



UNIVERSIDADE  
ESTADUAL DE LONDRINA

---

LEONARDO CARMEZINI MARQUES

**ESTUDO DA POROSIDADE DE ARENITOS SINTÉTICOS  
POR TÉCNICAS NUCLEARES NÃO DESTRUTIVAS**

---

Londrina  
2008

LEONARDO CARMEZINI MARQUES

**ESTUDO DA POROSIDADE DE ARENITOS SINTÉTICOS  
POR TÉCNICAS NUCLEARES NÃO DESTRUTIVAS**

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  
2008

**COMISSÃO EXAMINADORA**

---

Prof. Dr. Carlos Roberto Appoloni  
Universidade Estadual de Londrina

---

Prof<sup>ª</sup>. Dr. Melayne Martins Coimbra  
Universidade Estadual de Londrina

---

Prof. Dr. José Martins de Oliveira Jr  
Universidade de Sorocaba

Londrina, \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de 2008.

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus e à toda minha família, pais, irmã e namorada, avó, tios, tias e primos, por sempre me apoiar em minhas decisões e incentivarem a sempre buscar algo melhor.

Ao Prof. Dr. e amigo Carlos Roberto Appoloni por aceitar me orientar durante este curso e pela amizade e confiança em todos os anos de interação com o laboratório.

Aos professores Melayne Martins Coimbra, Otávio Portezan Filho e José Martins de Oliveira Jr, pela participação em minhas bancas de defesa e/ou qualificação.

Aos amigos Anderson Camargo Moreira e Jaquiel Salvi Fernandes com os quais aprendi muito à respeito das técnicas empregadas neste trabalho.

A todos os membros do Laboratório de Física Nuclear Aplicada da Universidade Estadual de Londrina e amigos de universidade por toda interação e experiência de vida que pude presenciar até então.

Ao amigo Luiz Diego Marestoni por ser parceiro de curso de graduação, de laboratório, etc, e aos amigos que participaram e os que ainda participam da república em Londrina.

Às instituições PETROBRÁS, CAPES por conceder a minha bolsa de estudo, UEL e Depto de Física por fornecer a infra-estrutura necessária para desenvolvimento de minha pesquisa.

Agradecimento ao apoio técnico de Antonio Marcos Clemente de Moraes e Ricardo Mendes de Oliveira, bolsas Apoio Técnico CNPq – Edital 057-2005.

MARQUES, Leonardo Carmezini. *Estudo da Porosidade de Arenitos Sintéticos por Técnicas Nucleares não Destrutivas*. 2008. Dissertação (Mestrado em Física) – Universidade Estadual de Londrina.

## **RESUMO**

Neste trabalho, técnicas nucleares foram usadas para descrever características estruturais de amostras cerâmicas. Estas foram produzidas para servir como similares para arenitos e seu principal componente foi a sílica ( $\text{SiO}_2$ ). Três conjuntos dessas amostras, com características diferentes, foram analisadas com as metodologias de transmissão de raios gama e de microtomografia de raios X. Elas tiveram a função de descrever parâmetros como porosidade ponto a ponto e porosidade total média para transmissão de raios gama e porosidade de seções 2D, porosidade total média e distribuição de tamanho de poros para a microtomografia, além de investigar possíveis irregularidades no corpo da amostra. O sistema experimental da técnica de transmissão de raios gama consistiu de: um detector de NaI(Tl) com 2" x 2", uma fonte radioativa de  $^{241}\text{Am}$  (59,54 keV, 100 mCi), uma mesa micrométrica automática para movimento da amostra nas dimensões XZ e eletrônica padrão para espectrometria gama. Colimadores de chumbo com 2 mm de diâmetro foram colocados na saída da fonte e na entrada do detector. Para as medidas microtomográficas foi usado um sistema Skyscan, modelo 1172, com tubo de raios X com possibilidade de seleção de 20 – 100 kV de voltagem e uma câmera CCD. Com a transmissão de raios gama foi possível obter valores de porosidade global de 25,8 a 34,0 % e 24,8 a 29,2 % para as amostras em forma de paralelepípedo e cilindro, respectivamente, do conjunto de cerâmica I e 58,5 a 61,0 % e 57,1 a 61,7 % para as mesmas geometrias do conjunto de cerâmica II. As amostras analisadas pela microtomografia alcançaram resoluções de 1,73  $\mu\text{m}$ , 0,64  $\mu\text{m}$  e 1,28  $\mu\text{m}$  para as amostras das cerâmicas I, II e III, respectivamente. Essa metodologia proporcionou a obtenção de valores de porosidade total média de 26,6 a 29,4 %, 48,4 a 51,0 % e 28,2 a 30,6 % para os conjuntos cerâmicos I, II e III, respectivamente, assim como foram determinados os perfis de tamanho de poro para cada amostra.

**Palavras-chave:** microtomografia de raios X, transmissão de raios gama e porosidade.

MARQUES, Leonardo Carmezini. *Porosity Study of Synthetic Sandstones by Non-Destructive Nuclear Techniques*. 2008. Dissertation (MSc. in Physics) – State University of Londrina.

### **ABSTRACT**

In this paper, nuclear techniques have been used to describe structural characteristics of ceramic samples. These samples were produced to serve as simulates of sandstones and their mainly component was silica (SiO<sub>2</sub>). Three sets of these samples with different characteristics were analyzed with the gamma ray transmission and the X-ray microtomography. They had the function to describe parameters as porosity point to point and total average porosity, for the transmission case, and 2D sections average porosity, total average porosity and size porous distribution for microtomography, as well as to investigate possible irregularities in bulk sample. The experimental set up for the Gamma Ray Transmission technique consisted of: a 2" x 2" crystal NaI(Tl) detector, an <sup>241</sup>Am radioactive source (59.54keV, 100mCi), an automatic micrometric table for the sample XZ movement and standard gamma spectrometry electronics. Lead collimators with 2 mm diameter were placed on the source way out and on the detector entrance. The microtomographic measurements were done with a Skyscan system, model 1172, with a X-ray tube with 20 – 100 kV of voltage range and a CCD camera. Employing gamma ray transmission method was possible to obtain overall porosity values from 25.8 to 34.0 % and from 24.8 to 29.2 % for samples with parallelepiped and cylinder shape, respectively, for ceramic I set; from 58.5 to 61.0 % and from 57.1 to 61.7 % for the same geometric shape of ceramic II set. The samples analyzed by the microtomography achieved resolutions of 1.73 μm, 0.64 μm and 1.28 μm for samples of ceramic set I, II and III, respectively. This methodology provided average total porosity values from 26.6 to 29.4 %, from 48.4 to 51.0 % and from 28.2 to 30.6 % to I, II and III ceramic sets, respectively. The porous size profiles of each ceramic sample were also measured.

**Keywords:** X-ray microtomography, gamma ray transmission and porosity.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Efeito Fotoelétrico.....	24
Figura 2. Efeito Compton.....	26
Figura 3. Espalhamento Rayleigh.....	27
Figura 4. Espalhamento Thomson.....	28
Figura 5. Formação de Pares.....	29
Figura 6. Coeficiente de absorção total do chumbo, mostrando as contribuições da absorção fotoelétrica, espalhamento Compton e formação de pares (extraído de KAPLAN, 1978).....	31
Figura 7. Coeficientes de absorção total do Al, Cu, Sn e Pb (extraído de KAPLAN, 1978)...	31
Figura 8. Configuração de distribuição de contagens obtida quando da medida da resolução do feixe gama.....	35
Figura 9. (A) Imagem bidimensional formada por elementos de área e (B) Imagem tridimensional caracterizada por elementos de volume.....	37
Figura 10. Forma que os elementos estruturantes assumem com o aumento do raio.....	39
Figura 11. Operação de abertura. (A) imagem original com pixels coloridos representando a fase porosa, (B) resultado da operação de erosão na imagem A e (C) resultado da operação de dilatação na imagem B.....	40
Figura 12. Projeções paralelas dadas pelo arranjo de raios paralelos para diferentes ângulos.	44
Figura 13. Arranjo tomográfico com detectores alinhados na forma de um semicírculo.....	46
Figura 14. Arranjo tomográfico com mesmo ângulo entre as linhas de radiação incidente e com espaçamentos diferentes de chegada aos detectores.....	46
Figura 15. Ilustração para auxílio na transformação das coordenadas cartesianas em polares.	47
Figura 16. Parâmetros usados no algoritmo de reconstrução de imagem.....	48
Figura 17. Granito escaneado a energia de raios X de (A) 100 keV e (B) 200 keV (KETCHAM & CARLSON, 2001).....	50
Figura 18. Escaneamento através de uma coluna de 6” de diâmetro saprolite em um cano de PVC. Todas as imagens representam fatias de 1 mm de espessura feitas com a fonte de raios X a 420 kV e tempo de aquisição de 3 min (KETCHAM & CARLSON, 2001).....	52
Figura 19. Arenito proveniente do Cânion Guartelá, Paraná escaneado a uma resolução de 5 µm com sinais de artefatos.....	53

Figura 20. Software MCS/MCA-Plus sendo utilizado para levantar o espectro do $^{241}\text{Am}$ com enfoque no pico de 59,54 keV. ....	56
Figura 21. Programa SAMARA_V200.vi utilizado para gerenciar o funcionamento da mesa micrométrica e do tempo de cada medida. ....	57
Figura 22. Exemplo de imagem colorida e sua conversão em níveis de cinza (IMAGO®, Manual Científico, Versão 2.1.4, 2002). ....	58
Figura 23. Janela de níveis de cinza utilizada para binarização da imagem em escala de cinza (b) da Figura 19. ....	60
Figura 24. Esquema do aparato experimental utilizado na transmissão de raios gama. ....	65
Figura 25. Mesa micrométrica com detalhe da plataforma móvel e do motor de passo. ....	66
Figura 26. Esquema detalhado do detector. ....	67
Figura 27. Esquema básico de funcionamento de um microtomógrafo. ....	68
Figura 28. Representação simplificada de um Tubo de raios X (RADIAÇÕES IONIZANTES). ....	69
Figura 29. Espectro típico de um tubo de raios X com alvo de Tungstênio em função da tensão aplicada (VINEGAR & WELLINGTON, 1987). ....	70
Figura 30. Espectro de energia do feixe proveniente do tubo de raios X após atravessar um vaso de pressão e uma amostra composta por alumínio, água e arenito Berea. ....	71
Figura 31. Microtomógrafo SkyScan modelo 1172 juntamente com um computador para manipular as projeções obtidas (INSTRUCTION MANUAL SKYSCAN, 2005). ....	72
Figura 32. Microtomógrafo SkyScan, modelo 1172, com detalhe do movimentador de amostra. ....	72
Figura 33. Bloco de acrílico com furos de diâmetros 1, 2, 4 e 7 mm. ....	73
Figura 34. Esquema representativo da cuba de acrílico empregada para contenção da água durante o processo de transmissão neste meio. ....	74
Figura 35. Amostra de Linhas de nylon, inseridas em um tubo de vidro, elaborada para validação da microtomografia de raios X. ....	75
Figura 36. (A) Amostra em formato de paralelepípedo com dimensões 10 x 5 x 2 cm, (B) em formato de cilindro com 3,5 cm de diâmetro e 5,0 cm de altura, (C) paralelepípedo com dimensões 1 x 3 x 1 cm. ....	77
Figura 37. Seleção do pico de energia de 59,54 keV da fonte de $^{241}\text{Am}$ realizada com o software MCS-plus. ....	78

Figura 38. Distribuição dos valores de contagem obtidos para a varredura do furo de 1 mm pelo feixe gama. Medidas realizadas a passos de 200 $\mu\text{m}$ . As setas indicam a largura à meia altura. ....	79
Figura 39. Distribuição dos valores de contagem obtidos para a varredura do furo de 2 mm pelo feixe gama. Medidas realizadas a passos de 200 $\mu\text{m}$ . ....	80
Figura 40. Distribuição dos valores de contagem obtidos para a varredura do furo de 4 mm pelo feixe gama. Medidas realizadas a passos de 200 $\mu\text{m}$ . ....	80
Figura 41. Esquema geométrico dos pontos medidos nas amostra em forma de bloco. ....	83
Figura 42. Esquema geométrico dos pontos medidos nas amostra cilíndricas. ....	84
Figura 43. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra R1. ....	85
Figura 44. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra R2. ....	86
Figura 45. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra R3. ....	86
Figura 46. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra R4. ....	87
Figura 47. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra C1. ....	88
Figura 48. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra C2. ....	89
Figura 49. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra C3. ....	89
Figura 50. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra R1. ....	91
Figura 51. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra R2. ....	92
Figura 52. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra C1. ....	93
Figura 53. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra C2. ....	93
Figura 54. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra C3. ....	94
Figura 55. Imagens reconstruídas da amostra de esferas de vidro em um tubo também de vidro. (A) fatia 110 e (B) fatia 150. ....	96
Figura 56. Fatia 470 em tons de cinza obtida da reconstrução da microtomografia da amostra de linhas de nylon. Esta figura teve seu contraste e brilho alterados para melhor visualização. ....	97
Figura 57. Seleção realizada sobre a imagem em escala de cinza da fatia 300 para processo de binarização. Esta figura também teve contraste e brilho alterados. ....	98
Figura 58. Figuras obtidas a partir da janela de binarização para mostrar a diferença entre o resultado sem o filtro mediano, à esquerda e com a aplicação prévia do filtro mediano, à direita. ....	99
Figura 59. Histograma de tons de cinza gerado da fatia 300. ....	100
Figura 60. Imagem binarizada da fatia 300 após a aplicação do filtro mediano. ....	100

