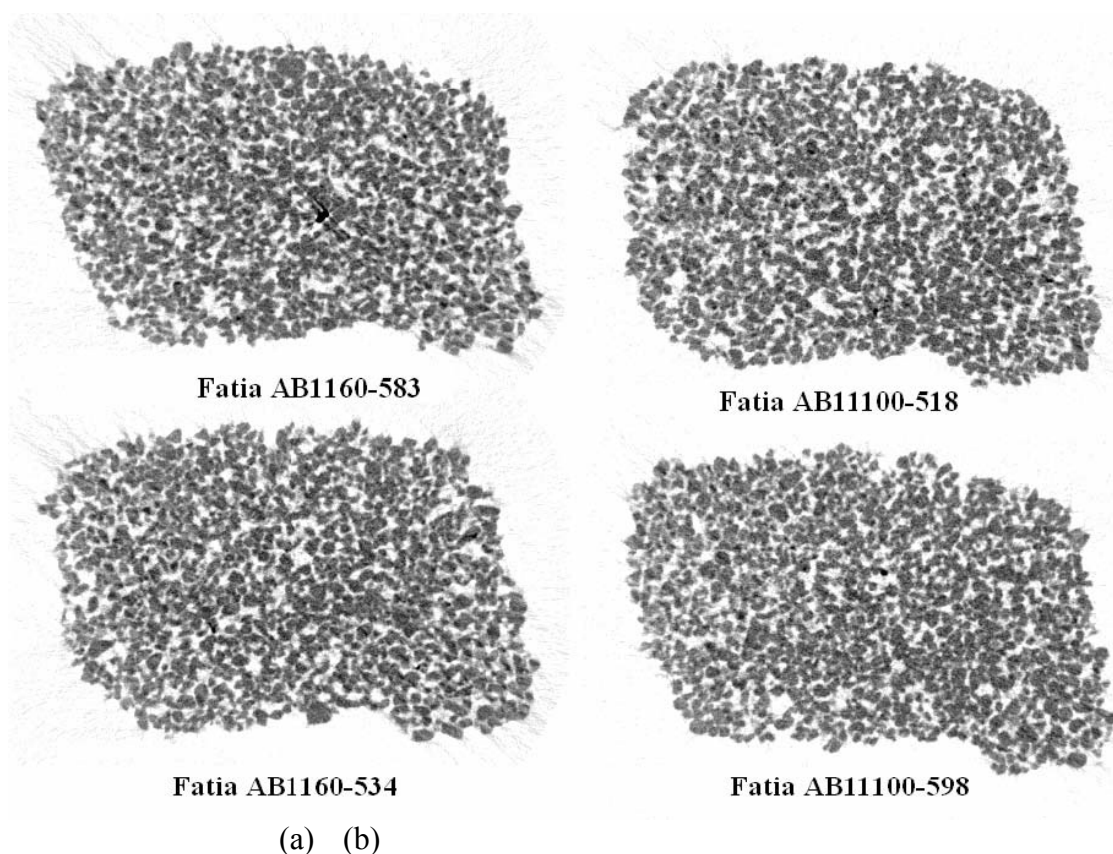


Figura 57 - Fatias 583 e 534 da amostra AB1160 (a) e fatias 518 e 598 da amostra AB11100 (b).

5.2.3.1 Processo de Binarização

Os processos de binarização de imagens adotados para as amostras de rochas são os mesmos, seguem o procedimento descrito na seção 5.2.2.1.

A Figura 58 apresenta as regiões selecionadas das fatias 534 e 583 da amostra AB1160 para a binarização juntamente com suas imagens binarizadas. O limiar adotado para essas seleções foi de 173 sendo que o programa sugeriu 156. Foi a maior divergência entre limiar escolhido e sugerido das amostras de rochas.

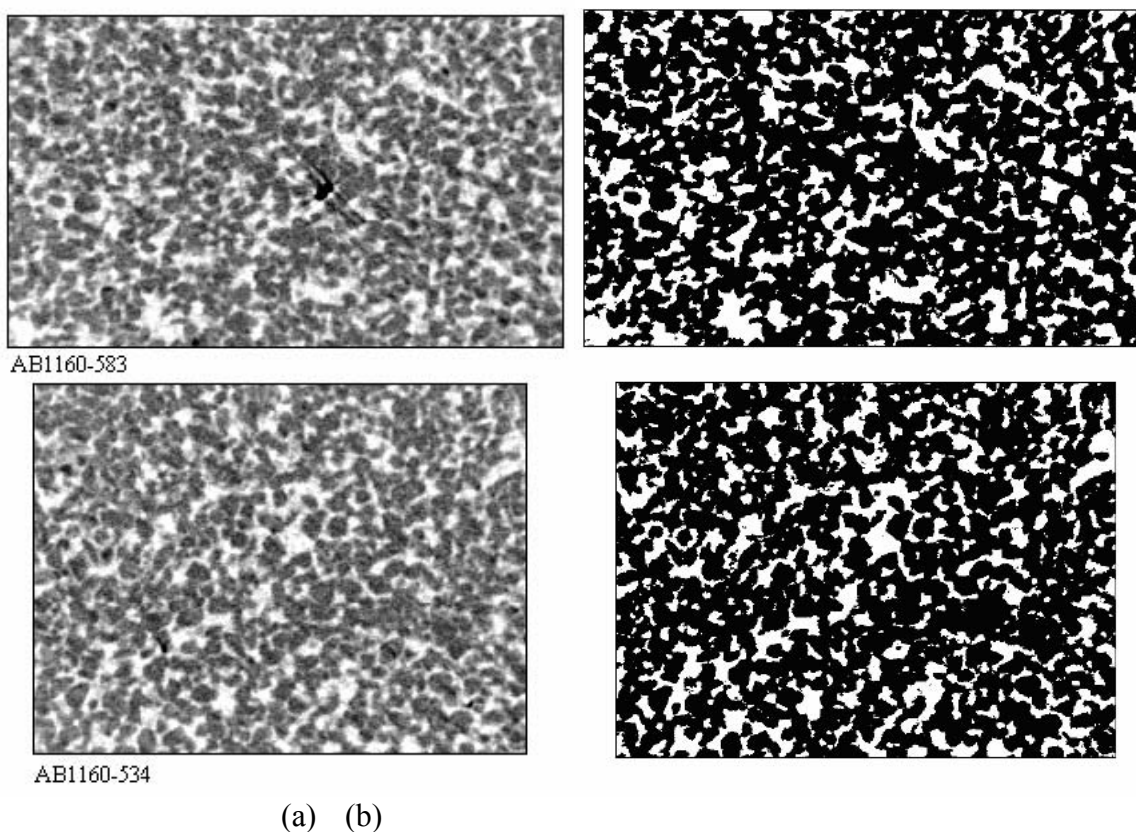


Figura 58 - Exemplo de áreas selecionadas no processo de binarização da amostra AB1160 (a) e suas imagens binarizadas (b).

A Figura 59 apresenta as regiões selecionadas das fatias 518 e 598 da amostra AB11100 para a binarização juntamente com suas binarizações efetuadas com o limiar 174. O limiar sugerido pelo programa foi 156.

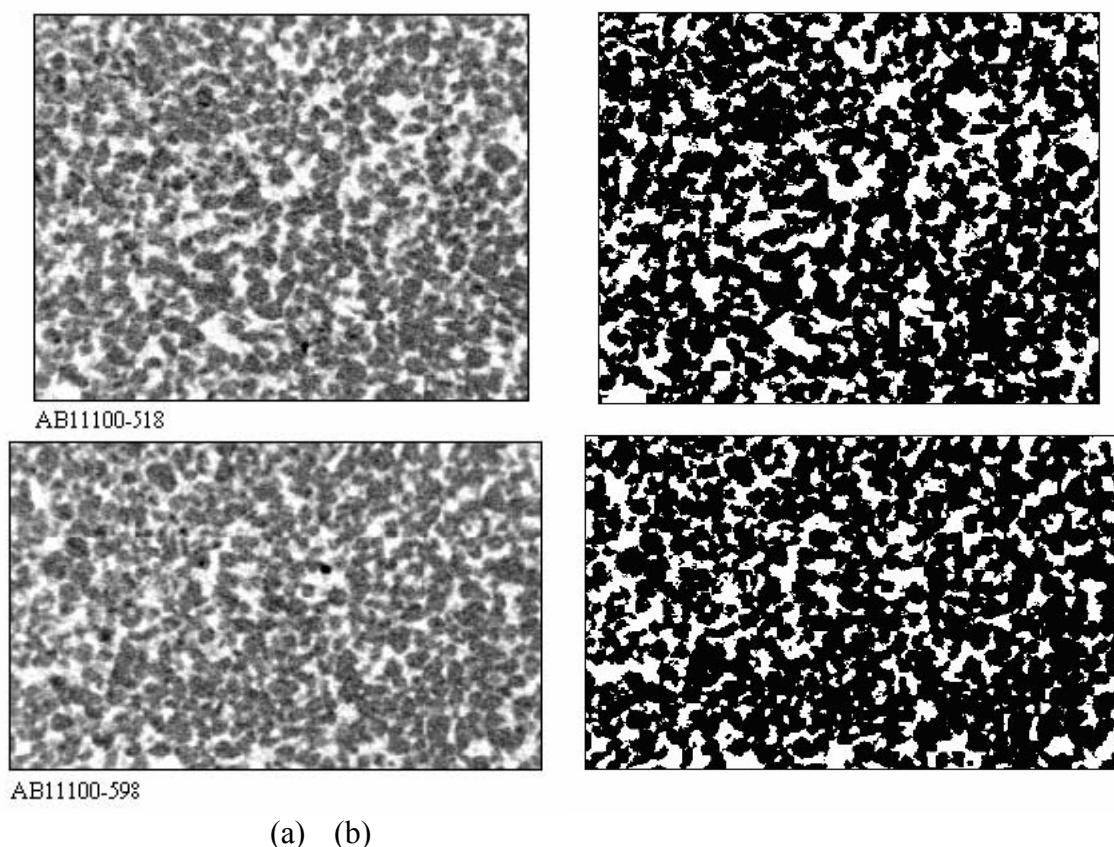


Figura 59 - Exemplo de áreas seleccionadas no processo de binarização da amostra AB11100 (a) e suas imagens binarizadas (b).