Figura 61. Porosidade em cada uma das 301 fatias utilizadas para caracterização da amostra de linhas de nylon.....	101
Figura 62. Imagem em tons de cinza da fatia 850 obtida da microtomografia da cerâmica I. ....	102
Figura 63. Área retangular selecionada na fatia 850 empregada no processo de binarização. ....	103
Figura 64. Binarização realizada ao limiar de 146 sobre a fatia 850 em tons de cinza.....	103
Figura 65. Valores de porosidade para cada fatia da amostra da cerâmica I. A linha azul representa a média, enquanto as vermelhas delimitam o intervalo de confiança de 95 % em torno da média. ....	104
Figura 66. Área selecionada para a binarização da fatia 688. Uma heterogeneidade pode ser observada nesta região da amostra. ....	105
Figura 67. Gráfico de valores de desvio padrão da média versus o número de fatias empregadas para obtenção destes para a amostra da cerâmica I. ....	105
Figura 68. Distribuição média de tamanho de poros da amostra da cerâmica I. No detalhe acima está ampliada a parte referente a poros maiores que 20 $\mu\text{m}$ . ....	107
Figura 69. Imagem em tons de cinza da fatia 918 da amostra da cerâmica II.....	108
Figura 70. Binarização realizada ao limiar de 109 sobre a fatia 918 em tons de cinza.....	108
Figura 71. Valores de porosidade para cada fatia da amostra da cerâmica II. A linha azul representa a média, enquanto as vermelhas delimitam o intervalo de confiança de 95 % em torno da média. ....	109
Figura 72. Distribuição média de tamanho de poros da amostra da cerâmica II.....	110
Figura 73. Imagem em tons de cinza da fatia 190 da amostra da cerâmica III. ....	111
Figura 74. Binarização realizada ao limiar de 103 sobre a fatia 190 em tons de cinza.....	111
Figura 75. Valores de porosidade para cada fatia da amostra da cerâmica III. A linha azul representa a média, enquanto as vermelhas delimitam o intervalo de confiança de 95 % em torno da média. ....	112
Figura 76. Imagens em tons de cinza e binarizadas das fatias 799 (A e B) e 678 (C e D)....	113
Figura 77. Imagem em escala de cinza da fatia 402.....	113
Figura 78. Gráfico de valores de desvio padrão da média versus o número de fatias empregadas para obtenção destes para a amostra da cerâmica II.....	114
Figura 79. Distribuição média de tamanho de poros da amostra da cerâmica III. No detalhe acima está ampliada a parte referente a poros maiores que 20 $\mu\text{m}$ . ....	115

Figura 80. Imagens em tons de cinza (A) fatia 850 da cerâmica I, (B) fatia 190 da cerâmica III e (C) fatia 918 da cerâmica II. .... 116

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Composição das cerâmicas em percentual das moléculas indicadas.....	76
Tabela 2. Características dos conjuntos cerâmicos. ....	76
Tabela 3. Valores de resolução obtidos para os furos de 1, 2 e 4 mm no bloco de acrílico.....	81
Tabela 4. Coeficientes de atenuação linear da água, obtidos da literatura e medido. ....	81
Tabela 5. Coeficiente de atenuação linear do alumínio obtido com o WinXcom e medido. ...	82
Tabela 6. Coeficiente de atenuação linear do cobre obtido com o WinXcom e medido.....	82
Tabela 7. Valor obtido para cada amostra em forma de paralelepípedo da cerâmica I e porosidade global para esse tipo de amostra. ....	87
Tabela 8. Valor obtido para cada amostra com forma cilíndrica da cerâmica I e porosidade global para esse tipo de amostra. ....	90
Tabela 9. Valores de porosidade encontrados com as medidas em confronto com aquele fornecido pelo fabricante para a cerâmica I.....	90
Tabela 10. Valor obtido para cada amostra em forma de paralelepípedo da cerâmica II e porosidade global para esse tipo de amostra. ....	92
Tabela 11. Valor obtido para cada amostra com forma cilíndrica da cerâmica II e porosidade global para esse tipo de amostra. ....	94
Tabela 12. Valores de porosidade encontrados com as medidas em confronto com aquele fornecido pelo fabricante para a cerâmica II. ....	95
Tabela 13. Valores de porosidade encontrados para a amostra de esferas de vidro.....	96
Tabela 14. Porosidade nominal da amostra da cerâmica I e os valores obtidos com as técnicas. ....	106
Tabela 15. Parâmetros selecionados para o processo de aquisição das projeções. ....	117

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>14</b>
<b>2. REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>16</b>
<b>2.1. TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA .....</b>	<b>16</b>
<b>2.2. MICROTOMOGRAFIA .....</b>	<b>17</b>
<b>3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....</b>	<b>22</b>
<b>3.1 RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA .....</b>	<b>22</b>
3.1.1 Raios Gama .....	22
3.1.2 Raios X.....	23
<b>3.2 INTERAÇÃO DA RADIAÇÃO COM A MATÉRIA.....</b>	<b>23</b>
3.2.1 Efeito Fotoelétrico .....	24
3.2.2 Efeito Compton .....	25
3.2.3 Espalhamento Rayleigh .....	27
3.2.4 Espalhamento Thomson .....	28
3.2.5 Formação de Pares.....	29
<b>3.3. COEFICIENTE DE ATENUAÇÃO .....</b>	<b>30</b>
3.3.1 COEFICIENTE DE ATENUAÇÃO LINEAR E DE MASSA.....	32
<b>3.4 TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA .....</b>	<b>32</b>
3.4.1 Determinação da Porosidade pela Técnica de Transmissão de Raios Gama.....	33
<b>3.5 MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X .....</b>	<b>35</b>
3.5.1 Caracterização Geométrica.....	36
3.5.2 Resolução de Imagens .....	41
3.5.3 Arranjos de Sistemas Tomográficos.....	42
3.5.4 Algoritmo de Reconstrução de Imagens.....	44
3.5.5 Artefatos e Efeito de Volume Parcial .....	49
3.5.5.1 <i>Beam Hardening</i> .....	49
3.5.5.2 <i>Ring Artifact</i> .....	51
3.5.5.3 Outros Artefatos .....	53
3.5.5.4 Efeito de Volume Parcial.....	54
<b>4. MATERIAIS.....</b>	<b>55</b>
<b>4.1 SOFTWARES LIGADOS ÀS TÉCNICAS .....</b>	<b>55</b>
4.1.1 Softwares Ligados à Transmissão de Raios Gama .....	55
4.1.1.1 Softwares MCS/MCA-Plus .....	55
4.1.1.2 Software SAMARA.....	56
4.1.2. Softwares Ligados à Microtomografia .....	57
4.1.2.1 Histograma de Níveis de Cinza .....	58
4.1.2.2 Pré-Processamento e Binarização de Imagens.....	59
4.1.3. Software WinXcom.....	61

4.1.3.1. Descrição do Software.....	61
4.1.3.2. Banco de Dados dos Elementos do WinXcom.....	62
4.1.3.3 Combinação e Interpolação no WinXcom.....	64
<b>4.2 ARRANJOS EXPERIMENTAIS</b> .....	<b>64</b>
4.2.1 Aparato para Transmissão de Raios Gama.....	65
4.2.1.1 Mesa Micrométrica.....	65
4.2.1.2 Fonte Radioativa.....	66
4.2.1.3 Detector de NaI(Tl).....	67
4.2.2 Aparato para a Microtomografia.....	68
4.2.2.1 Tubo de raios X.....	69
4.2.3. Sistema Microtomográfico SkyScan.....	71
<b>4.3. AMOSTRAS</b> .....	<b>73</b>
4.3.1. Resolução do Feixe.....	73
4.3.2. Amostras para Validação das Técnicas.....	73
4.3.2.1. Transmissão de Raios Gama.....	74
4.3.2.2. Microtomografia.....	75
4.3.3. Cerâmica.....	76
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>78</b>
<b>5.1. TRANSMISSÃO DE RAIOS GAMA</b> .....	<b>78</b>
5.1.1. Resolução do Feixe.....	79
5.1.2. Validação da Técnica.....	81
5.1.3. Amostras Cerâmicas.....	83
5.1.3.1. Cerâmica I.....	84
5.1.3.2. Cerâmica II.....	90
<b>5.2. MICROTOMOGRAFIA DE RAIOS X</b> .....	<b>95</b>
5.2.1. Validação da Técnica.....	95
5.2.1.1. Processo de Binarização.....	98
5.2.1.2. Caracterização Microestrutural.....	100
5.2.2. Cerâmica I.....	102
5.2.2.1. Processo de Binarização.....	103
5.2.2.2. Caracterização Microestrutural.....	104
5.2.3. Cerâmica II.....	107
5.2.3.1. Processo de Binarização.....	108
5.2.3.2. Caracterização Microestrutural.....	109
5.2.4. Cerâmica III.....	110
5.2.4.1. Processo de Binarização.....	111
5.2.4.2. Caracterização Microestrutural.....	112
<b>5.3 Análise do Processo de Obtenção de Imagens</b> .....	<b>115</b>
5.3.1. Parâmetros da Aquisição.....	116
5.3.2. Correção de Artefatos.....	117

<b>6. CONCLUSÕES .....</b>	<b>118</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>120</b>

## 1. INTRODUÇÃO

O petróleo é atualmente a principal fonte de energia e serve como base para a fabricação dos mais variados produtos, dentre eles destacam-se benzinhas, óleo diesel, gasolina, alcatrão, polímeros plásticos e até mesmo medicamentos. O petróleo, assim como o gás natural, é um recurso natural abundante encontrado tanto em terra quanto no mar, principalmente nas bacias sedimentares (onde se encontram meios porosos – reservatórios) e também em rochas do embasamento cristalino. Os hidrocarbonetos, portanto, ocupam espaços porosos em rochas, sejam eles entre grãos ou fraturas. Na perfuração de um poço em um possível reservatório, são efetuados estudos das potencialidades das estruturas acumuladoras (armadilhas ou trapas), principalmente através de sísmica que é o principal método geofísico para a pesquisa dos hidrocarbonetos. Essas pesquisas envolvem altos custos e a busca por outras técnicas capazes de fornecer dados a respeito das potencialidades petrolíferas dos constituintes dos poços de petróleo é de grande importância no processo de extração desse material (WIKIPÉDIA – Enciclopédia).

Uma técnica que pode ser usada para avaliar porosidade e, portanto, as características ligadas à acumulação de fluidos é a transmissão de raios gama. É uma técnica não destrutiva e rápida que fornece porosidade à escala milimétrica ou menor (APPOLONI & POTTKER, 2004). Pode-se obter os valores de porosidade ponto a ponto medidos em localizações do corpo da amostra, assim como o valor da porosidade total desta mesma.

Outra técnica envolvida com o estudo de parâmetros estruturais, porém à escala micrométrica, é a microtomografia de raios X. Ela fornece imagens bi e tridimensionais das quais é possível obter diversas características, tais como porosidade, distribuição de tamanho de poros e averiguação de irregularidades presentes no volume tridimensional escaneado (RATTANASAK & KENDALL, 2005). Através desta é possível estudar regiões volumétricas de materiais porosos sem danificá-lo, portanto também tem a característica de ser não destrutiva.

Este trabalho tem o objetivo de analisar amostras cerâmicas sintetizadas, principalmente, com sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e confeccionadas para atuarem como materiais similares a arenitos. Para tanto, as técnicas nucleares mencionadas anteriormente foram empregadas como métodos não destrutivos nesse estudo. A capacidade dessas técnicas foi testada em três conjuntos cerâmicos produzidos com características diferentes. Um total de 12 amostras de

dois desses conjuntos foram analisadas através da transmissão de raios gama e uma amostra de cada conjunto foi empregada no escaneamento microtomográfico. Os resultados fornecidos pelas duas técnicas puderam ser confrontados, assim como a comparação dos resultados individuais de cada uma com o fornecido pelo fabricante pôde ser efetuada.

## 2. REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1. Transmissão de Raios Gama

Appoloni, C. R. e Pottker, W. E. (2004) determinaram a porosidade de amostras de cerâmica porosa, rochas reservatório e do solo tipo TRe. Para tanto, foi utilizada a técnica de transmissão de raios gama e, para comparação, o método de Arquimedes (convencional). Neste estudo foi empregado o método da pastilha para a determinação do coeficiente de atenuação linear a ser utilizado para a determinação da porosidade da rocha reservatório. O sistema de transmissão gama consistiu de uma fonte radioativa de  $^{241}\text{Am}$ , colimador de chumbo com 0,002 m de diâmetro, detector cintilador de NaI(Tl) com 2 x 2 polegadas, eletrônica padrão de espectrometria gama conectada a um analisador multicanal e uma mesa micrométrica XYZ para posicionamento da amostra. O método demonstrou vantagens sobre a metodologia convencional sendo mais rápido e, ainda, não destrutivo. Além disso, fornece resultados da porosidade ponto a ponto e não apenas da porosidade total da amostra como no convencional. Das amostras utilizadas, a que gerou melhor concordância foi a espuma cerâmica devido ao grau de conectividade entre seus poros.

Baytas, A. F., Akbal, S. (2002) aplicaram a transmissão de raios gama para avaliar parâmetros do solo, como coeficiente de atenuação de massa, porosidade e fator capacidade de campo. As amostras de solo foram sujeitas a transmissão nas condições seca, irrigada gradualmente e drenada de água. Várias amostras de solo, de diferentes regiões da Turquia, foram estudadas. Neste trabalho foram utilizados um detector NaI(Tl), fótons do  $^{192}\text{Ir}$ ,  $^{137}\text{Cs}$  e  $^{60}\text{Co}$ , colimadores de 5 mm de diâmetro (tanto para a fonte como para o detector) e amostras com 5 x 5 cm de área transversal e 25 cm de comprimento. Foi obtido como resultado que o fator capacidade de campo decresce com a porosidade.

Oliveira, J. C. M, Appoloni, C. R. i, Coimbra, M. M., Reichardt, K., Bacchi, O. O. S., Ferraz, Silvia, E., S. C. e Galvão Filho, W. (1998) utilizaram a técnica de atenuação de raios gama para medir parâmetros de solo, estabelecer equações para o monitoramento de mudanças na distribuição de poros no solo e, principalmente, averiguar a viabilidade da

técnica para tal estudo. O arranjo experimental consistiu de uma fonte de  $^{241}\text{Am}$  (59,6 keV), detector de NaI(Tl) de 2 x 2 polegadas, colimadores com 2 mm de diâmetro e eletrônica padrão. As amostras de solo possuíam 4 cm de espessura e foram medidas por 360 s em 10 replicatas para cada dimensão de agregados. A técnica mostrou-se capaz de estudar a estrutura do solo, fornecendo porosidade total e também intra e inter agregados apenas da densidade do volume do solo.