5.2.3.2 Caracterização Microestrutural

A porosidade total média determinada para a amostra AB11 com tensão no tubo de 60kV foi de $\varphi = 28,29 \pm 0,13\%$, e com tensão de 100kV foi de $\varphi = 29,86 \pm 0,13\%$, ambos com intervalo de confiança de 95%. As distribuições de tamanho de poro médio e funções de auto correlação média estão apresentados nas figuras abaixo para as duas tensões aplicadas.

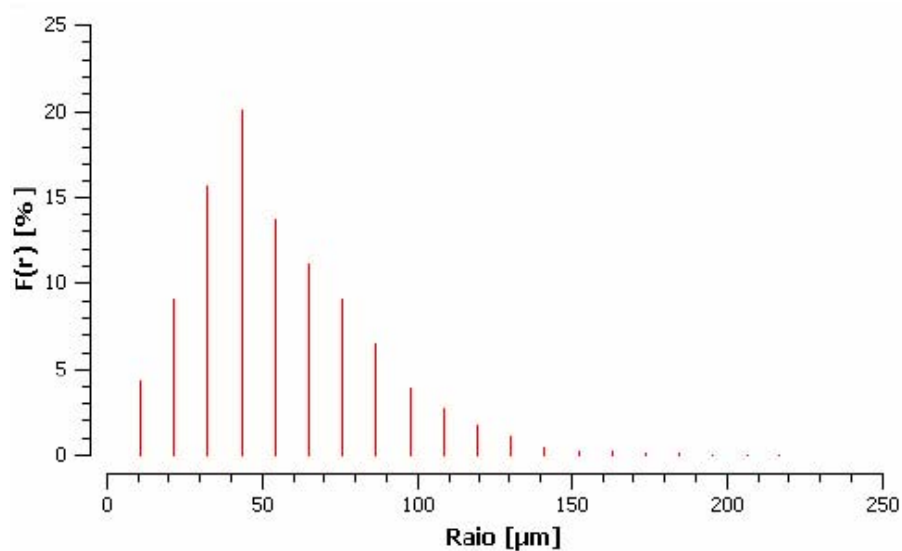


Figura 60 - Distribuição de tamanho de poro média para a amostra AB1160.

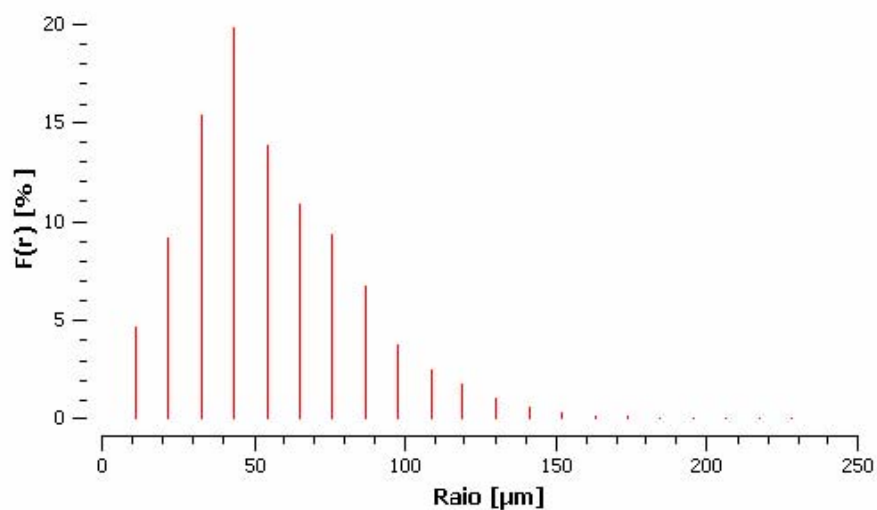


Figura 61 - Distribuição de tamanho de poro média para a amostra AB11100.

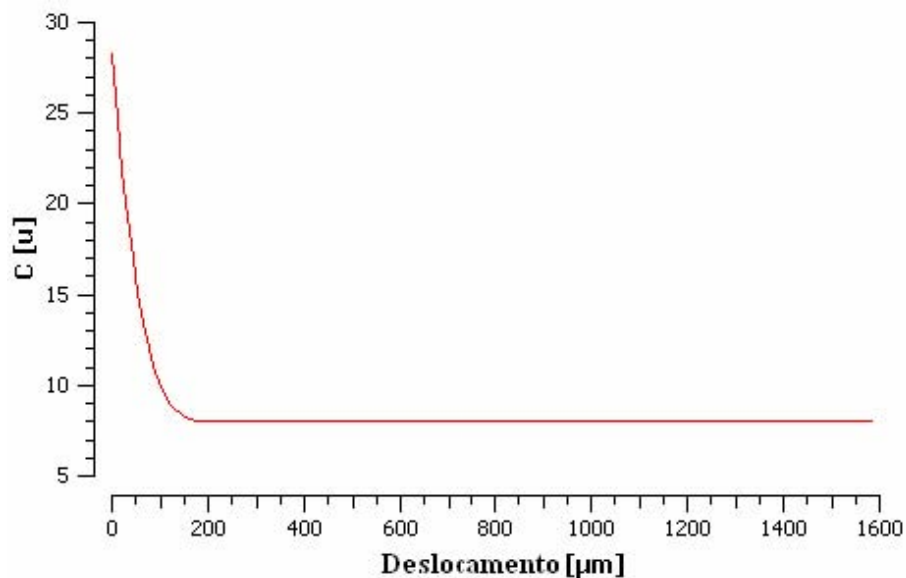


Figura 62 - Função de auto correlação para a amostra AB1160.

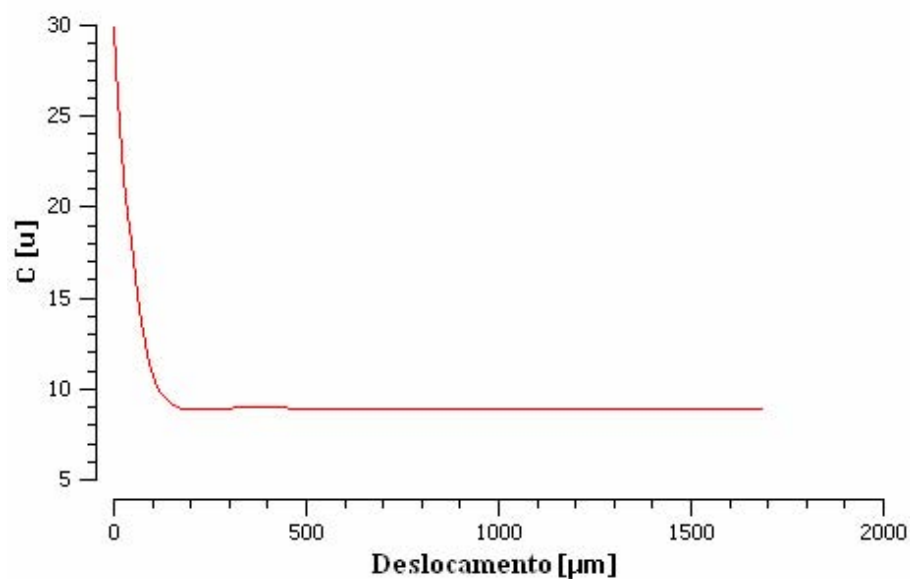


Figura 63 - Função de auto correlação para a amostra AB11100.

Pode-se notar, comparando as distribuições de tamanho de poro da amostra AB11 com a distribuição da AB19 (Figura 55), que a resolução de $11\mu\text{m}$ melhorou a quantificação dos dados de distribuição de tamanho de poro. A Figura 60, assim como a Figura 61, apontam que poros com até $11\mu\text{m}$ de raio constituem aproximadamente 4% da fase porosa da amostra, e que aproximadamente 50% dela é constituída por poros com raio entre 33 e $55\mu\text{m}$.

Os resultados de porosidade e de distribuição de tamanho de poro, assim como a função de auto correlação não apresentaram diferenças muito significativas entre as duas tensões aplicadas no tubo, embora a qualidade das imagens para 60kV seja um pouco melhor.

5.2.4 Amostra AB3.8

A amostra AB3.8 também teve microtomografias realizadas com duas tensões diferentes aplicadas no tubo. Ambas atingiram resolução de 3,8 μ m.

A duas medidas foram realizadas com rotação da amostra de 180° em passos de 0,45° com tempo de exposição de 1,9ms. Foram analisadas 91 seções da amostra AB3.8 com tensão aplicada no tubo de 100kV e 107 seções para a tensão de 60kV.

A amostra denotada por AB3.860 refere-se à medida com 3,8 μ m de resolução de imagem com tensão no tubo de 60kV e 0,165mA de corrente. Esta amostra foi analisada pelo sistema microtomográfico com um filtro de Alumínio na saída do tubo. A denominação AB3.8100 se refere à mesma amostra, porém a medida foi realizada com tensão no tubo de 100kV e corrente de 0,098mA. Para esta medida não foi adotado o uso do filtro.

Na Figura 64 pode-se observar seções 2D da amostra AB3.8 com tensão de 60kV no tubo e as fatias da amostra AB3.8 com tensão de 100kV.

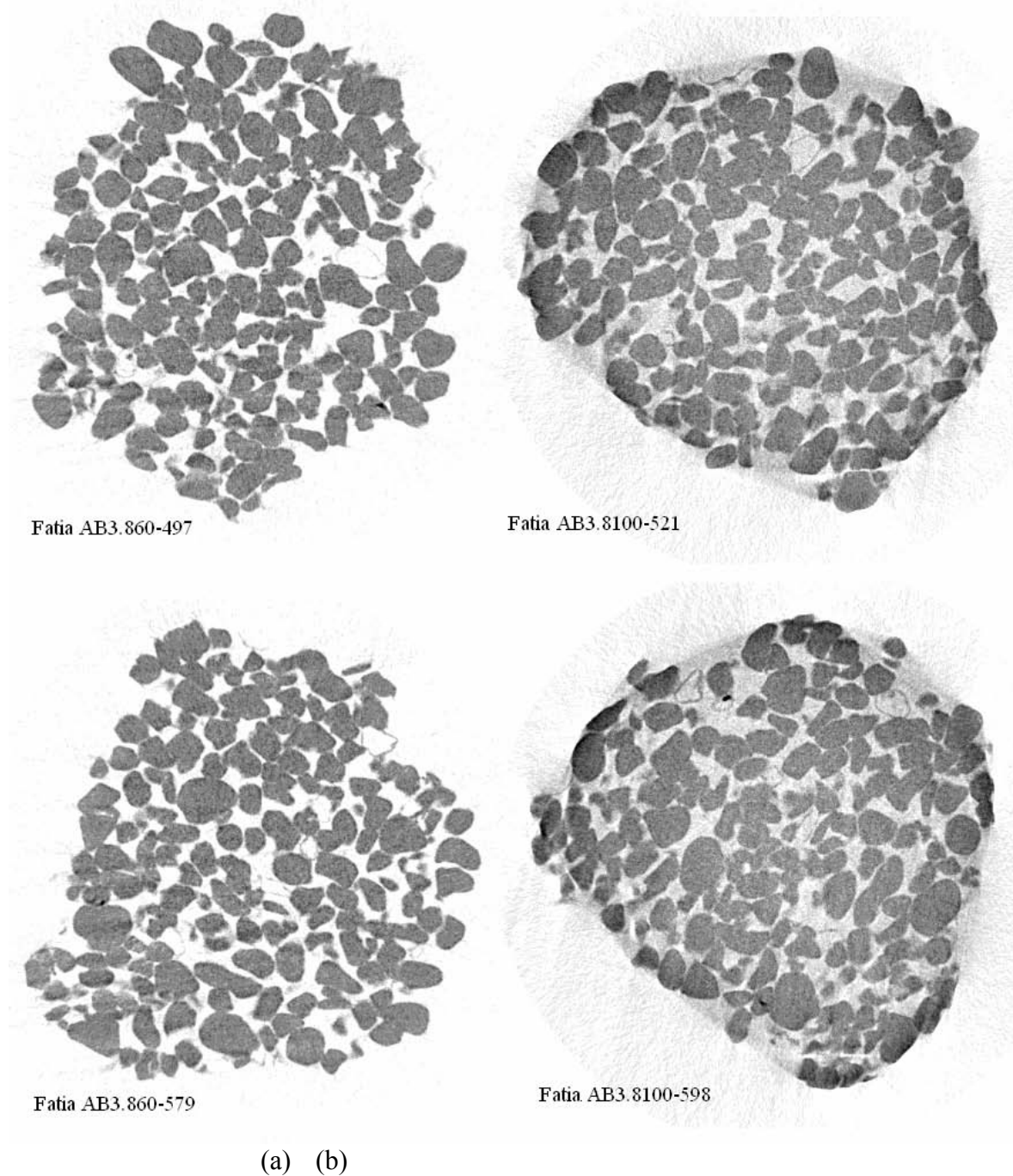


Figura 64 - Fatias 497 e 579 da amostra AB3.860 (a) e fatias 521 e 598 da amostra AB3.8100 (b).

A Figura 64 apresenta a diferença na qualidade das seções 2D produzidas com (a) e sem (b) o uso do filtro de Al para a mesma resolução de imagem ($3,8\mu\text{m}$). O efeito beam hardening, que pode ser notado nas bordas das imagens nas fatias AB3.8100, produz informações equivocadas para a densidade do material, como se pode notar na Figura 64 (b).

As bordas das fatias estão mais escuras que o centro, além da distorção de imagem causada nas seções 2D como um todo.

5.2.4.1 Processo de Binarização

A Figura 65 apresenta as regiões selecionadas das fatias 497 e 579 da amostra AB3.860 para a binarização, e a Figura 66 apresenta a binarização das regiões selecionadas para o limiar 182, o programa sugeriu 185.

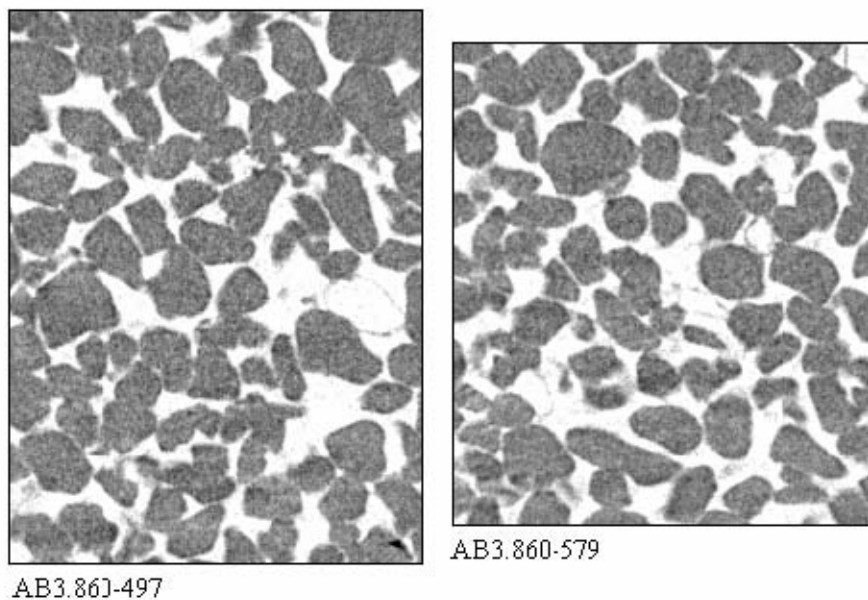


Figura 65 - Exemplo de áreas selecionadas no processo de binarização da amostra AB3.860.

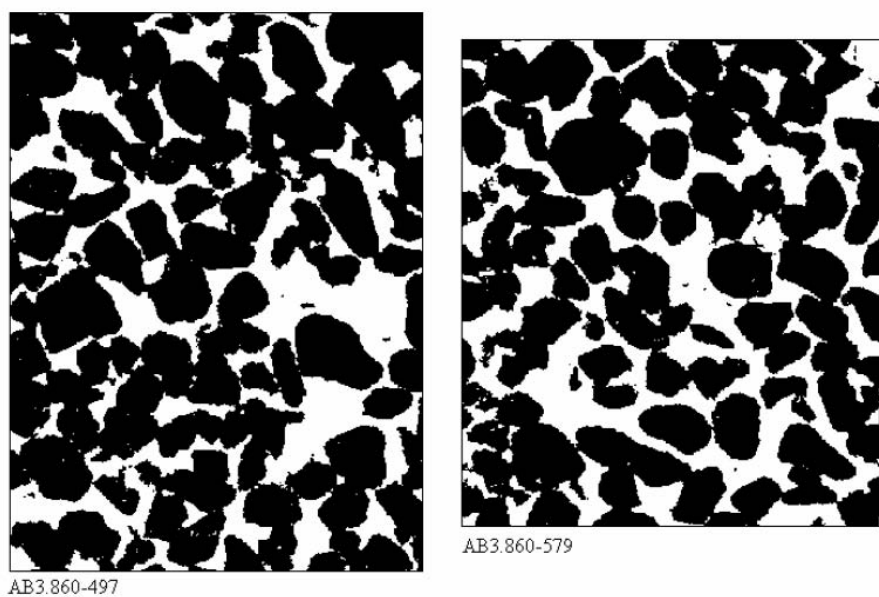


Figura 66 - Imagens binarizadas da amostra AB3.860.

A Figura 67 apresenta as regiões selecionadas das fatias 521 e 598 da amostra AB3.8100 para a binarização. Na Figura 68 pode-se observar a binarização das regiões selecionadas com o limiar 181 sendo que o programa sugeriu 176.

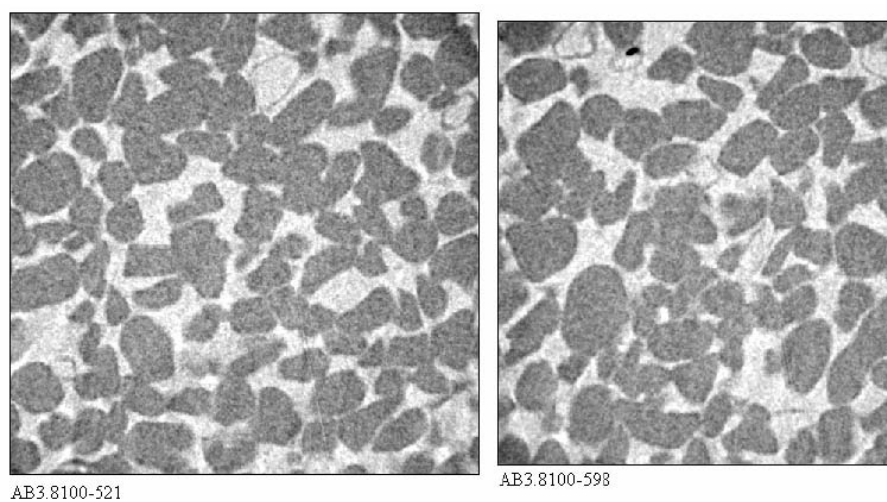


Figura 67 - Exemplo de área selecionada no processo de binarização da amostra AB3.8100.

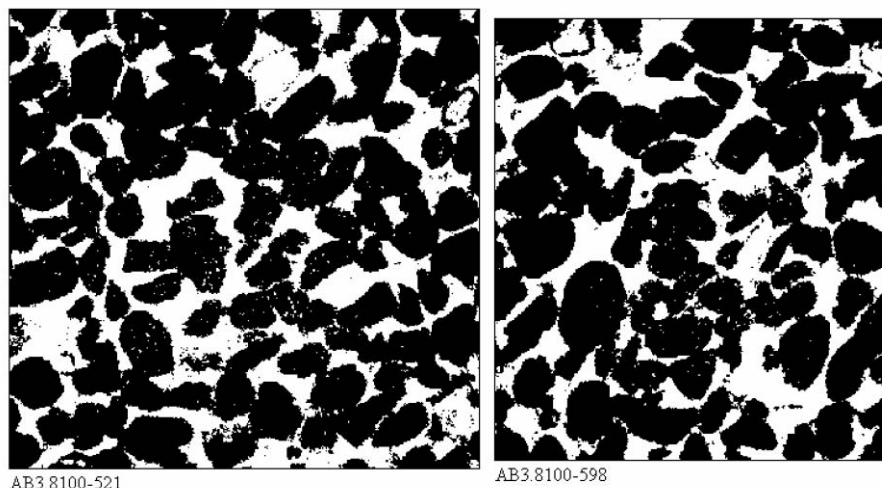


Figura 68 - Imagem binarizada da amostra AB3.8100.