## 2.2. Microtomografia

Appoloni, C. R., Fernandes, C. P. e Rodrigues, C. R. O. (2007) e Appoloni, C. R., Rodrigues, C. R. O. e Fernandes, C. P. (2005) utilizaram um scanner de tomografia computadorizada de raios X de microfoco para caracterizar o espaço de poro de uma rocha de reservatório arenítico. Neste trabalho são evidenciados os conceitos relacionados à técnica empregada. Foi empregado um Skyscan 1072 usando um anodo de tungstênio e operado a 60 kV e 165  $\mu\text{A}$ . A detectibilidade do equipamento variou de 2 a 5  $\mu\text{m}$ , dependendo da dimensão e composição da amostra. Passos angulares de 0,45° indo de 0 a 180° foram utilizados na aquisição. As imagens obtidas tinham resolução tão alta quanto aquelas fornecidas pelo microscópio óptico petrofísico. A técnica mostrou-se de alta confiabilidade para tal estudo, fornecendo os perfis de porosidade ao longo da amostra, assim como a porosidade global média e a distribuição de tamanho de poros média. Além disso, superou limitações do modelo estocástico em medir poros com dimensões superiores a 100  $\mu\text{m}$ .

Gallucci, E., Scrivener, K., Groso, A., Stampanoni, M. e Margaritondo, G. (2007) avaliaram a microestrutura de massas de cimento com idades de 1 a 60 dias através da microtomografia síncrotron. A energia empregada foi de 12,5 a 15 keV, porém a corrente foi mantida em 200 mA. 1001 projeções foram obtidas utilizando passos angulares de 0,18° a um tempo de exposição de 3 s. A resolução de pixel alcançada foi de 0,6835  $\mu\text{m}$ . As fatias reconstruídas foram fornecidas por um algoritmo de retro projeção filtrada. Comparação entre aquisições realizadas a quatro magnificações diferentes mostra a variação na porosidade

originada pela insuficiência na resolução. Além da porosidade, vários outros parâmetros são obtidos como, por exemplo, conectividade.

Burlion, N., Bernard, D. e Chen, D. (2006) simularam os efeitos da infiltração de água em cimento utilizando amostras desse material submetidas à infiltração por uma solução de nitrato de amônia que causa os mesmos efeitos e produtos que a água, porém, com uma cinética 300 vezes mais rápida. Neste trabalho a microtomografia de raios X síncrotron foi empregada em 4 etapas do processo de lixiviação de modo a obter a variação do coeficiente de atenuação linear e dos poros em diversos pontos da amostra e a evolução da frente de lixiviação. Foi usado um feixe monocromático de 27 keV para aquisição de 900 radiografias utilizando iguais passos angulares de 0 a 180°. A resolução obtida foi de 7,46  $\mu\text{m}$  e a reconstrução procedida com um algoritmo de retro projeção filtrada. A técnica permitiu determinar quantitativamente a evolução do conteúdo de cálcio na fase sólida através das variações no coeficiente de atenuação. Pelas imagens 2D foi possível perceber que os agregados de silício não desempenham papel significativo no processo de lixiviação. Com todos os resultados, a viabilidade da técnica em medir a variação da porosidade devido ao processo de lixiviação foi comprovada.

McDonald, S. A., Schneider, L. C. R., Cocks, A. C. F., Withers, P. J. (2006) utilizaram a técnica de microtomografia de raios X para descrever o movimento de pó de alumínio durante a transferência, levado por um compactador de policarbonato em um molde cilíndrico contendo uma mistura de pó não compactado de alumínio/estanho. O X-Ted HMXST foi usado como conjunto tomográfico e radiográfico de raios X com fonte de 225 keV. A dimensão característica do voxel na reconstrução foi de 27  $\mu\text{m}$ . A microtomografia e a correlação de imagens 2D foram combinadas para estabelecer uma metodologia para estudar o movimento e densificação do pó, durante a transferência e compactação, por partículas marcadoras altamente atenuantes.

Moreira, A., C. (2006) faz uso das técnicas de microtomografia de Raios X e transmissão de raios gama para estudar a caracterização microestrutural de pastilhas cerâmicas de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), pastilhas de carbetto de boro ( $\text{B}_4\text{C}$ ), arenitos basálticos e titânio poroso. Para a transmissão de raios gama foi utilizada uma fonte de  $^{241}\text{Am}$  e um detector de  $\text{NaI}(\text{TI})$  e na microtomografia foram empregados um sistema Fein Focus e o sistema Skyscan modelo 1172. Para as medidas com a microtomografia, foram empregadas resoluções com 19

mm, 11 mm e 3,8 mm. Com os resultados, foi possível comparar a necessidade ou não de empregar melhores resoluções para o estudo de determinada amostra.

Bernard, D., Gendron, D., Heintz, J., Bordère, S. E Etourneau, J. (2005) estudaram as evoluções microestruturais sofridas por amostras submetidas ao processo de sinterização. Foram utilizados dois materiais, pó de vidro aquecido a 700 °C e pó de borato de lítio cristalizado ( $\text{Li}_6\text{Gd}(\text{BO}_3)_3$ ) tratado à 720 °C. Os grãos de forma regular tinham dimensões de 100 e 200  $\mu\text{m}$ . As amostras foram estudadas com a microtomografia de raios X síncrotron durante o tempo máximo de 190 minutos com a energia de 17,5 keV, o que rendeu 900 projeções e, aproximadamente, 100 imagens de referência, trabalhando com um resolução de 2  $\mu\text{m}$ . Diferentes seções 2D foram realizadas a uma mesma altura da amostra e em estádios diferentes de sinterização para avaliar a evolução desta. O volume 3D reconstruído possuía as dimensões de 200  $\mu\text{m}^3$ . A porosidade obtida para o volume total e para o subvolume utilizado teve boa concordância. Estes demonstraram a densificação que ocorre durante o processo (aumento do volume dos grãos, diminuição dos poros, comportamento dos necks,...). Os estudos mostraram que o borato de lítio apresenta um sistema mais complexo que a amostra de vidro.

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.

Taud, H., Martinez-Angeles, R., Parrot, J. F. e Hernandez-Escobedo, L. (2005) utilizaram imagens tomográficas para determinar porosidade em amostras utilizando um método criado por eles e baseado no número tomográfico. A técnica foi nomeada “Método do Nível de Cinza” e baseia-se no histograma da imagem. Os parâmetros utilizados foram: 130 kV, 125 mA e 500 mAs. A matriz da imagem de 512 x 512 pixels para slides de 2 mm de espessura. No método não foram usadas técnicas de segmentação nem parâmetros selecionados pelo usuário (como threshold). A avaliação do método é feita pela comparação com o método convencional e boa concordância foi obtida.

Appoloni, C. R., Fernandes, C. P., Innocentini, M. D. E, Macedo, A. (2004) obtiveram parâmetros microestruturais de filtros de espuma cerâmica utilizando microtomografia de raios X e análise de imagens. Amostras de espumas cerâmicas de 60, 75 e 90 ppi foram estudadas utilizando-se um tomógrafo de primeira geração. O tubo de raios X do equipamento com 3 kW de potência operou a 70 kV e 10 mA e 50 kV e 23 mA. Um filtro de Sn foi empregado para obter linhas praticamente monoenergéticas a 58,5 e 28,3 keV. 225 projeções foram obtidas, sendo que o tempo de aquisição de cada projeção foi de 5 s. Foi possível obter a distribuição de raios de poro, porosidade total e função de autocorrelação normalizada. Também foi realizado um método muito simples de análise microtomográfica de transepto que também forneceu bons resultados.

Rodrigues, L., E.(2004) empregou as técnicas de transmissão de raios gama e de microtomografia de raios X para medir a porosidade total de amostras de espumas de alumínio e espumas cerâmicas de carbetto de silício (SiC). Foram medidas amostras de espumas de alumínio com 10, 20, 30, 40 e 45 ppi e espumas cerâmicas de SiC com 20, 30, 45, 60, 75, 80 e 90 ppi por transmissão de raios gama e as amostras de SiC de 60, 75 e 90 ppi também foram analisadas por microtomografia de raios X. O aparato de transmissão de raios gama consiste, basicamente, de uma fonte de  $^{241}\text{Am}$  e um detector de NaI(Tl). Para a microtomografia, o equipamento utilizado foi um sistema Fein Focus que foi capaz de fornecer imagens com resolução de 53,48  $\mu\text{m}$ .

Farber L., Tardos, G. e Michaels, J. N. (2003) utilizaram a microtomografia de raios X para avaliar a microestrutura de grânulos farmacêuticos. Os parâmetros estudados foram a porosidade total, a distribuição de tamanho de poros e a estrutura geométrica dos poros nos grânulos. Os resultados da porosidade e distribuição de tamanho de poros da microtomografia

foram comparados com os da porosimetria de mercúrio. O microtomógrafo utilizado foi um Skyscan 1072 com resolução melhor que 4  $\mu\text{m}$ . O escaneamento foi realizado de 0 a 180°, com passos de 0,9° a uma potência de 4 W. O tempo de aquisição foi de 1 hora e durante a aquisição foram utilizados filtro médio e correção geométrica. A dimensão da seção transversal do pixel foram 11 e 3,42  $\mu\text{m}$  para as amostras LS e HS, respectivamente. A microtomografia possui precisão inferior à porosimetria para medida da porosidade total, porém é capaz de fornecer informações morfológicas que não podem ser medidas com aquela. Além disso, ela fornece medida precisa da distribuição de tamanho de poros.

Van Geet, M., Lagrou, K. e Swennen, R. (2003) averiguaram a viabilidade da técnica de tomografia computadorizada de raios X de microfoco em ligar a petrofísica e a petrografia. Para tanto, a técnica foi empregada na avaliação microestrutural de amostras de calcário e arenito. Em ambos os casos os resultados eram comparados com estudos realizados, em paralelo, por microscopia óptica de reflexão. O equipamento empregado foi um Skyscan 1072, com tensão aplicada de 130 kV ou 100 kV a 300  $\mu\text{A}$ . O tempo de escaneamento foi de 3 horas para cada objeto. A dimensão do voxel foi de 22  $\mu\text{m}$  para amostras com 8 mm de diâmetro. Os métodos utilizados para eliminação dos artefatos foram a dual-energy, para amostras heterogêneas, e a linearização para amostras homogêneas (calcário). Neste trabalho a microtomografia mostrou-se capaz de realizar tal ligação já que os resultados 3D desta concordaram muito bem com análises 2D da microscopia.

### **3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA**

#### **3.1 Radiação Eletromagnética**

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).

Para o tipo de estudo realizado neste trabalho, a radiação eletromagnética é a mais recomendada devido, por exemplo, a seu alto poder de penetração. Portanto, os raios gama e também os raios X serão o tipo de radiação focalizada neste capítulo de revisão teórica.

##### **3.1.1 Raios Gama**

Assim como a estrutura de camada eletrônica do átomo, os núcleos possuem níveis de energias discretos. Transições entre esses níveis podem ser feitas por emissão (ou absorção) de radiação eletromagnética de energia igual à diferença entre os níveis participantes na transição. Tal radiação caracteriza a energia de ligação do núcleo e recebe o nome de raios gama (LEO, 1993).

Os raios gama são ondas eletromagnéticas extremamente penetrantes e interagem com a matéria pelo Efeito Fotoelétrico, Efeito Compton, pela Produção de Pares ou outros processos (APPOLONI E MELQUIADES, 1997).

### 3.1.2 Raios 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) de elétrons em tubos de raios X ou em outras situações equivalentes envolvendo partículas carregadas. O espectro de energia dos raios X atômicos é discreto e interage com a matéria através do efeito fotoelétrico, Compton e espalhamentos Rayleigh e Thomson.

Os raios X são ondas eletromagnéticas, exatamente como os raios gama, diferindo apenas quanto à origem, pois os raios Gama se originam dentro do núcleo atômico.

### 3.2 Interação da Radiação com a Matéria

A completa compreensão de como a radiação interage com a matéria é de fundamental importância. Na área médica, é relevante saber quais os danos que cada tipo de radiação pode causar quando em contato com o tecido do corpo. Já no caso da aplicabilidade das radiações eletromagnéticas para o estudo de materiais, faz-se necessário conhecer quais os fatores que influirão diretamente no quanto tal radiação é atenuada em uma dada amostra.

Um fator de grande importância é o contraste entre a intensidade do feixe de radiação incidente e o transmitido. Dessa maneira, torna-se de grande relevância a escolha de uma fonte radioativa adequada ao tipo de medida que se pretende desenvolver. Não é conveniente optar por uma fonte que conduza a muito alto contraste (fonte pouco energética) ou por uma de energia demasiadamente elevada para estudo de determinado material (baixo contraste). Ambos os casos conduziram a estatísticas ruins dentro dos resultados das medidas.

Um outro fator que influi na atenuação do feixe de radiação é a espessura da amostra. Cada tipo de amostra possui um valor, chamado “espessura ótima”, em que é otimizada a relação entre a transmissão e o espalhamento do feixe. O emprego de uma

amostra com essa característica interfere na escolha dos tempos de medidas de modo a otimizá-los (MUDAHAR, 1985). O modo de calcular essa espessura é mostrado na equação (1):

$$d = aE \quad (1)$$

onde  $d$  representa a “espessura ótima,  $a$  é uma constante (0,032 cm/keV) e  $E$  é a energia, em keV) da fonte empregada.

### 3.2.1 Efeito Fotoelétrico

O Efeito Fotoelétrico envolve a absorção de toda a energia de um fóton por um elétron atômico com a ejeção subsequente do elétron do átomo. A energia cinética do elétron ejetado é então:

$$T = h\nu - E_K \quad (2)$$

onde  $h\nu$  é a energia do fóton incidente e  $E_K$  é a energia de ligação do elétron na camada  $K$  (LEO, 1993).