5.2.4.2 Caracterização Microestrutural

A porosidade total média determinada para a amostra AB3.8 com tensão no tubo de 60kV foi de $\varphi = 32,39 \pm 0,24\%$, e para a tensão de 100kV foi de $\varphi = 29,25 \pm 0,23\%$, ambos com intervalo de confiança de 95%.

APPOLONI et al. (2005) também fizeram a caracterização microestrutural da amostra AB3.8 com a metodologia de microtomografia de raios X. Analisaram 956 seções 2D com resolução espacial de $3,8\mu\text{m}$ que foram obtidas com corrente e tensão aplicadas no tubo de $165\mu\text{A}$ e 60kV, respectivamente, e filtro de Al. A porosidade total média por eles determinada foi de $\varphi = 30,26\%$. O software analisador de imagens utilizado também foi o Imago.

As distribuições de tamanho de poro e funções de auto correlação são apresentados nas figuras que se seguem.

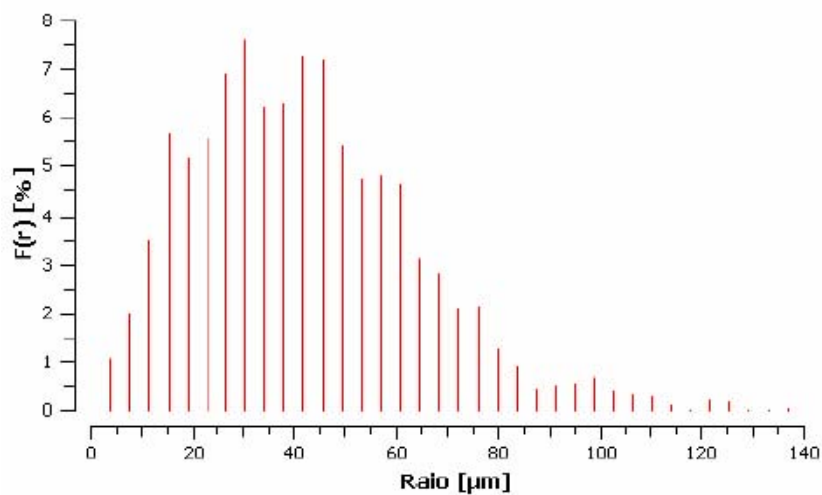


Figura 69 - Distribuição de tamanho de poro média para a amostra AB3.860.

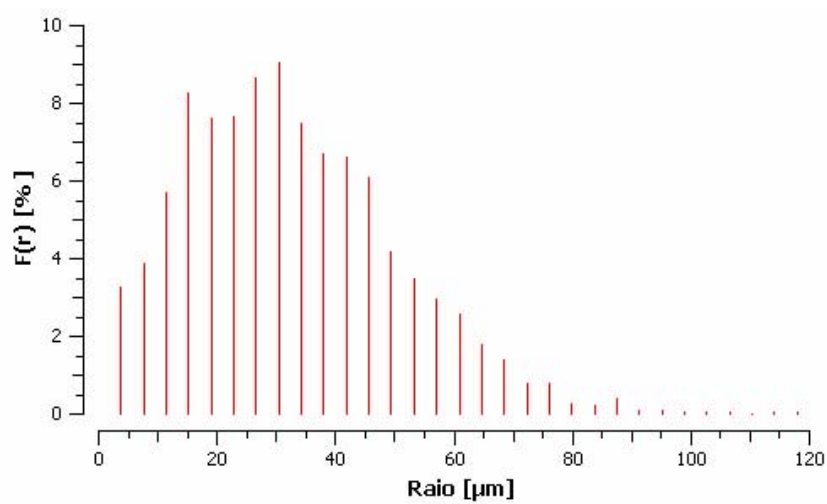


Figura 70 - Distribuição de tamanho de poro média para a amostra AB3.8100.

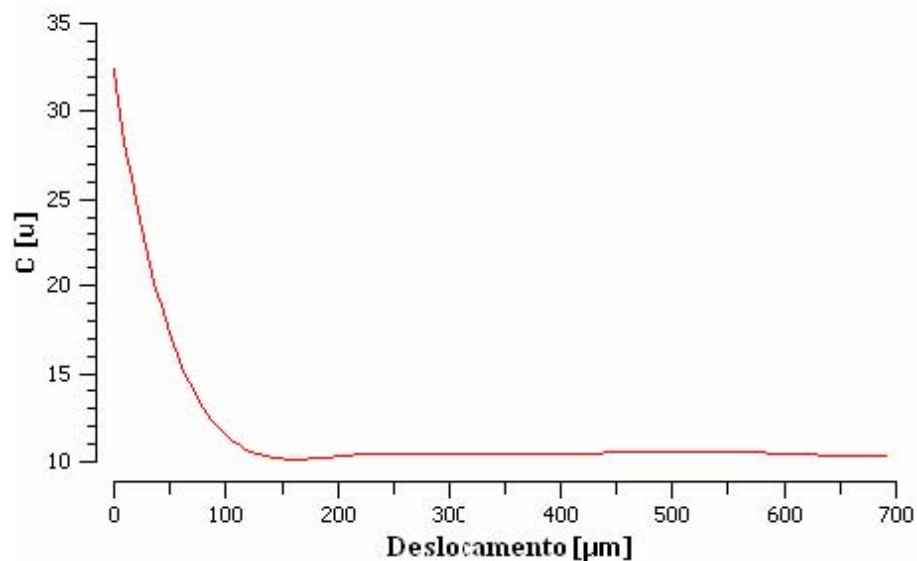


Figura 71 - Função de auto correlação para a amostra AB3.860.

Para os resultados obtidos com tensão de 60kV da amostra AB3.8, assim como foi feito para a amostra de Ti, foi realizada a reconstrução de um modelo 3D que é apresentada na Figura 72. O método de reconstrução adotado foi o da Gaussiana Truncada com fator de amplificação 2 que gerou um modelo 3D com tamanho de voxel de $7,6\mu\text{m}$ e 100^3 voxels.

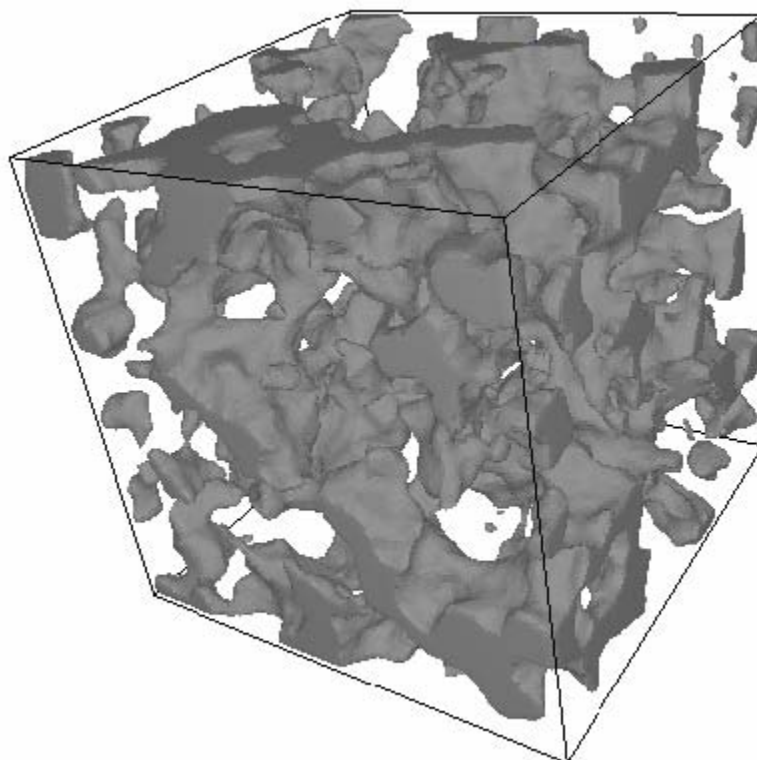


Figura 72 - Modelo 3D da amostra AB3.860.

A porosidade calculada para o modelo 3D da amostra AB3.860 foi de $\phi = 31,79\%$, que está bem próximo ao valor determinado a partir das seções 2D ($\phi = 32,39 \pm 0,24\%$). Na Figura 73 pode-se observar a comparação das funções de auto correlação média das seções 2D com a do modelo 3D. Estes dados mostram a fidelidade da reconstrução 3D em relação à amostra, validando-a para possíveis simulações futuras.

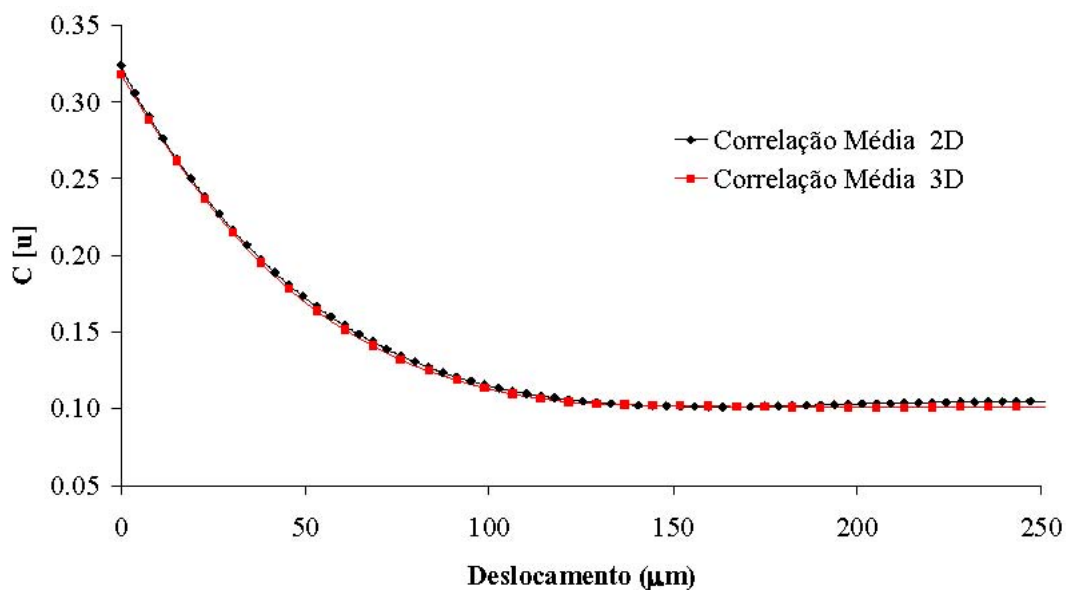


Figura 73 - Comparação das funções de auto correlação das seções 2D da amostra AB3.860 com a do modelo 3D reconstruído com fator de amplificação 2.