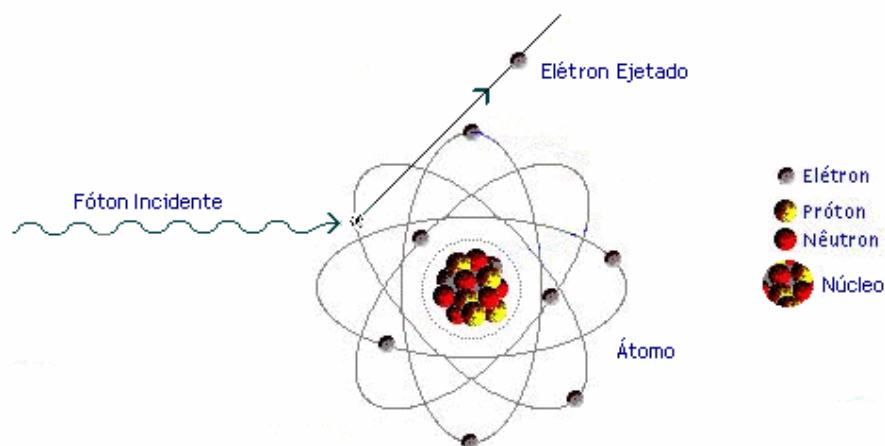


Figura 1. Efeito Fotoelétrico.

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 raios X ou de elétron Auger, produzido pelo efeito fotoelétrico interno do átomo (KAPLAN, 1978, APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

A equação (3) 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).

$${}_a\tau_K = \varphi_0 Z^5 \alpha^4 2^{5/2} (mc^2/h\nu)^{7/2} \quad (3)$$

onde  ${}_a\tau_K$  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;  $\alpha$  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. Na matéria, os elétrons estão ligados, entretanto, se a energia do fóton é alta em relação à energia de ligação, esta última energia pode ser ignorada e os elétrons podem ser considerados como essencialmente livres. Os elétrons são ejetados com uma certa energia cinética e o fóton é espalhado com energia menor que a incidente (LEO, 1993, APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

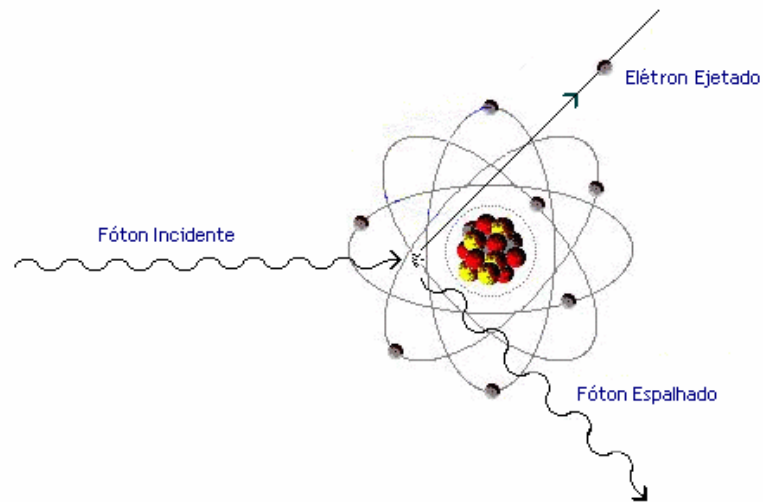


Figura 2. Efeito Compton.

As energias dos fótons incidente e espalhado são representadas como:

$$E = h\nu \quad (4)$$

$$E' = \frac{E}{1 + \alpha(1 - \cos\theta)} \quad (5)$$

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

A equação (6) mostra a seção de choque total ( $\text{cm}^2/\text{átomo}$ ) do espalhamento Compton, onde pode-se notar que a dependência do número atômico  $Z$  é linear (KAPLAN, 1978).

$$\sigma_c = 2Z\pi r_0^2 \left\{ \frac{1 + \alpha}{\alpha^2} \left[ \frac{2(1 + \alpha)}{1 + 2\alpha} - \frac{1}{\alpha} \ln(1 + 2\alpha) \right] + \frac{1}{2\alpha} \ln(1 + 2\alpha) - \frac{1 + 3\alpha}{(1 + 2\alpha)^2} \right\} \quad (6)$$

onde  $\alpha = h\nu/mc^2$ ,  $h\nu$  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 fóton incidente sofre apenas um desvio da sua trajetória inicial ao interagir com o campo dos elétrons ligados. Neste processo, todos os elétrons no átomo participam de maneira coerente. Há apenas uma mudança no momento linear do fóton, mas sua energia inicial é conservada (HUBBELL, GIMM E OVERBO, 1980, LEO, 1993, APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

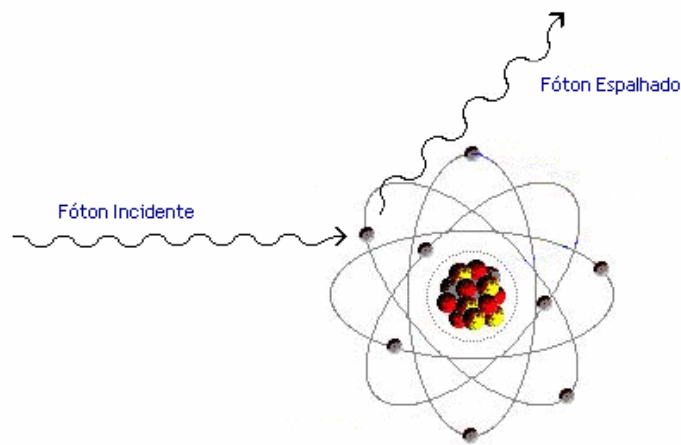


Figura 3. Espalhamento Rayleigh.

A equação (7) mostra a dependência da seção de choque ( $\text{cm}^2/\text{átomo}$ ) com o número atômico (KAPLAN, 1978).

$$d\sigma_R = r_0 |f_\theta|^2 \frac{1 + \cos^2 \theta}{2} d\Omega \quad (7)$$

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

### 3.2.4 Espalhamento Thomson

O espalhamento Thomson ocorre quando um fóton interage elasticamente com o campo dos elétrons do material fazendo estes oscilarem. Esta oscilação irradia uma nova onda na mesma fase e frequência da onda da radiação incidente. A energia inicial do fóton é conservada com mudança no seu momento linear (BURCHAM, 1974, APPOLONI e MELQUÍADES, 1997).

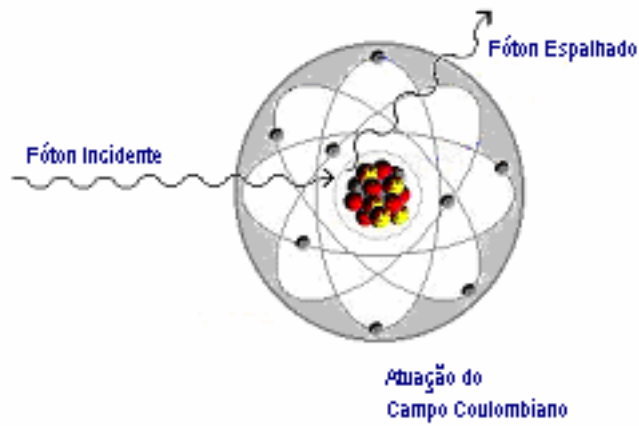


Figura 4. Espalhamento Thomson.

A seção de choque ( $\text{cm}^2/\text{átomo}$ ) do espalhamento Thomson é dada pela equação (8) (KAPLAN, 1978).

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

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).

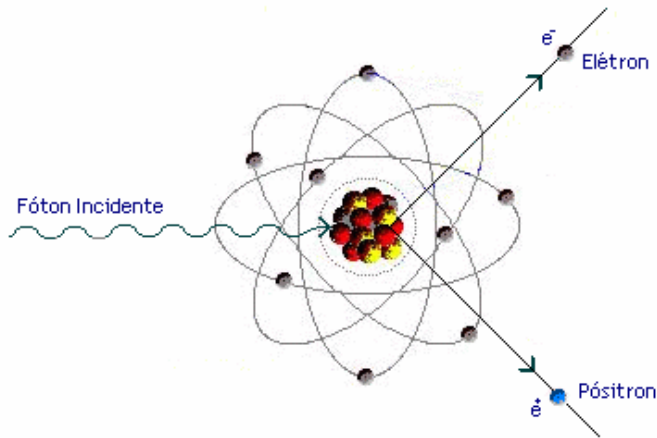


Figura 5. Formação de Pares.

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 (9) (KAPLAN, 1978).

$$d\sigma_p = \frac{\sigma_0 Z^2 P}{h\nu - 2mc^2} dT_+ \quad (9)$$

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

### 3.3. Coeficiente de Atenuação

Os processos mais significativos, no que diz respeito à interação de um fóton de baixa energia pela matéria, são o Espalhamento Elástico (Rayleigh e Thomson), Efeito Fotoelétrico, o Espalhamento Compton e a Produção de Pares (APPOLONI e MELQUÍADES, 1997). Então, a probabilidade total da interação de um fóton na matéria é a soma das seções de choque individuais para tais efeitos:

$$\sigma = \sigma_R + \sigma_F + \sigma_P + Z\sigma_C \quad (10)$$

onde  $\sigma_R$ ,  $\sigma_F$ ,  $\sigma_P$  e  $\sigma_C$  representam as seções de choque para o Espalhamento Elástico, Efeito Fotoelétrico, Produção de Pares e Espalhamento Compton, respectivamente, e  $Z$  é o número atômico do material alvo. Multiplicando  $\sigma$  pela densidade de átomos,  $N$ , obtém-se a probabilidade por unidade de comprimento para uma interação (LEO, 1993):

$$\mu = N(\sigma_R + \sigma_T + \sigma_P) + ZN\sigma_C \quad (11)$$

A probabilidade fornecida pela equação (11) é mais comumente conhecida como o coeficiente de absorção total e é o inverso do livre caminho médio de um fóton (LEO, 1993).

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  $Z$ .

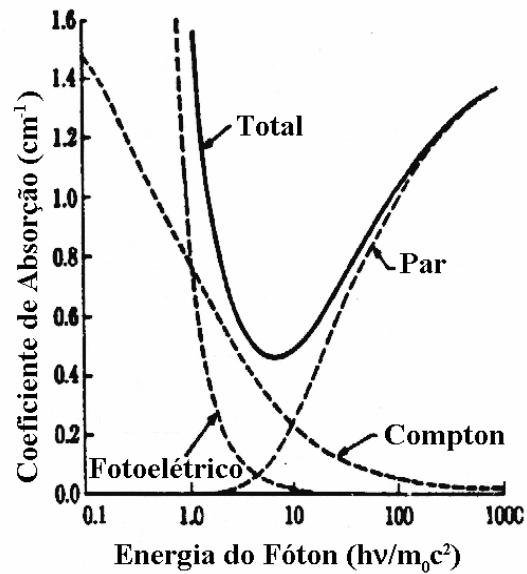


Figura 6. Coeficiente de absorção total do chumbo, mostrando as contribuições da absorção fotoelétrica, espalhamento Compton e formação de pares (extraído de KAPLAN, 1978).

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

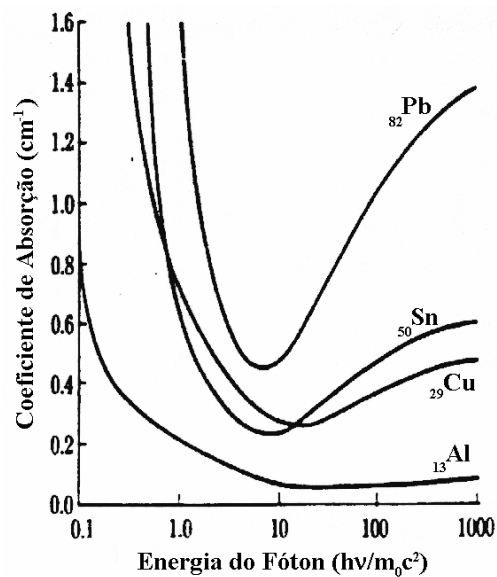


Figura 7. Coeficientes de absorção total do Al, Cu, Sn e Pb (extraído de KAPLAN, 1978).

### 3.3.1 Coeficiente de Atenuação Linear e de Massa

A passagem da radiação eletromagnética através da matéria se caracteriza por uma absorção exponencial e é descrita pela Lei de Lambert-Beer:

$$I = I_0 e^{-\mu'x} \quad (12)$$

onde  $x$  representa a espessura do material usado como amostra (cm),  $\mu'$  o coeficiente de atenuação linear ( $\text{cm}^{-1}$ ),  $I_0$  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. O coeficiente de atenuação linear  $\mu'$ , que aparece na equação (12), pode ser definido como:

$$\mu' = \mu\rho \quad (13)$$

onde  $\mu$  é o coeficiente de atenuação de massa ( $\text{cm}^2/\text{g}$ ), e  $\rho$  é a densidade volumétrica da amostra ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ).

### 3.4 Transmissão de Raios Gama

A técnica de transmissão de raios gama baseia-se na atenuação sofrida por um feixe de radiação quando este é transmitido através de um meio material. A equação (12) representa a Lei de Lambert-Beer que descreve tal atenuação. Esta relaciona a intensidade da radiação proveniente de uma fonte conhecida com parâmetros físicos da amostra irradiada, como espessura e densidade, onde a densidade está relacionada com o coeficiente de atenuação linear do material ( $\mu'$ ). A equação (13) mostra esta relação onde também aparece o coeficiente de atenuação de massa ( $\mu$ ) que, nem sempre é conhecido e, em casos como este, faz-se o uso de valores tabelados encontrados na literatura ou do software WinXCOM, que é o mais indicado e foi adotado neste trabalho. Tal software será apresentado 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. Por isso, blindagem adequada, cautela no manuseio do equipamento e indicação de fonte exposta são cuidados a serem levados em conta a favor da proteção radiológica. O material radioativo é blindado com placas de chumbo e a radiação utilizada é liberada por colimadores cuja saída é controlada por uma janela removível. Dessa maneira, a radiação empregada adquire a forma de um feixe cilíndrico, direcionado e percorre um trajeto definido até atingir a amostra e depois o detector, cuja função é repassar as informações para a eletrônica.