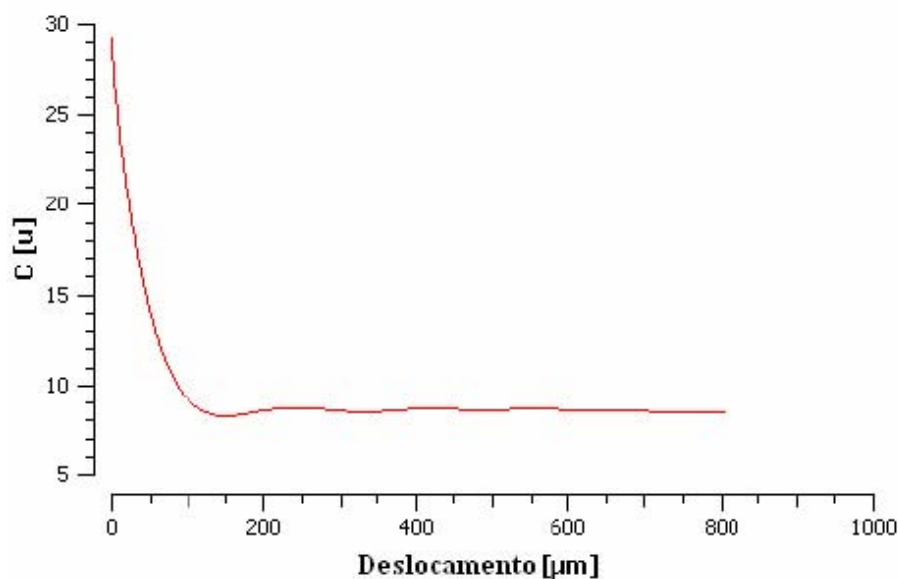


Figura 74 - Função de auto correlação para a amostra AB3.8100.

Como se pode observar na Figura 69, a distribuição média de tamanho de poros indica que aproximadamente 57% da fase porosa refere-se a poros com raios de 15 a 45 μm . Nota-se também que poros com até 3,8 μm de raio (resolução espacial) aparecem com aproximadamente 1% de frequência, mostrando que medidas com resolução espacial menor do que a realizada não modificaria substancialmente os dados da distribuição de tamanho de poros.

Os dados de distribuição de tamanho de poros da Figura 70, referente às medidas sem filtro no tubo, não concordam com os dados de distribuição da medida com filtro. Esses dados apontam que 3,5% da fase porosa corresponde a poros com raios de 3,8 μm , e que poro com raios entre 11,5 e 45,5 μm são predominantes em aproximadamente 72% da amostra.

A discordância nos dados de porosidade total e distribuição de tamanho de poro da amostra AB3.8, para as medidas realizadas com o uso de filtro de Al e 60kV e sem o filtro e 100kV, provavelmente se deu pelo uso alternativo do absorvedor de Al e não pela diferença de voltagem aplicada no tubo, tendo em vista que os dados obtidos da amostra AB11, com medidas realizadas também para duas voltagens (60kV e 100kV) poré ambas com o filtro, mostraram que o uso de diferentes tensões não alteram significativamente os resultados finais, pelo menos naquela amostra.

No entanto como a amostra AB3.8 é bem menor que a amostra AB11, as

diferentes tensões, neste caso, devem ter maior influência na resolução de contraste, já que a amostra fica mais “transparente” para 100kV do que para 60kV.

A Tabela 6 apresenta um resumo dos dados de porosidades totais médias, determinados pela metodologia de microtomografia de raios X, para as amostras de arenito e para a amostra de Titânio.

Tabela 6 - Dados de porosidades totais médias determinados pela μ -CT.

Amostra	Resolução de Imagem (μm)	Tensão aplicada no tubo (kV)	Porosidade (%)	Desvio (95% conf.)
Ti	17	55	53,49	0,98
AB19	19	100	13,14	0,06
AB11	11	60	28,29	0,13
AB11	11	100	29,86	0,13
AB3.8	3,8	60	32,39	0,24
AB3.8	3,8	100	29,25	0,23

5.3 ANÁLISE DO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE IMAGENS

A metodologia de microtomografia de raios X foi adotada neste trabalho para caracterização microestrutural da amostra de Titânio poroso e das amostras de Arenito. As medidas de amostras de arenito foram submetidas a variação de tensões aplicadas no tubo e variação de resoluções de imagem. No caso da resolução de $3,8\mu\text{m}$, as medidas foram efetuadas com e sem filtro de Alumínio na saída do tubo de raios X.

A análise das imagens das seções 2D, e dos dados de caracterização microestrutural a partir delas obtidos, pode revelar qual processo de medidas microtomográficas e resolução de imagens são os ideais para determinação de resultados mais confiáveis.

5.3.1 Tensão Aplicada no Tubo de Raios X

Como foi citado no item precedente a variação de tensões não alterou substancialmente os resultados de porosidade total, distribuição de tamanho de poro ou de

auto correlação. Mas no entanto, observando a Figura 75, que apresenta duas regiões selecionadas de seções 2D obtidas com tensão no tubo de 100kV (a) e 60kV (b), com resolução espacial de $11\mu\text{m}$, nota-se que as imagens obtidas com tensão de 60kV apresentam nitidez e resolução de contraste um pouco melhor que as obtidas com 100kV. As regiões foram selecionadas próximas às extremidades da seção 2D para facilitar a visualização da nitidez da imagem.

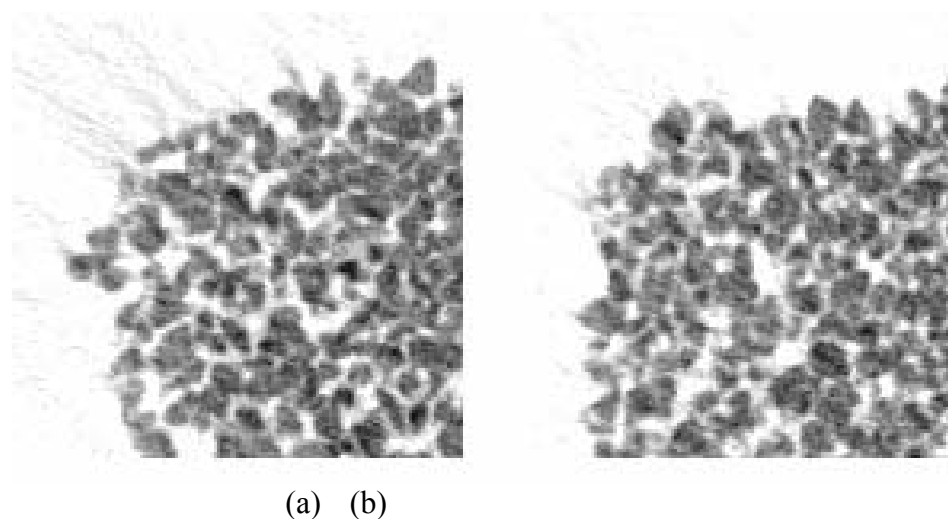


Figura 75 - Regiões selecionadas de seções 2D obtidas com diferentes tensões aplicadas no tubo (a) 100kV e (b)60kV.

5.3.2 Resolução de Imagens

A análise de resoluções de imagens nesta fase do trabalho é referente às medidas efetuadas nas amostras de arenito com o uso do filtro na saída do tubo de raios X. A resolução de imagem de $19\mu\text{m}$ foi obtida com tensão de 100kV, e as resoluções de 11 e $3,8\mu\text{m}$ foram as obtidas com 60kV.

A Figura 76 apresenta uma região da fatia 584 (a), juntamente com sua binarização (b), com resolução espacial de $19\mu\text{m}$. Nota-se a dificuldade visual de discernimento entre fase porosa e matriz. A binarização com esta resolução de imagem fica prejudicada, pois a fase porosa e a matriz se confundem nos tons de cinza.

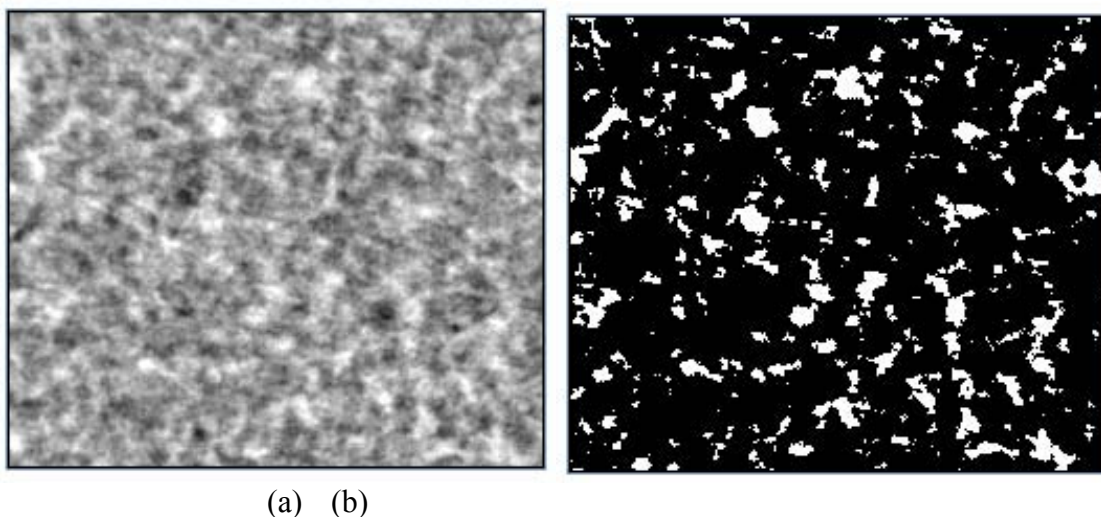


Figura 76 - Região selecionada da fatia AB19-584 (a) e sua binarização (b).