As amostras a serem analisadas são posicionadas entre a fonte e o detector. O tempo de irradiação para cada material depende da sua densidade e da energia da radiação emitida pela fonte. O dado obtido é a contagem de pulsos de tensão gerados pelo detector, o que ocorre durante um intervalo de tempo determinado de irradiação e a razão entre estas duas grandezas 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, significa que alguma alteração das propriedades físicas do material ocorreu, como, por exemplo, alteração na porosidade ou na densidade. Desta forma, é possível analisar a 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 dos volumes vazios dentro de um volume total por ela ocupado no espaço. Sua porosidade ( $\phi$ ) é dada pela razão entre estes volumes, na forma de porcentagem, e pode ser definida pela equação (14). A arquitetura que constitui a estrutura da amostra é denotada por “*matriz*”.

$$\phi = 100 \left( \frac{V_v}{V} \right) \quad (14)$$

onde  $\phi$  é a porosidade total,  $V_v$  e  $V$  são a soma dos volumes vazios e o volume total da amostra, respectivamente.

Para o uso da técnica de transmissão de raios gama, em termos de coeficiente de atenuação linear (PHOGAT & AYLMOORE, 1989), podemos escrever a equação (14) da seguinte maneira:

$$\phi = 100 \left( \frac{\mu_p - \mu_s}{\mu_p} \right) \quad (15)$$

onde  $\mu_s$  é o coeficiente de atenuação linear da amostra e  $\mu_p$  é o coeficiente de atenuação linear do material que constitui a amostra, conhecido como coeficiente de atenuação linear de partícula da amostra. Como pode-se notar através da equação (13), este coeficiente tem relação direta com a densidade de partícula da amostra ( $\rho_p$ ), a qual é a relação entre a massa da parte sólida pelo volume ocupado por essa mesma quantidade .

### 3.4.1 Medida da Resolução do feixe de Radiação

Tanto à saída da fonte como à entrada do detector, foram utilizados colimadores com 2 mm de diâmetro. Dessa forma, as contagens obtidas em determinada posição de dada amostra são referentes a um volume, uma vez que a secção transversal do feixe de radiação possui uma área relativa ao diâmetro de tais colimadores.

Para medir tal resolução, pode-se varrer um orifício de diâmetro conhecido com o feixe gama proveniente do sistema de colimação. Dessa maneira, valores de contagem desde um mínimo, passando por um máximo e, finalmente, retornando ao mínimo podem ser obtidos. Esse procedimento conduz a uma distribuição de contagens tal como a representada

na Figura 8. Nesta estão indicados a altura máxima do pico (centróide), à meia altura e a largura à meia altura, a qual é a resolução do pico e, conseqüentemente, do feixe.

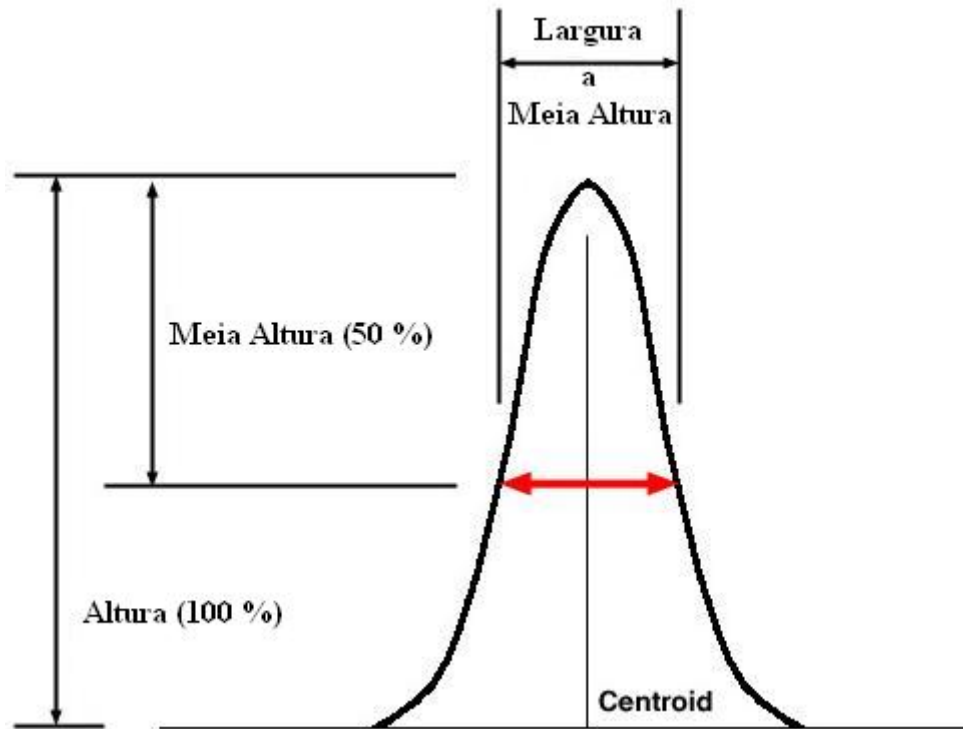


Figura 8. Configuração de distribuição de contagens obtida quando da medida da resolução do feixe gama.

### 3.5 Microtomografia de Raios X

A microtomografia computadorizada de raios X ( $\mu$ -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 do CAT (*Computed Axial Tomography*), que é uma metodologia tomográfica usada em diagnósticos médicos, baseada na tomada de dados a partir da translação de fonte e detector em torno de um paciente (TESEI et al. 2005). É aplicada a amostras de pequenas dimensões e alcança alta resolução espacial.

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 a qual é projetada em

uma câmera CCD (charge-coupled devices), que é 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 provenientes da aplicação de um algoritmo de reconstrução no conjunto de 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. O número de projeções obtido depende do intervalo angular selecionado,  $0^\circ$  a  $360^\circ$  ou de  $0^\circ$  a  $180^\circ$ , e do passo angular entre duas exposições consecutivas.

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, porém não é igual em formatos internos (matriz e poros), 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 microtomográficos, 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 & LANNUTTI, 1997). Entretanto, equipamentos microtomográficos modernos, que usam como fonte tubos de raios X, estão sendo cada vez mais aperfeiçoados e atingindo resoluções de imagens da ordem de  $< 1 \mu\text{m}$  com tempo de exposição cada vez mais otimizados.

Além disso, a técnica 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**

Uma imagem digital é caracterizada por elementos de área ou de volume, dependendo se a imagem é bi ou tridimensional. Um pixel é o menor elemento de área que caracteriza uma

imagem digital bidimensional. Em uma imagem microtomográfica ele é a representação, em tons de cinza, do coeficiente de atenuação das porções da amostra (dispostas em linha) por onde o feixe de raios X passou. As dimensões de um pixel são definidas pela resolução espacial empregada. Por isso, quanto melhor a resolução, maior a quantidade e menor a área dos pixels que formam uma imagem. Um voxel, similarmente ao pixel, é o menor elemento de volume que caracteriza uma imagem digital tridimensional. Uma representação esquemática destes dois elementos é mostrada na Figura 9.

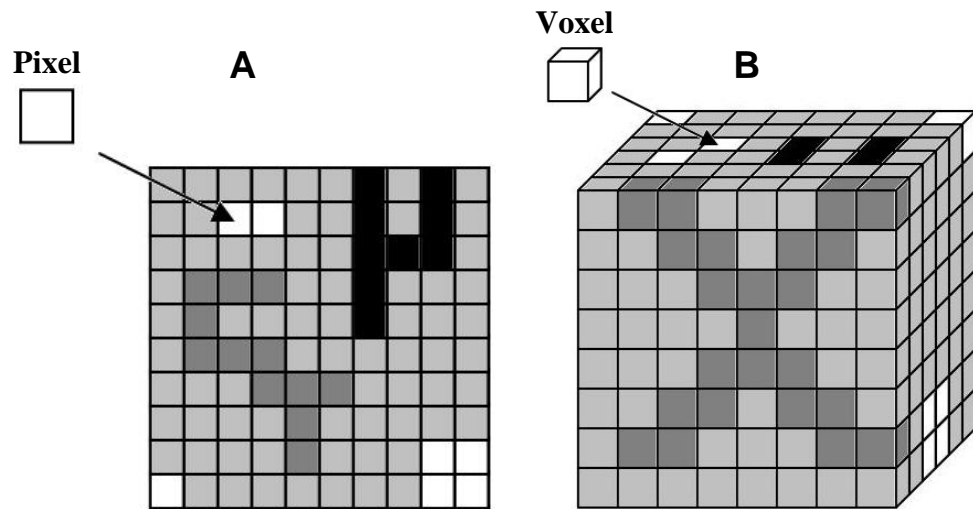


Figura 9. (A) Imagem bidimensional formada por elementos de área e (B) Imagem tridimensional caracterizada por elementos de volume.

O meio poroso, representado em uma imagem microtomográfica 2D binária, pode ser caracterizado pela função de fase de poro  $Z(\mathbf{x})$  (IMAGO®, Manual Científico, Versão 2.1.4, 2002):

$$Z(\mathbf{x}) = \begin{cases} 1 & \text{quando } \mathbf{x} \text{ pertence ao espaço poroso} \\ 0 & \text{quando não pertence} \end{cases} \quad (16)$$

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

$$\phi = \langle Z(\mathbf{x}) \rangle \quad (17)$$

$$C(\mathbf{u}) = \langle Z(\mathbf{x})Z(\mathbf{x} + \mathbf{u}) \rangle \quad (18)$$

$$R(\mathbf{u}) = \frac{\langle [Z(\mathbf{x}) - \phi][Z(\mathbf{x} + \mathbf{u}) - \phi] \rangle}{\phi - \phi^2} \quad (19)$$

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

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

Enquanto a porosidade é dada pela probabilidade de um pixel arbitrário pertencer á fase porosa, a função de auto correlação  $C(\mathbf{u})$  fornece a probabilidade de se encontrar dois pixels, separados por  $\mathbf{u}$ , 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 binária, comparando os objetos de interesse (poros ou grãos, por exemplo) a outro de forma e métrica conhecidas, para tal faz-se o uso de “elementos estruturantes”. Estes elementos possuem métricas diferentes da Métrica Euclidiana, por exemplo, as Métricas  $D_4$ ,  $D_8$  ou  $D_{3-4}$ . As métricas citadas prescrevem a conexão entre um pixel aleatório de interesse e sua vizinhança. Dessas, a Métrica  $D_{3-4}$  foi utilizada para determinação da distribuição de tamanho de poros neste trabalho e é a que mais se aproxima da Métrica Euclidiana.

Na Figura 10 pode-se observar o formato que os elementos estruturantes assumem, cada qual relativo a sua métrica. Estes formatos assumidos são as formas relativas a discos euclidianos (ou em 3D, bolas euclidianas) no espaço discreto.

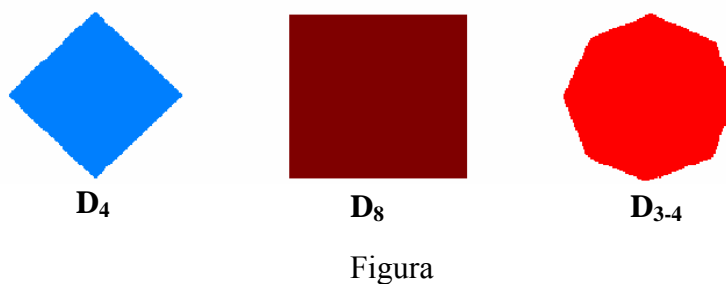


Figura 10. Forma que os elementos estruturantes assumem com o aumento do raio.

As operações de base da morfologia matemática para a determinação da distribuição de tamanho de poros são a erosão e a dilatação. A operação de erosão consiste em varrer toda a imagem com o pixel central de um elemento estruturante, e na fase em que o elemento estiver totalmente contido, o pixel central será conservado e, os demais, descartados. Na Figura 11 (A) os pixels coloridos representam a fase a ser erodida, e o resultado pode ser visto na imagem (B). A operação de dilatação é realizada também com a varredura de toda a imagem com o pixel central do elemento estruturante, e neste caso, quando o pixel central coincidir com um pixel da fase a ser dilatada, todos os pixels relativos ao elemento estruturante passam a ser também desta fase. Se esta operação for realizada sobre a Figura 11 (B), os pixels acrescentados serão os demarcados em vermelho na imagem (C), os pixels vermelhos e azuis da imagem resultante (C) fazem agora parte da mesma fase. Uma operação de abertura seria realizar uma operação de erosão seguida de uma operação de dilatação. Portanto, a imagem (C) na Figura 11 representa uma operação de abertura sobre a imagem (A).

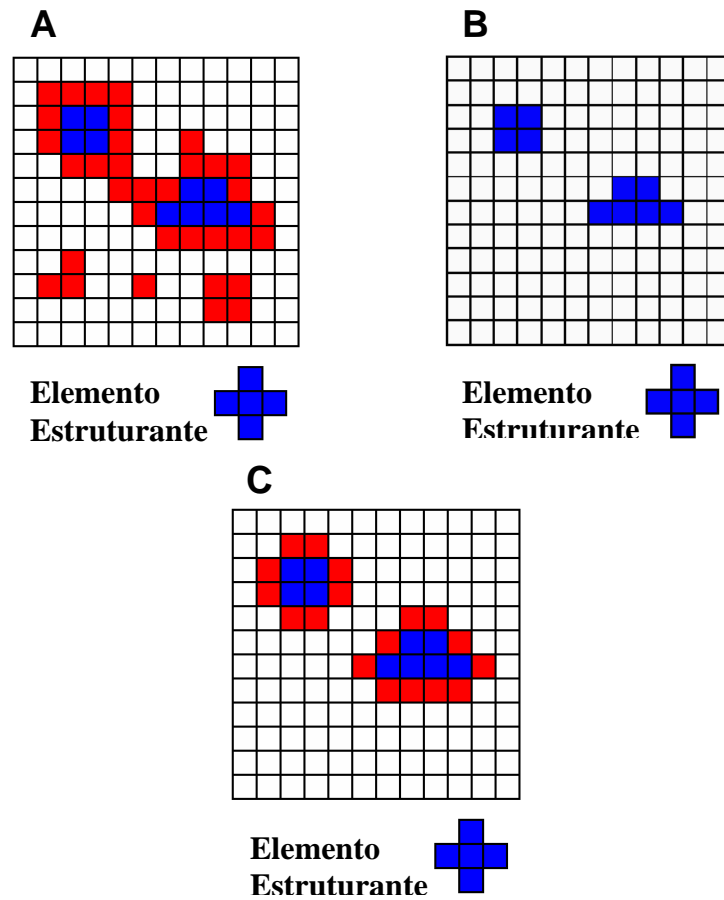


Figura 11. Operação de abertura. (A) imagem original com pixels coloridos representando a fase porosa, (B) resultado da operação de erosão na imagem A e (C) resultado da operação de dilatação na imagem B.

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

A função de distribuição acumulada normalizada  $F(X, \delta)$  será (KAK & SLANEY, 1999):

$$F(X, \delta) = \frac{\text{Mes}(X) - \text{Mes}(T_{\delta}(X))}{\text{Mes}(X)} \quad (20)$$

onde  $\text{Mes}$  designa a medida segundo a unidade escolhida e  $T_{\delta}$  é o conjunto obtido após a operação de abertura, composto pelos objetos de tamanho superior a  $\delta$ .

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 de tamanho de poros será dada por:

$$F(r) = \frac{\phi - \phi(r)}{\phi} \quad (21)$$

onde  $\phi$  é a porosidade total da imagem de partida e  $\phi(r)$  é a porosidade da imagem após a operação de abertura com um disco (elemento estruturante) de raio  $r$ .

A porosidade da imagem de partida, ou seja a imagem sem a realização de operações, pode ser obtida através da razão entre o número de pixels pertencente à fase de poro pelo número de pixels total da imagem. Já a porosidade  $\phi(r)$  é obtida com esse mesmo procedimento, porém após realizar operações sucessivas de abertura, aumentando o valor de  $r$  até o ponto em que toda a porosidade foi eliminada por essa operação.

### 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 for de 20  $\mu\text{m}$ , por exemplo, então poros ou estrutura de matriz com tamanho menor 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  $\mu\text{m}$  até  $\text{nm}$ , 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:

$$R = \frac{x}{M} \quad (22)$$

onde  $x$  é o tamanho de pixel em mm.

$$M = \frac{a+b}{a} \quad (23)$$

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

Para se atingir melhores resoluções em 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 (diferença mínima) entre coeficientes de atenuação linear de partes integrantes adjacentes na amostra, importante para quantificar pequenas variações na densidade da estrutura do material analisado. Este tipo de resolução depende diretamente da energia do feixe de raios X uma vez que um feixe demasiadamente energético pode tornar transparente algumas estruturas da matriz, o que diminuiria tal resolução. Mas ela também está relacionada com a intensidade do feixe. Quanto mais intenso o feixe, maior o número de fótons que constituirão a projeção e, conseqüentemente, melhor a resolução de contraste, devido à diminuição do desvio estatístico.

### 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:** esta configuração utilizava apenas um detector que era transladado em conjunto com a fonte de raios X de forma a adquirir uma projeção. Em seguida, o sistema era girado de um pequeno incremento angular. O processo de translação

era então repetido para obter a projeção seguinte. O feixe de raios X da primeira geração é chamado de *pencil beam* (feixe em forma de lápis).

**Tomógrafos de segunda geração:** neste caso, vários detectores são dispostos de forma linear. Esta geometria é chamada de feixe em leque estreito (*narrow fan beam*). O feixe de raios X em leque possui abertura de  $3^\circ$  a  $10^\circ$ . Nesta configuração, o conjunto de detectores realiza várias medidas simultaneamente. Mas ainda são necessários movimentos de translação e rotação para varrer toda a extensão do objeto.

**Tomógrafos de terceira geração:** esta configuração utiliza um número maior de detectores, de maneira a cobrir toda a seção transversal do objeto em análise. A terceira geração requer apenas um movimento de rotação para a coleta de dados.

**Tomógrafos de quarta geração:** esta é composta por uma circunferência de detectores, com a fonte de raios X colocada no seu interior. Assim, basta rotacionar a fonte ao redor do objeto (ou, quando possível, deixar a fonte fixa e rotacionar apenas o objeto) para coletar os dados. A vantagem de empregar esse arranjo circular de detectores, em comparação com o arranjo da terceira geração de tomógrafos, é que, para cada posição da fonte, um conjunto diferente de detectores realizarão a aquisição do feixe transmitido através do objeto. Desta forma, se um detector estiver em mau funcionamento ou não estiver funcionando sua contribuição não aparecerá na forma de um artefato nas imagens reconstruídas.

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 utilizado em nosso trabalho foi o tomógrafo de terceira 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 obter uma solução aproximada considerando que a 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  $\theta$  constante, como se pode observar na Figura 12.

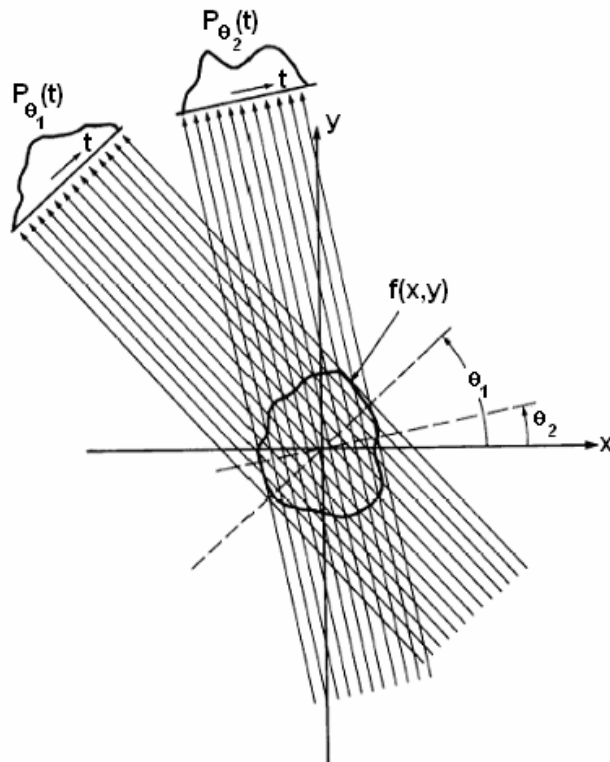


Figura 12. Projeções paralelas dadas pelo arranjo de raios paralelos para diferentes ângulos.

Onde:

$$P_{\theta}(t) = \int_{(\theta,t)} f(x,y) ds \quad (24)$$

em que  $f(x,y)$  representa uma função bidimensional em cada integral de linha dos parâmetros  $(\theta,t)$ . A equação utilizada pelo algoritmo, adotada para rotações de  $0^{\circ}$  a  $180^{\circ}$  está relacionada abaixo:

$$f(x,y) = \int_0^{\pi} Q_{\theta}(x \cos \theta + y \sin \theta) d\theta \quad (25)$$

onde:

$$Q_{\theta}(t) = \int_{-\infty}^{\infty} S_{\theta}(w) |w| \exp(j2\pi wt) dw \quad (26)$$

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

Para rotações de  $0^{\circ}$  a  $360^{\circ}$ , o limite inferior de integração da equação (25) deve permanecer 0 e o superior deve ser alterado para  $2\pi$ .

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 (25), 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 13 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 14 que as linhas de radiação chegam aos detectores com espaçamentos diferentes devido ao seu arranjo em formato plano.

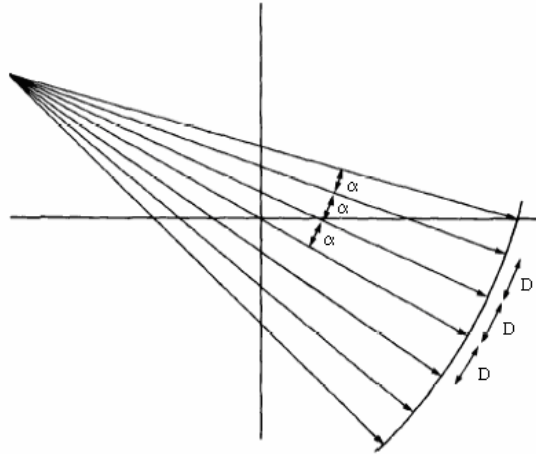


Figura 13. Arranjo tomográfico com detectores alinhados na forma de um semicírculo.

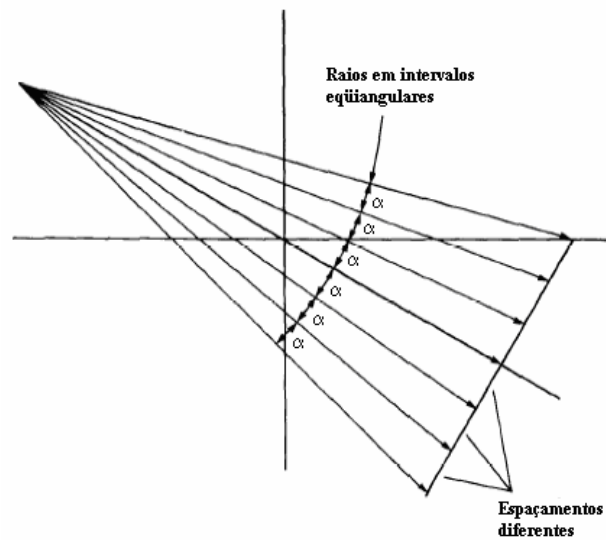


Figura 14. Arranjo tomográfico com mesmo ângulo entre as linhas de radiação incidente e com espaçamentos diferentes de chegada aos detectores.

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 15 sofre as seguintes transformações:

$$x = r \cos \phi \quad y = r \sin \phi \quad (27)$$

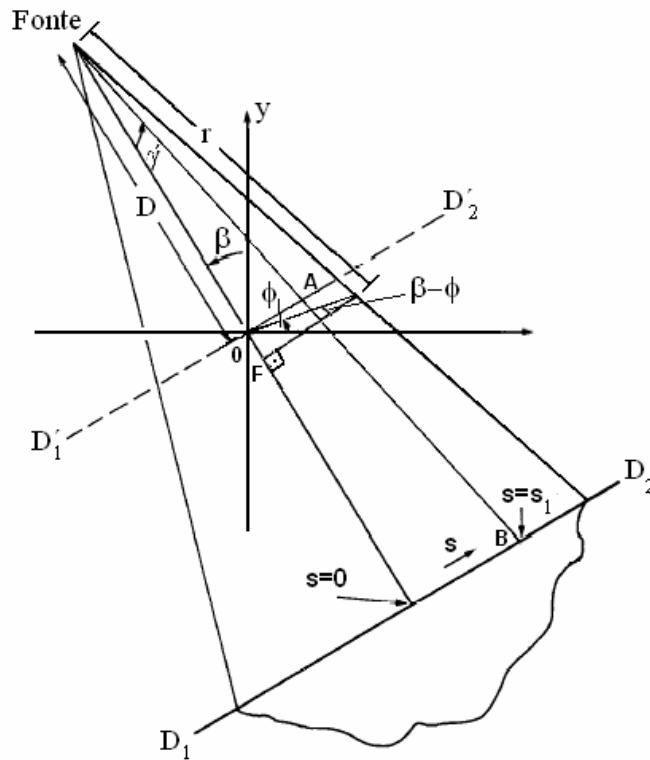


Figura 15. Ilustração para auxílio na transformação das coordenadas cartesianas em polares.

Para simplificar e ter uma melhor visualização, vamos considerar na Figura 16 o detector imaginário  $D_1D_2$ , que passa pela origem, e as seguintes transformações que se seguem:

$$\begin{aligned}
 t &= s \cos \gamma & \theta &= \beta + \gamma \\
 t &= \frac{sD}{\sqrt{D^2 + s^2}} & \theta &= \beta + \tan^{-1} \frac{s}{D}
 \end{aligned}
 \tag{28}$$

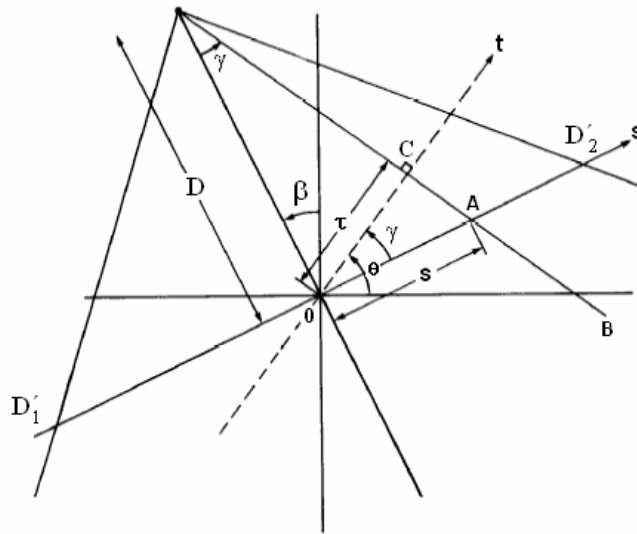


Figura 16. Parâmetros usados no algoritmo de reconstrução de imagem.

Agora a função  $f(r, \phi)$ , com auxílio das relações descritas em (28) e com algumas transformações matemáticas, pode ser escrita como:

$$f(r, \phi) = \frac{1}{2} \int_{-\tan^{-1}(S_m/D)}^{2\pi - \tan^{-1}(S_m/D)} \int_{-S_m}^{S_m} P_{\beta+\gamma} \left( \frac{sD}{\sqrt{D^2 + s^2}} \right) \cdot h \left[ r \cos \left( \beta + \tan^{-1} \left( \frac{s}{D} \right) - \phi \right) \right] \frac{D^3}{(D^2 + s^2)^2} ds d\beta \quad (29)$$

onde  $s_m$  é o maior valor de  $s$  em cada projeção que corresponde a  $t_m$  em projeções paralelas, e a expressão  $P_{\beta+\gamma}(sD/(D^2+s^2)^{1/2})$  corresponde à integral do raio  $SA$  na projeção paralela  $P_\theta(t)$ .

A equação (29) está descrita para rotações de  $0^\circ$  a  $360^\circ$ , sua solução não é trivial e pode ser vista em detalhes no terceiro capítulo de (KAK & SLANEY, 1999 & NAIME, 2001).