Como a resolução não é boa, a escolha de um limiar adequado para a binarização fica prejudicada e os dados microestruturais obtidos ficam comprometidos. Neste caso a porosidade total determinada foi de $\phi = 13,14 \pm 0,06\%$, e a distribuição de tamanho de poros não conseguiu quantificar 25% da fase porosa.

Na Figura 77 pode se observar uma região para resolução de $11\mu\text{m}$. Com esta resolução, a diferença entre fase porosa e matriz torna-se mais perceptível.

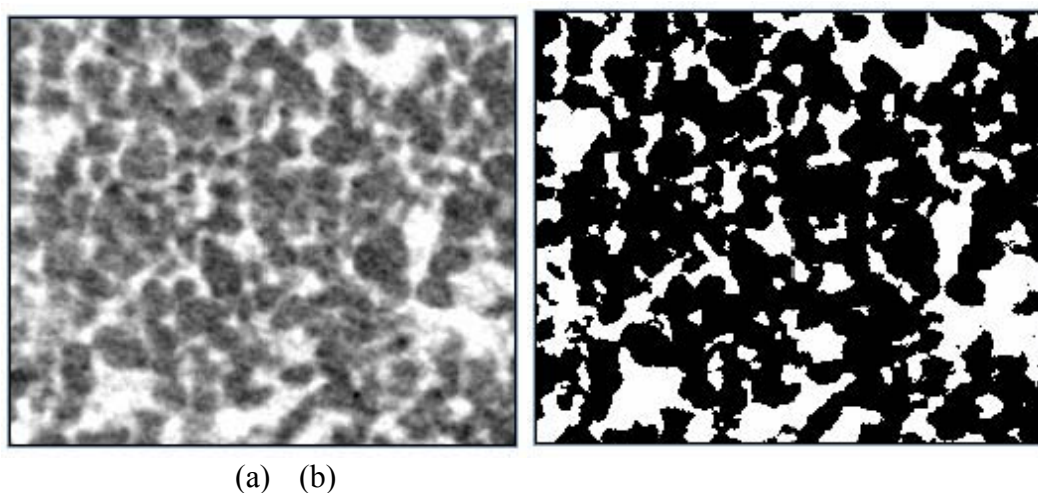
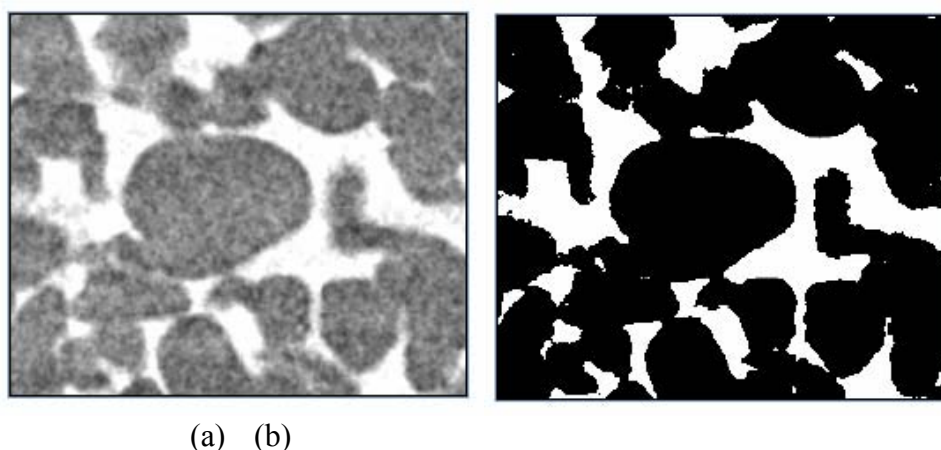


Figura 77 - Região selecionada da fatia AB1160-593 (a) e sua binarização (b).

Com a resolução de $11\mu\text{m}$, a imagem binarizada é mais condizente com a imagem em tons de cinza, e a distribuição de tamanho de poro fica mais acurada, como pode-

se notar na Figura 60. A porosidade total determinada foi de $\phi = 28,29 \pm 0,13\%$, uma diferença percentual de 53,5% do dado de porosidade da resolução de $19\mu\text{m}$.

A melhor resolução alcançada pelo sistema Skyscan nas medidas das amostras de arenito foi de $3,8\mu\text{m}$. A Figura 78 apresenta uma região de uma imagem microtomográfica para esta resolução, e ao lado sua binarização.



(a) (b)
Figura 78 - Região da fatia AB3.860-553 (a) e sua versão binarizada (b).

Com esta resolução ($3,8\mu\text{m}$) a porosidade total média determinada foi $\phi = 32,39 \pm 0,24\%$, com diferença percentual da resolução de $11\mu\text{m}$ de apenas 12,7%. A distribuição de tamanho de poro também ficou melhor quantificada mostrando que apenas 1% da fase porosa apresenta poros com raio menores que $3,8\mu\text{m}$.

A Tabela 7 apresenta os dados de porosidades totais médias para as diferentes resoluções alcançadas com o uso do filtro de Al.

Tabela 7 - Dados de porosidades totais médias para a metodologia de microtomografia de raios X obtidas com uso de filtro de Al.

Amostra	Resolução de Imagem (μm)	Porosidade (%)	Desvio (95% conf.)
AB19	19	13,14	0,06
AB11	11	28,29	0,13
AB3.8	3,8	32,39	0,24

5.3.3 Correção do Efeito de Beam Hardening na obtenção de Imagens Microtomográficas

A obtenção das imagens microtomográficas com resolução espacial de $3,8\mu\text{m}$ foram realizadas com o uso alternativo de um filtro de Alumínio na saída do tubo raios X. O filtro corrige o efeito de beam hardening citado no item 4.2.2.1.

A Figura 79 mostra uma imagem que apresenta o efeito de beam hardening. Nota-se que as regiões mais claras, referentes à fase porosa, ficam prejudicadas, assim como as regiões das bordas ficam mais escurecidas. Essa distorção na imagem fornece uma informação errada da densidade do material.

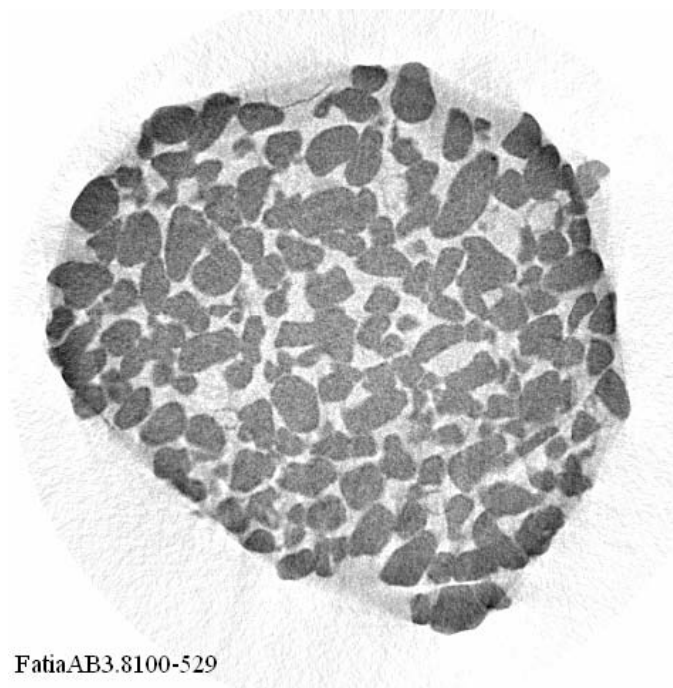


Figura 79 - Fatia AB3.8100-529, efeito beam hardening

Na Figura 80 temos uma imagem obtida com a mesma resolução, porém com o uso do filtro.

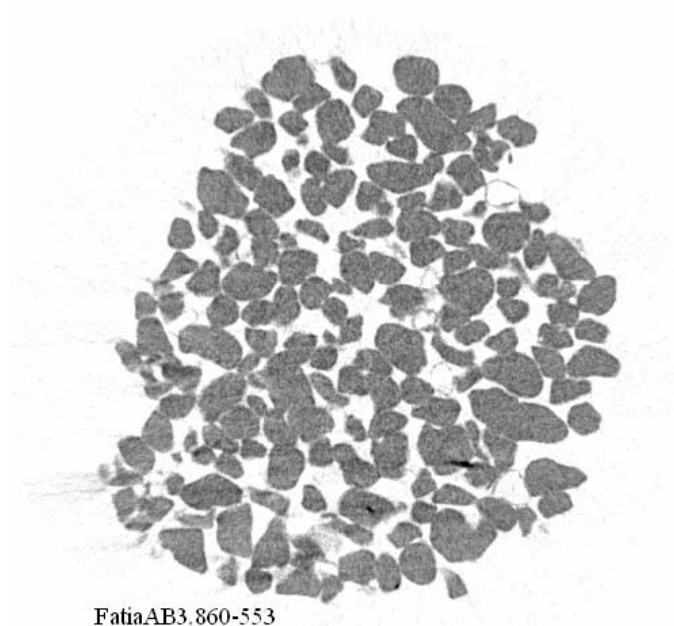


Figura 80 - Imagem obtida com filtro de Al na saída do tubo de raios X.

Nota-se, observando a Figura 80, que com a correção do efeito de beam hardening, a imagem apresenta fidelidade em relação à densidade do material estudado, contornos mais nítidos, homogeneidade nos tons de cinza e facilidade de visualização no processo de binarização.

O efeito de beam hardening provoca uma diferença marcante dos tons de cinza entre as bordas e o centro da seção 2D. Isto pode ser observado na Figura 81, que apresenta, em destaque, a extremidade da imagem (a) mais escurecida que a região central (b).