### 3.5.5 Artefatos e Efeito de Volume Parcial

Embora a resposta obtida com a tomografia computadorizada forneça a possibilidade de avaliação quantitativa, possíveis complicações podem fornecer dados problemáticos para análises quantitativas. Artefatos surgidos durante o escaneamento podem obscurecer detalhes de interesse, ou causar valores tomográficos falseados em diferentes partes de uma imagem. Efeitos de volume parcial, quando não precisamente descritos, podem levar a determinações errôneas de fatores de dimensões e frações do volume de determinados componentes.

#### 3.5.5.1 *Beam Hardening*

Um artefato frequentemente encontrado em imagens tomográficas é o chamado *beam hardening* ou endurecimento do feixe, que ocorre nas extremidades do material estudado tornando sua imagem mais clara que as regiões internas. Eles resultam do fato de raios X menos energéticos serem mais facilmente absorvidos que os mais energéticos. Dessa forma, o emprego de uma fonte policromática favorece a ocorrência deste artefato. Os raios X desse tipo de fonte têm a parte de energia mais baixa do espectro absorvida pelo material escaneado resultando no endurecimento e consagrando o nome deste efeito. O resultado final é um feixe que, embora diminuída sua intensidade global, tem uma energia média mais alta que o feixe incidente. Isto também significa que, à medida que o feixe passa através do objeto, o seu coeficiente de atenuação efetivo diminui. Em imagens de tomografia de raios X de materiais fortemente atenuantes, este processo geralmente se manifesta como um escurecimento artificial no centro, ao longo do trajeto longo, e um clareamento correspondente perto das extremidades (KETCHAM & CARLSON, 2001).

O *Beam hardening* pode ser um artefato danoso porque ele altera o nível de cinza de um material (ou poro) dependendo de sua localização na imagem. Uma medida que pode ser adotada é remover as extremidades da imagem e analisar apenas o centro. Mas este procedimento soluciona apenas as regiões mais afetadas. Porém como este artefato é contínuo, as regiões mais internas permanecerão possuindo tal defeito. Além disso, se a área

da seção transversal muda de fatia para fatia, o grau do artefato de beam hardening também mudará, tornando a técnica propensa a erro.

Existem várias possibilidades de remediar o *beam hardening*, desde preparo da amostra e do escaneamento até processamento dos dados. A mais simples aproximação é usar um feixe de raios X que é energético o suficiente para assegurar que o beam hardening seja desprezível. Infelizmente muitas amostras são muito atenuantes e o beam hardening estará presente a menos que a amostra seja muito pequena. Além disso, o uso de um feixe muito energético causa problemas de contraste, tornando difícil distinguir os diferentes materiais contidos na amostra, fato que é representado pela Figura 17.

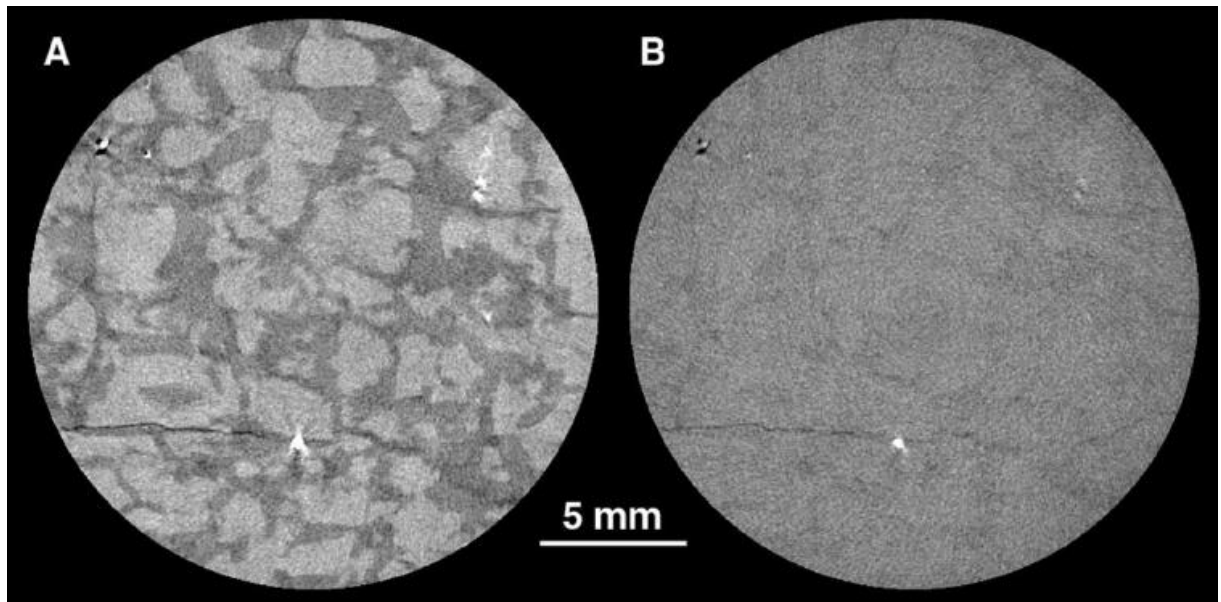


Figura 17. Granito escaneado a energia de raios X de (A) 100 keV e (B) 200 keV (KETCHAM & CARLSON, 2001).

Outra maneira de diminuir os efeitos do beam hardening é empregar filtro com o objetivo de pré ou pós absorver os raios X de menor energia. Os filtros são chapas ou placas de metal, como cobre ou alumínio, colocadas antes ou depois de o feixe passar pelo objeto. A desvantagem em filtrar o feixe é a ocorrência de degradação do sinal de raios X para todas as energias, levando a maiores ruídos na imagem, a menos que tempos de aquisição longos sejam usados. Este procedimento é, caracteristicamente, parcialmente efetivo. Outra estratégia é aplicar uma calibração de camada usando um material com propriedades atenuantes similares à do objeto. Para ser efetivo, o material de camada deve ser cilíndrico, e o objeto

escaneado deve ser cilíndrico ou enclausurado em um material atenuante (idealmente o material de camada) para obter, em geral, uma forma cilíndrica. Neste último caso, as imagens podem ter muito ruído por causa da atenuação adicional causada pelo material enclausurador. O material de camada nas imagens também interferem com as análises 3D do objeto de interesse, em tais casos ele deve ser eliminado durante o processamento da imagem (KETCHAM & CARLSON, 2001).

### **3.5.5.2 Ring Artifact**

*Ring artifacts* ou artefatos em anel ocorrem em escaneres de terceira geração e aparecem como círculos parciais ou completos centrados no eixo de rotação. Eles são causados porque os vários detectores contidos na câmera CCD não fornecem sinais idênticos a um mesmo estímulo (*shift*), isto resulta em valores anômalos de atenuação. Como a posição de cada detector na CCD é a mesma, isto significa que o *shift* de um detector em particular ocorrerá sempre a uma mesma distância do centro de rotação. É por isso que este tipo de artefato assume formas circulares. Vários fatores podem causar tais problemas de resposta, todos tem base em detectores que respondem de modo diferente a mudanças nas condições de escaneamento. Alguns fatores, tais como mudança de temperatura ou na energia do feixe, podem ser superados por condições experimentais controladas cuidadosamente ou por recalibrações freqüentes. Uma fonte mais grave de divergência de detectores é a sensibilidade diferencial para diversas variações do feixe devido às dimensões do objeto. Se a calibração de resposta do detector é realizada através do ar, a resposta relativa dos detectores pode mudar se o feixe de raios X é suficientemente afetado pela passagem através do objeto escaneado. Se o objeto é desigual, projeções diferentes podem refletir graus diferentes de variações. Em tais casos podem ocorrer anéis parciais, pequenos o suficiente para obscurecer sua natureza como artefatos.

Devido à sua natureza relacionada com alterações do feixe de radiação, os *ring artifacts* podem ser sanados ou, ao menos, atenuados através do emprego de filtro ou feixe de raios X suficientemente energético ou empregando uma calibração obtida através de um material com características atenuantes próximas da amostra escaneada (KETCHAM & CARLSON, 2001).

A Figura 18 mostra tanto o efeito de *beam hardening* como o de *ring artifact*, assim como soluções adotadas para correção destes artefatos. Ela é o resultado do escaneamento de uma coluna de 6" de diâmetro de saprolite em um cano de PVC. A imagem (A) mostra artefatos de anéis e *beam hardening*. (B) é o resultado do software de correção de *ring artifact* em (A). (C) mostra o resultado da pré filtragem do feixe de raios X com o uso de uma espessura de 6,35 mm de bronze. *Beam hardening* e *ring artifacts* foram reduzidos consideravelmente, mas não totalmente. A figura (D) foi feita usando calibração de camada com uma coluna relativamente homogênea.

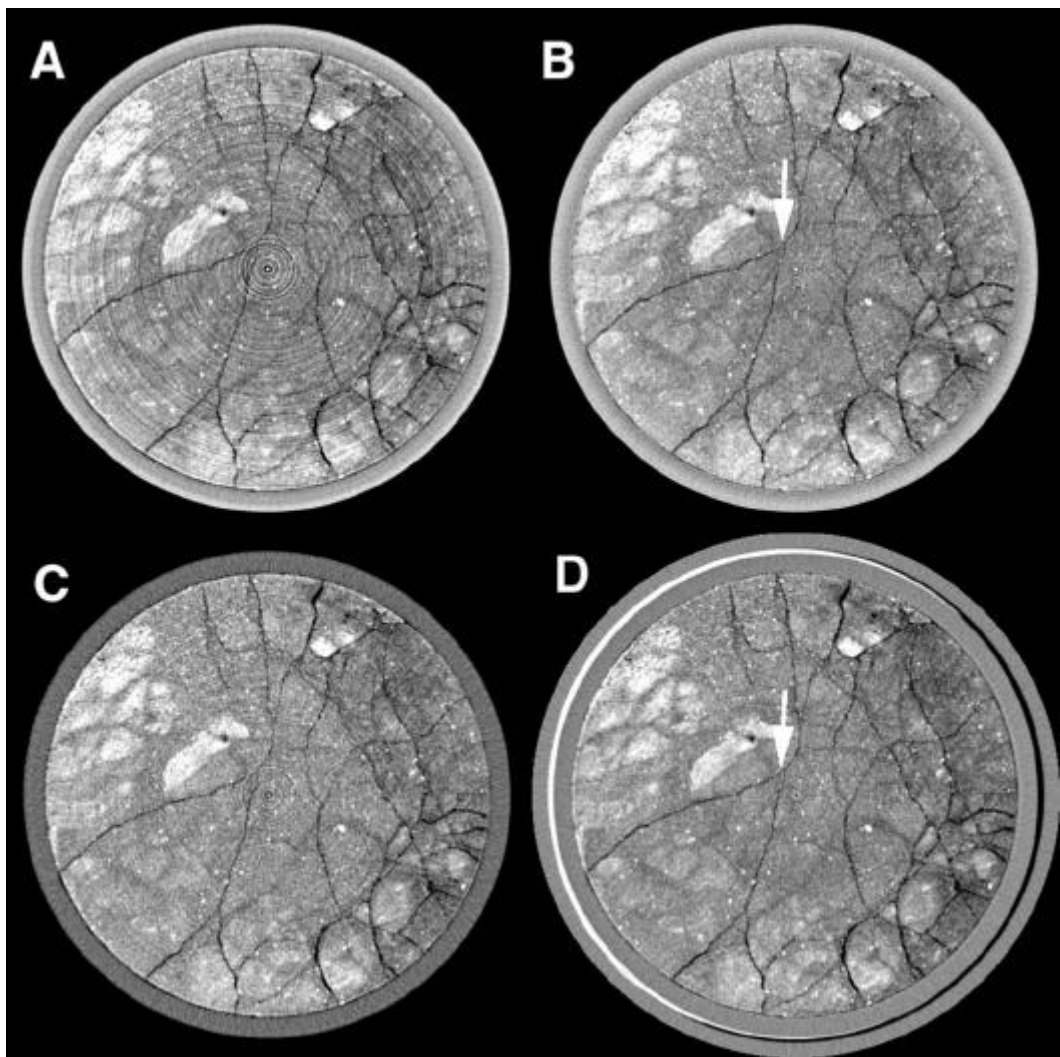


Figura 18. Escaneamento através de uma coluna de 6" de diâmetro saprolite em um cano de PVC. Todas as imagens representam fatias de 1 mm de espessura feitas com a fonte de raios X a 420 kV e tempo de aquisição de 3 min (KETCHAM & CARLSON, 2001).

### 3.5.5.3 Outros Artefatos

Uma variedade de outros artefatos pode surgir em certas situações. Se um objeto altamente atenuante não é circular em sua seção transversal, podem ocorrer traços escuros que atravessam eixos mais longos desse objeto. Estes traços podem intensificar *ring artifacts* em regiões onde eles se sobrepõem. Se o material escaneado inclui partes que são de densidade muito mais elevada que da matriz que as envolve, um *starburst* (explosão estelar) pode se formar como traços brilhantes emanados do objeto a uma curta distancia do material. Estes traços podem camuflar a existência de possíveis poros. (KETCHAM & CARLSON, 2001).

A Figura 19 indica a presença do artefato *starburst*, mencionado no parágrafo anterior. Os materiais mais densos que contribuíram para a ocorrência deste artefato estão indicados pelas setas pretas.