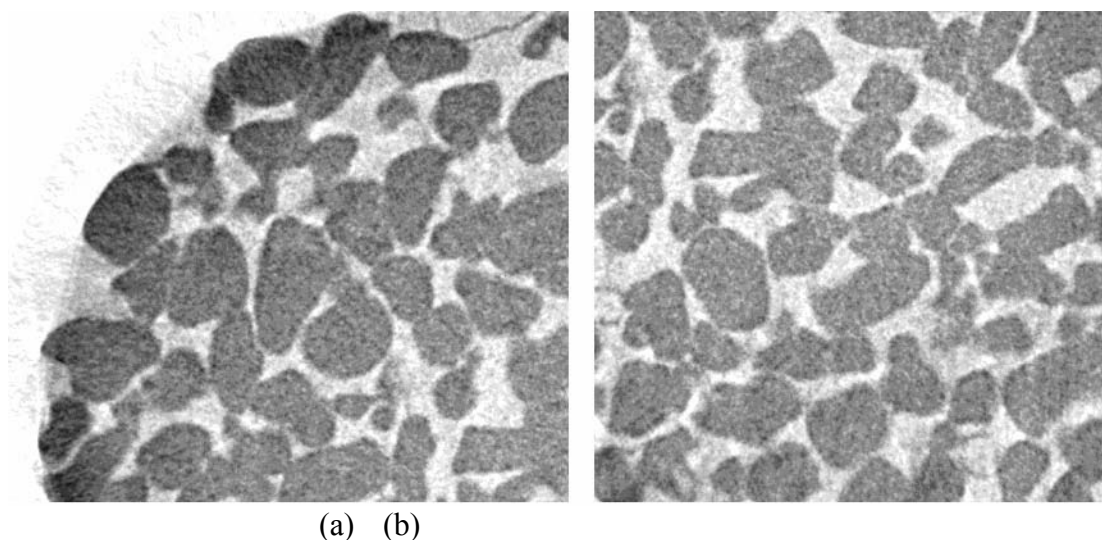


Figura 81 - Extremidade da imagem obtida sem filtro de AI (a) e sua região central (b).

A não correção do efeito prejudica a análise das imagens, e consequentemente os dados microestruturais obtidos. Na Figura 82 pode-se observar as binarizações de regiões selecionadas na extremidade (a) e no centro (b) da fatia AB3.8100-529.

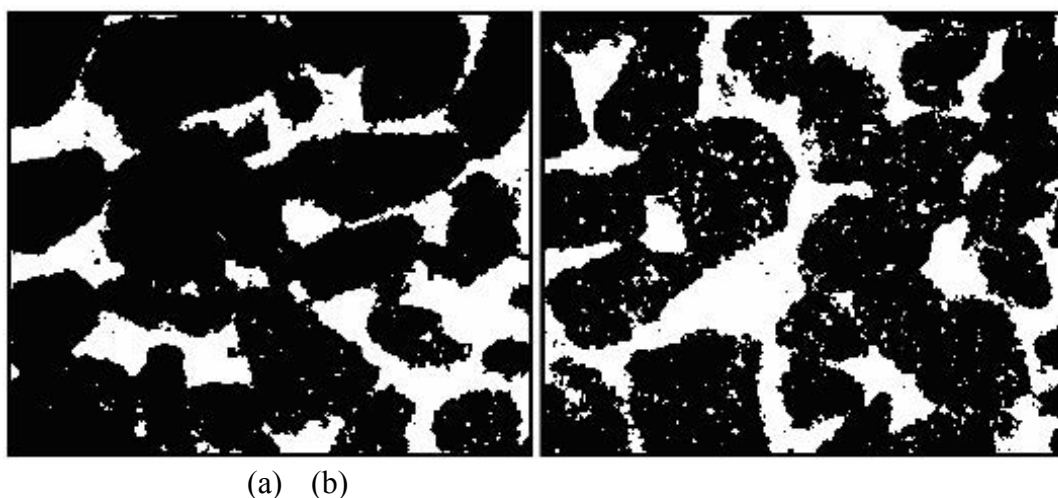


Figura 82 - Binarização das regiões selecionadas, onde (a) se refere à extremidade da imagem e (b) o centro.

Nota-se claramente que pontos brancos aparecem nas regiões em preto da binarização do centro da imagem (Figura 82 (b)). Esses pontos brancos denotam poros falsos dentro da matriz e contribuem para uma determinação não confiável da porosidade, assim como o excesso de preto formado nas extremidades. Neste caso, a dificuldade na preferência do limiar a ser aplicado sugere um bom senso na sua escolha, que pode ser tomada de maneira errônea pelo operador do IMAGO.

6 CONCLUSÕES

Os dados de porosidade, determinados pela transmissão de raios gama (diâmetro do feixe de 2mm) para a amostra de Ti mostraram a heterogeneidade do material na sua distribuição porosa, como pode ser notado na Figura 41. Sua porosidade total média determinada é de $\varphi=62,76\pm 1,39$.

As pastilhas cerâmicas, também analisadas pela técnica de transmissão gama, apresentaram uma distribuição porosa homogênea para os dois tipos de material, Carbetto de Boro e Alumina. Suas porosidades totais médias mostraram-se relativamente baixas, sendo de $\varphi=17,99\%$ para as pastilhas de B_4C , e $\varphi=3,78\%$ para Al_2O_3 . Os intervalos de confiança dos dados de porosidades, determinados para cinco pastilhas de Al_2O_3 , mostraram-se menores e dentro dos intervalos de confiança dos dados fornecidos pela LABMAT, apenas as pastilhas 2 e 3 apresentaram intervalos maiores. Entretanto, os intervalos de confiança dos valores determinados para cinco pastilhas de B_4C também se mostraram menores e bem próximos ao intervalo de confiança dos dados do fabricante, apenas os intervalos das pastilhas 6 e 10 foram maiores.

A técnica de transmissão de raios gama, na determinação da porosidade total média, mostrou ser uma metodologia de fácil aplicabilidade e rápida na fase de medidas assim como na análise de dados. Os resultados obtidos revelaram sua capacidade de aplicação em variados tipos de amostras. O sistema automatizado com precisão micrométrica contribuiu para a versatilidade e precisão das medidas.

A metodologia de microtomografia de raios X também revelou ser uma boa técnica para a caracterização microestrutural de materiais. Com o uso de um software apropriado de análise de imagens permite a obtenção de dados como porosidade e distribuição de tamanho de poros, assim como a função de auto correlação que possibilita a reconstrução de um modelo 3D da amostra para possíveis simulações computacionais.

As imagens microtomográficas da amostra de Titânio poroso mostraram a capacidade da técnica em detectar possíveis defeitos de formação, internos ou superficiais. A resolução de imagem atingida pelo sistema Fein Focus, para esta amostra, foi suficiente para uma boa quantificação dos dados de distribuição de tamanho de poros, mostrando que 4% da amostra é formada por poros com raios de até de $17\mu m$ e que poros com raios de 120 a $235\mu m$ constituem 64% da sua fase porosa. A porosidade média total determinada foi de $\varphi=53,49 \pm 0,98\%$

A distribuição de tamanho de poro da rocha arenito basáltico AB19,

analisada com o sistema Skyscan para a resolução de $19\mu\text{m}$, mostrou que para esta amostra uma melhor resolução de imagem se faz necessária, já que 24,5% de seu volume não pôde ser quantificada com precisão. A resolução de suas seções 2D prejudicou o processo de binarização pela dificuldade de discernimento entre fase porosa e matriz e escolha de um limiar adequado. Sua porosidade total média foi de $\varphi=13,14 \pm 0,06\%$.

A resolução de $11\mu\text{m}$ melhorou os dados de distribuição de tamanho de poro para outra amostra de rocha arenito basáltico (AB11). Com esta resolução, para as duas tensões aplicadas no tubo, os dados de distribuição mostram que aproximadamente 4% da fase porosa da amostra é formada por poros com até com $11\mu\text{m}$ de raio, e que aproximadamente 50% dela é constituída por poros com raio entre 33 e $55\mu\text{m}$. A porosidade total média determinada para a tensão de 60kV foi de $\varphi =28,29 \pm 0,13\%$, e para tensão de 100kV foi de $\varphi =29,86 \pm 0,13\%$.

A melhor resolução espacial atingida para as medida de arenito realizadas com o sistema Skyscan foi $3,8\mu\text{m}$. A diferença nas porosidades totais médias, obtidas com e sem o uso do filtro de Alumínio na saída do tubo, foram mais marcantes, levando em conta que a diferença de tensão aplicada no tubo não alteraram substancialmente os valores de porosidades no caso da amostra AB11. Com tensão no tubo de 60kV e com filtro, a porosidade média da amostra AB3.8 foi de $\varphi =32,39 \pm 0,24\%$, e para a tensão de 100kV, sem filtro, foi de $\varphi =29,25 \pm 0,23\%$. A distribuição de tamanho de poros, obtida para a amostra AB3.860 com filtro, indica que esta resolução é a que possibilita melhor quantificação dos dados de distribuição, já que apenas 1% da fase porosa é constituída por poros com raio de até $3,8\mu\text{m}$. Resolução melhor que esta seria indicado apenas para casos mais específicos. A distribuição de tamanho de poros obtida com a mesma resolução, porém sem o uso do filtro e 100kV, também apresentou boa quantificação dos dados, mostrando que aproximadamente 3,5% da fase porosa da amostra possui poros com raio de até $3,8\mu\text{m}$, resolução espacial adotada. A diferença nos dados obtidos é atribuída à distorção nas imagens 2D causadas pelo efeito de beam hardening e à maior energia do feixe de raios X.

Foram gerados dois modelos 3D para as amostras Ti e AB3.860, para mostrar esta vantagem que o software disponibiliza. Os modelos mostraram-se adequados para simulações computacionais, já que os valores de suas porosidades médias se mostraram próximos aos os valores obtidos através das seções 2D.

A análise do processo de obtenção de imagens revelou que a tensão de 60kV, aplicada no tubo de raios X, gera imagens mais nítidas em relação à tensão de 100kV. Os dados microestruturais obtidos a partir dessas imagens não se alteraram significativamente

devido à variação de tensão, mas seções 2D mais nítidas facilitam o processo de binarização para o operador do Imago.

A resolução espacial de imagem de $3,8\mu\text{m}$ foi a que proporcionou uma melhor quantificação dos dados de distribuição de tamanho de poros em relação às outras resoluções adotadas de $11\mu\text{m}$ e $19\mu\text{m}$. A diferença percentual da porosidade total média obtida para a resolução de $3,8\mu\text{m}$, 60kV e filtro, em relação à resolução de $11\mu\text{m}$, 60kV e filtro, foi de 12,7%, e de 54,4% em relação à resolução de $19\mu\text{m}$, 100kV e filtro.

A análise das imagens obtidas com e sem o uso do filtro de Alumínio no tubo de raios X, para a resolução de $3,8\mu\text{m}$, revelaram a necessidade do uso deste absorvedor em medidas microtomográficas. As seções 2D que apresentaram o efeito de beam hardening, mostraram-se distorcidas, com baixa nitidez e dificultaram o processo de binarização. Os dados de distribuição de tamanho de poros, obtidos com o uso do filtro, mostraram que 1% da fase porosa da amostra refere-se a poros com raio de $3,8\mu\text{m}$, enquanto que os resultados obtidos sem o filtro, apontam para o mesmo dado 3,3%. As porosidades totais médias, para a mesma amostra AB3.8, também apresentaram uma diferença percentual de 9,7% para os dois tipos de medidas com o uso alternativo do filtro.

Em fim, para medidas microtomográficas, os melhores resultados apresentados foram para as seções 2D obtidas com resolução espacial de $3,8\mu\text{m}$, 60kV de tensão aplicada no tubo e com o uso indispensável de filtro absorvedor.

A metodologia de microtomografia de raios X também mostrou-se uma técnica precisa na caracterização microestrutural de diferentes amostras, capaz de gerar dados como porosidade total média, distribuição de tamanho de poros e modelos 3D para simulação computacional. Esta técnica não é tão rápida na análise de dados e depende fortemente da habilidade do operador do software analisador de imagens.

Os modelos tridimensionais das amostras de Ti e AB3.860 foram gerados para mostrar mais uma aplicabilidade do software Imago, a reconstrução 3D a partir de seções 2D de amostras analisadas. Os modelos se mostraram favoráveis para simulações futuras tendo em vista a comparação de seus dados de porosidade e função de auto correlação com os das fatias.

O Imago mostrou-se uma importante ferramenta para caracterização microestrutural a partir de imagens, de fácil operação e que não se limita apenas à determinação de porosidade, distribuição de tamanho de poros e modelagem 3D, permite também a obtenção de dados como permeabilidade e pressão capilar, entre outros, que não foram abordados neste trabalho.

REFERÊNCIAS

- APPOLONI, C.R. & POTTKER, W. E., Non-destructive porosity profile measurement of amorphous materials by gamma-ray transmission - *Applied Radiation and Isotopes*. v. 61, p. 1133-1138, 2004.
- APPOLONI, C. R.; MELQUIADES, F. L. Interação da Radiação Eletromagnética com a Matéria – Texto Experimental para a Disciplina de Física Nuclear – Universidade Estadual de Londrina PR, 1997.
- APPOLONI, C. R., MACEDO, A., FERNANDES, C. P. AND PHILIPPI, P. C. Characterization of porous microstructure by x-ray microtomography - *X-Ray Spectrom.* v. 31, p. 124–127, 2002.
- APPOLONI, C. R., FERNANDES, C. P., INNOCENTINI, M. D. M., MACEDO, A. Ceramic foams porous microstructure characterization by X-ray microtomography - *Materials Research*. v. 7, n. 4, p. 557-564, 2004.
- APPOLONI, C. R., RODRIGUES, C. R. O., FERNANDES, C. P. Porous microstructure characterization of a sandstone reservoir using high-resolution x-ray microtomography - *International Symposium of the Society of Core Analysts*. Toronto, Canada. August 21-25, 2005.
- BANHART, J. Manufacture, characterization and application of cellular metals and metal foams - *Progress in Materials Science*, v.46, p. 559–632, 2000.
- EISBERG, R. e RESNICK R.: Física Quântica, Ed. Campus Ltda, Rio de Janeiro, 1979
- FERRAZ, E. S. de B., Determinação simultânea de densidade e umidade de solos por atenuação de raios gama do ^{137}Cs e ^{241}Am - Tese Livre-Docência, ESALQ-USP, Piracicaba, 1974.
- GERWARD, N. GUILBERT, JENSEN, K. B. and LEVRING, H. X-ray absorption in matter. Reengineering XCOM - *Radiation Phys. And Chem.* v. 60, p. 23-24, 2001.
- <http://www.lmpt.ufsc.br> , 11/11/2005.
- <http://www.petrobras.com.br>, 22/10/2005.

HUBBELL, J.H. Photon cross sections, attenuation coefficients and energy absorption coefficients from 10keV to 100GeV - *Natl. Stand. Ref. Data Ser.* 29, 1969.

HUBBELL, J.H. - Photon mass attenuation and mass energy-absorption coefficients for H, C, N, O, Ar and seven mixtures from 0.1keV to 20MeV - *Radiat. Res.* v. 70, p. 58-81, 1977.

HUBBELL, J.H., VEIGELE, W.J., BRIGGS, E.A., BROWN, R.T., CROMER, D.T., and HOWERTON - R.J. Atomic form factors, incoherent scattering functions, and photon scattering cross sections - *J. Phys. Chem. Ref. Data* 4, p. 471-538, 1975; erratum in 6, p. 615-616, 1977.

HUBBELL, J.H. and OVERBO, I. Relativistic atomic form factors and photon coherent scattering cross sections - *J. Phys. Chem. Ref. Data* 8, p. 69-105, 1979.

HUBBELL, J.H., GIMM, H.A., and OVERBO, I. Pair, triplet and total atomic cross sections (and mass attenuation coefficients) for 1MeV-100GeV photons in elements $Z=1$ to 100 - *J. Phys. Chem. Ref. Data* 9, p. 1023-1147, 1980.

HUBBELL, J.H. Photon mass attenuation and energy absorption coefficients from 1keV to 20MeV - *Int. J. Appl. Radiat. Isotopes*, v. 33, p. 1269-1290, 1982.

IMAGO Versão 2.1.3. ESSS – Engineering Simulation and Scientific Software Ltda.
Copyright © 2002.

JONES, K. W., FENG, H., LINDQUIST, W. B., ADLER, P. M., THOVERT, J. F., VEKEMANS, B., VINCZE, L., SZALOKI, I., VAN GRIEKEN, R., ADAMS, F. & RIEKEL, C. Study of the microgeometry of porous materials using synchrotron computed microtomography – *Applications of X-ray Computed Tomography in the Geosciences*. n. 215, p 39-49, 2005.

KAK, A. & SLANEY, M. Principles of computerized tomographic imaging - *IEEE Press*.
Electronic Copy (c) 1999.

KAPLAN, I. Física nuclear – *Editora Guanabara Dois S.A.* Rio de Janeiro RJ, 1978.

LEDERER, C. M. & SHIRLEY, V. S., Table of isotopes. Wiley - intercience publization,
John Wiley & Sons, INC., New York, 1978.

LIANG, Z.; Computer Generation and application of 3D reconstructed porous structure: from 2D images to the prediction of permeability - Tese de Doutorado. Depto Eng. de Produção, UFSC, 1997.

LIANG, Z. R., FERNANDES, C. P., MAGNANI, F. S. & PHILIPPI, P. C.; 1998. A reconstruction technique for 3-D porous media using image analysis and Fourier transforms - *Journal of Petroleum Science and Engineering*. v. 21/3-4, p. 273-283, 1998.

OLIVEIRA, M. V., PEREIRA, L. C., CAIRO, C. A. A., BELINATTI, C. E. Estudo de estrutura porosa em revestimento de titânio com processamento via metalurgia do pó – *Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais*. Natal 09 a 13 de novembro, 2002.

OLIVEIRA, L. F., Tomografia computadorizada tridimensional por transmissão de raios-X na análise e caracterização de objetos volumétricos - Tese (Doutorado), Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE Rio de Janeiro-RJ, 2002.

OLIVEIRA, M. V., VASCONCELLOS, L. M. R., CARVALHO, Y. R., CAIRO, C. A. A., PEREIRA, L. C., CAMPOS, J. B. Powder processing and “in vivo” evaluation of a titanium porous coating implant - *7th World Biomaterials Congress*. Sydney, may, 2004.

PHILLIPS, D. H. and LANNUTTI, J. J. Measuring physical density with X-ray computed tomography – *NDT&E International*. v. 30, n. 6, p. 339-350, 1997.

PHOGAT, V. K. & AYLMORE, L. A. G. - Evaluation of Soil structure by using computer assisted tomography - *Soil physics and hydrology*. v. 27, p. 313-323, 1989.

POTTKER, W. E. – Medida da porosidade de materiais amorfos por transmissão de raios gama - Dissertação (Mestrado). Universidade Estadual de Londrina, Londrina-PR, 2000.

PRATT, R.H. Atomic photoelectric effect at high energies - *Phys. Rev.* v. 117, p.1017-1028, 1960.

ROCHA, W. R. D., Determinação de parâmetros geométricos estruturais de espumas cerâmicas industriais por transmissão de raios gama e microtomografia de raios X. Tese (Mestrado) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina – PR, 2005.

RODRIGUES, L. E. Caracterização microestrutural de espumas industriais por transmissão de raios gama e microtomografia de raios X. Tese (Mestrado) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina – PR, 2004.

SALOMAN, E.B. and HUBBELL, J.H. X-ray attenuation coefficients (total cross sections): comparison of the experimental data base with recommended values of henke and the theoretical values of scofield for energies between 0.1-100keV - *National Bureau of Standards Report NBSIR*. p. 86-3431, 1986.

SALOMAN, E.B. and HUBBELL, J.H. Critical analysis of soft x-ray cross section data - *Nucl. Instr. Meth.* v. A255, p. 38-42, 1987.

SCHERER, C. M. S., Eolian dunes of the Botucatu Formation (Cretaceous) in southernmost Brazil: morphology and origin - *Sedimentary Geology*, v. 137, p. 63-84, 2000.

SCOFIELD, J.H. Theoretical photoionization cross sections from 1 to 1500keV - *Lawrence Livermore National Laboratory Rep. UCRL-51326*, 1973.

TESEI, L., CASSELER, F., DREOSSI, D., MANCINI, L., TROMBA, G., ZANINI, F. Contrast-enhanced X-ray microtomography of the bone structure adjacent to oral implants - *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*. V. 548, p. 257-263, 2005.

VINEGAR, H. J. e WELLINGTON, S. L. - Tomographic Imaging of Three-Phase Flow Experiments - *Rev. Sci. Instrum.* - v. 58 - no 1, p. 96 - 107, 1987.

WILLIAM, R. L. Techniques for nuclear and particle physics experiments - Springer-Verlag - Berlin - New York - London - Paris - Tokyo - Hong Kong - Barcelona - Budapest, 1994.