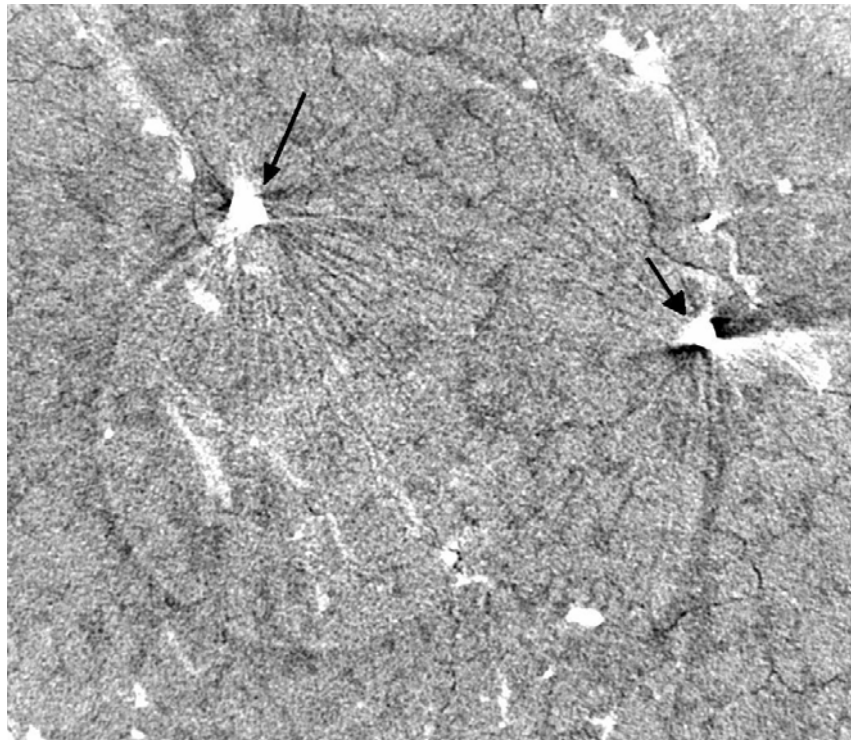


Figura 19. Arenito proveniente do Cãnion Guartelá, Paraná escaneado a uma resolução de 5  $\mu\text{m}$  com sinais de artefatos.

#### **3.5.5.4 Efeito de Volume Parcial**

Cada pixel em uma imagem tomográfica representa as propriedades de atenuação de um volume específico do material. Por isto, se este volume é composto por um número de substâncias diferentes, o nível de cinza resultante representa uma média de suas propriedades, é o chamado efeito de volume parcial. Além disso, por causa dos limites de resolução, todo contorno de material é borrado até certo ponto, e assim o material em algum voxel pode afetar os níveis de cinza de voxels vizinhos. Estes fatores podem tornar os dados mais difíceis de serem interpretados quantitativamente (KETCHAM & CARLSON, 2001).

## **4. MATERIAIS**

### **4.1 Softwares Ligados às Técnicas**

Os trabalhos realizados, tanto com a transmissão de raios gama quanto com a microtomografia, requereram a aplicação de softwares específicos. Estes tiveram seu papel variando desde o controle do equipamento empregado até a redução e análise dos dados. Os itens a seguir listam estes softwares e descrevem sua aplicabilidade e funcionamento.

#### **4.1.1 Softwares Ligados à Transmissão de Raios Gama**

##### **4.1.1.1 Softwares MCS/MCA-Plus**

Este programa tem a capacidade de apresentar as contagens recebidas pelo detector no momento em que elas ocorrem. A apresentação dos dados é realizada em um espectro de contagens, característico da fonte radioativa sendo empregada, *versus* os canais de voltagem. Neste programa, tendo como base o espectro formado, pode-se selecionar a energia da fonte radioativa a ser utilizada. Esta seleção é feita na forma de um intervalo de voltagem, conhecido como “janela do pico”. A Figura 20 mostra um espectro da fonte de amerício ( $^{241}\text{Am}$ ) formado na janela do programa MCS/MCA-Plus.

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

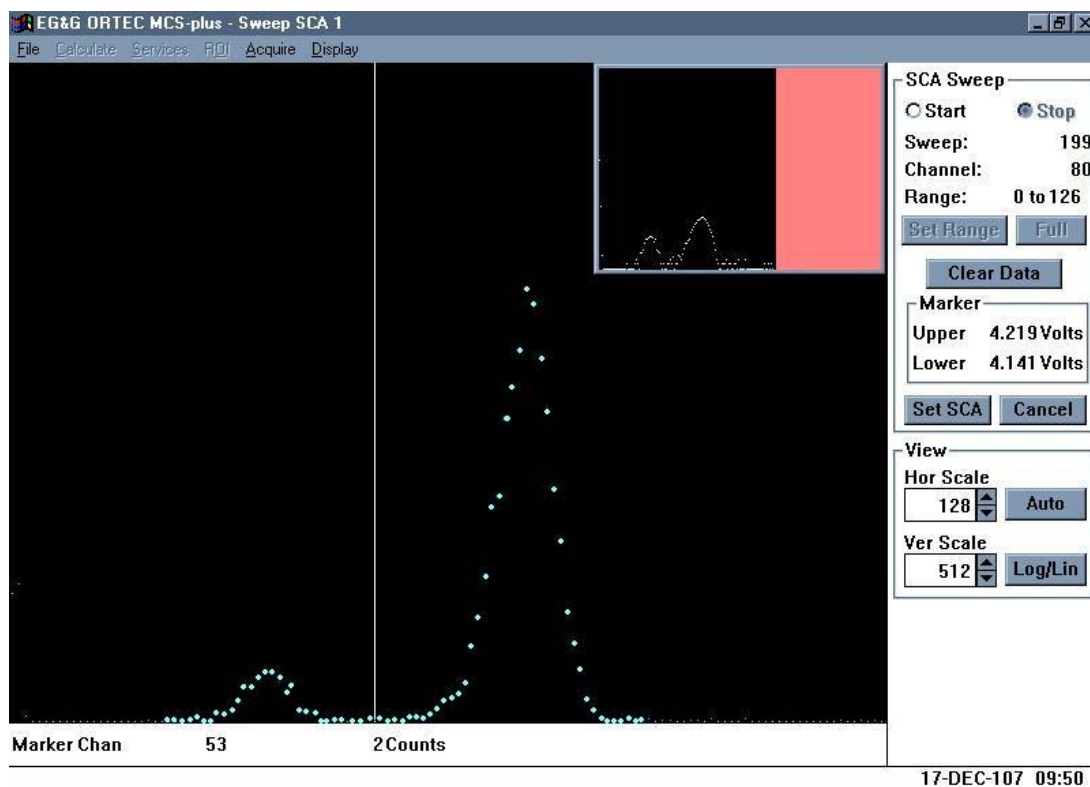


Figura 20. Software MCS/MCA-Plus sendo utilizado para levantar o espectro do  $^{241}\text{Am}$  com enfoque no pico de 59,54 keV.

#### 4.1.1.2 Software SAMARA

A janela de voltagem selecionada com o auxílio do software MCS/MCA-Plus é o input necessário para a utilização do software SAMARA. Este permite a aquisição das contagens referentes apenas ao pico de energia selecionado (janela do pico). O SAMARA tem a função de controlar o posicionamento da plataforma móvel (onde é colocada a amostra para transmissão) pertencente à mesa micrométrica de medidas, que trabalha com motores de passo para o posicionamento e deslocamento da amostra. Outra função desse programa é controlar o tempo de exposição de cada ponto estudado na amostra.

A versão utilizada foi o SAMARA\_V200.vi, desenvolvido pelo CNPDIA/EMBRAPA. A Figura 21 mostra a tela deste programa.

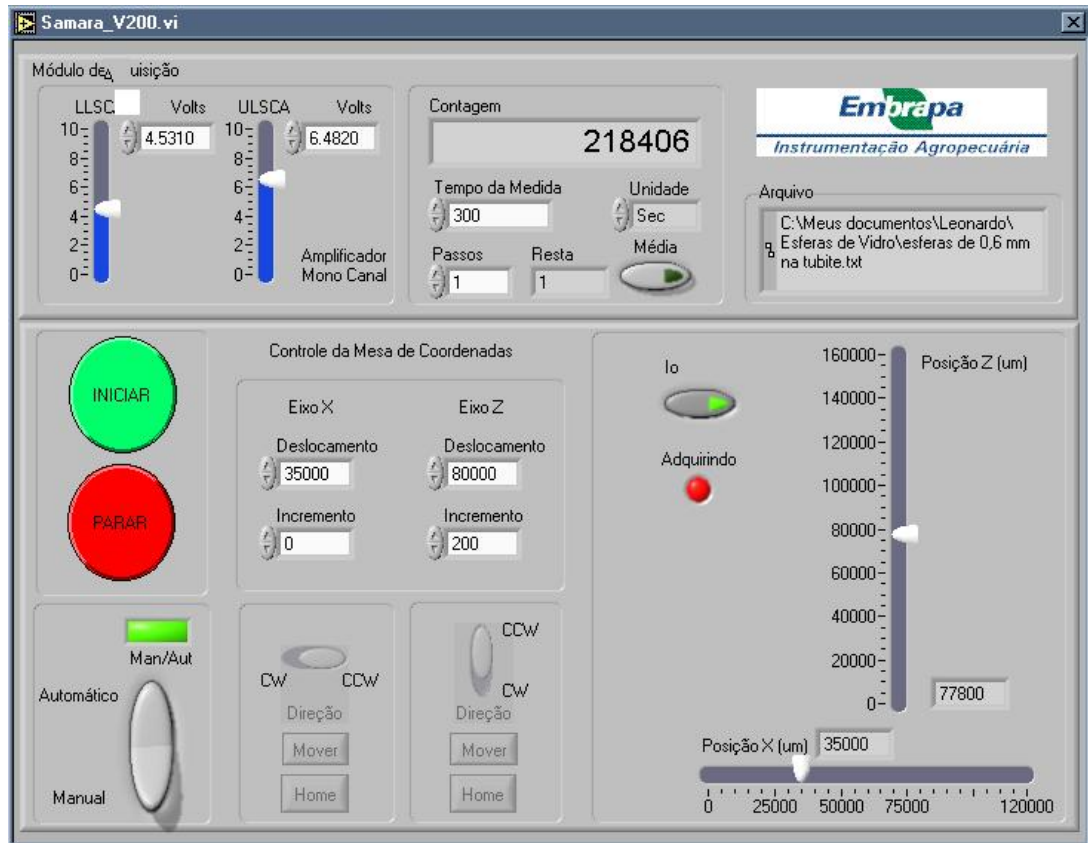


Figura 21. Programa SAMARA\_V200.vi utilizado para gerenciar o funcionamento da mesa micrométrica e do tempo de cada medida.

#### 4.1.2. Softwares Ligados à Microtomografia

O software de controle do SkyScan 1172 teve por finalidade controlar os parâmetros de aquisição, tais como voltagem e corrente aplicados ao tubo de raios X, posicionamento do porta amostra, seleção de filtro e início do escaneamento. Posteriormente, com as projeções obtidas com o escaneamento, o software Nrecon foi utilizado para realização da reconstrução resultando nas seções 2D da amostra (INSTRUCTION MANUAL SKYSKAN, 2005).

O software IMAGO® Image Analysis System foi empregado para análise das seções 2D obtidas da reconstrução das projeções provenientes da aquisição microtomográfica. É um programa destinado à obtenção de dados quantitativos como porosidade, distribuição de tamanho de poros e desvios. Também possibilita a navegação pela amostra, através das

imagens 2D, e a visualização da imagem 3D. Pode ser empregado para realizar inversões e conversões de tipos de imagens e operações aritméticas para tratamento destas.

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.

#### 4.1.2.1 Histograma de Níveis de Cinza

Uma imagem em níveis de cinza corresponde a uma representação onde cada pixel assume um valor no 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 contínuo 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 22, apresenta-se um exemplo de imagem em níveis de cinza 8 bits/pixel (IMAGO®, Manual Científico, Versão 2.1.4, 2002).

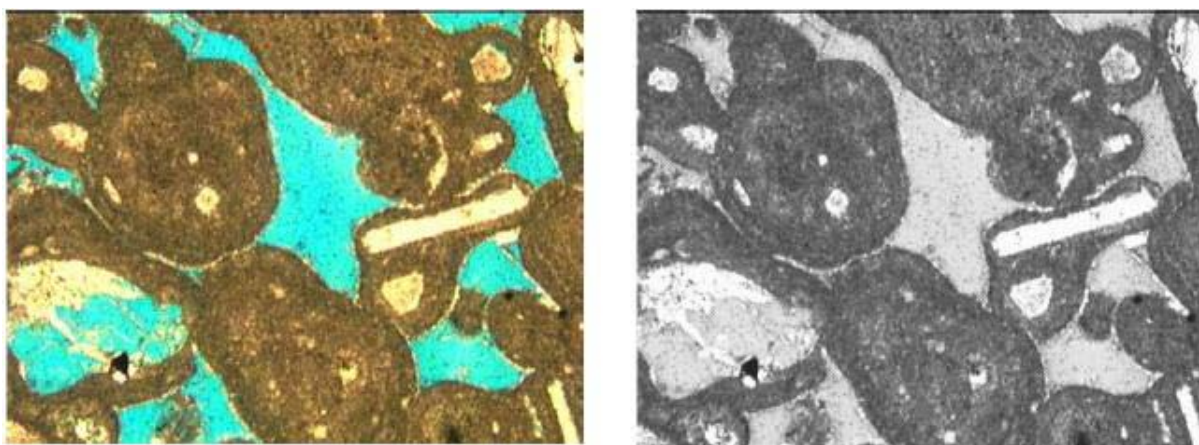


Figura 22. Exemplo de imagem colorida e sua conversão em níveis de cinza (IMAGO®, Manual Científico, Versão 2.1.4, 2002).

O histograma de uma imagem representa, para cada nível de intensidade (cinza), a fração do número de pixels com aquele nível. Indica como a imagem está distribuída 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.

#### **4.1.2.2 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.

O IMAGO apresenta uma classe específica de ferramentas, bastante usuais em análise de imagens, que são as ferramentas de segmentação binária, denominadas simplesmente de ferramentas de binarização.

Os métodos de binarização são frequentemente classificados em métodos globais e locais. Os métodos globais 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. Os métodos locais 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.

Um exemplo de aplicação é a binarização de imagens de microestruturas porosas: para seu estudo, interessa a divisão da estrutura do material em dois tipos de regiões: as regiões associadas aos sólidos (não importando a sua composição química) e as regiões de vazios, os poros. Outro caso ilustrativo é o problema da determinação da distribuição de tamanhos de grãos: através de um processo de binarização podem ser detectados os contornos de grãos e as regiões interiores dos grãos, o que também pode ser realizado com poros.

A Figura 23 apresenta a janela utilizada para a escolha do nível de cinza no processo de binarização.

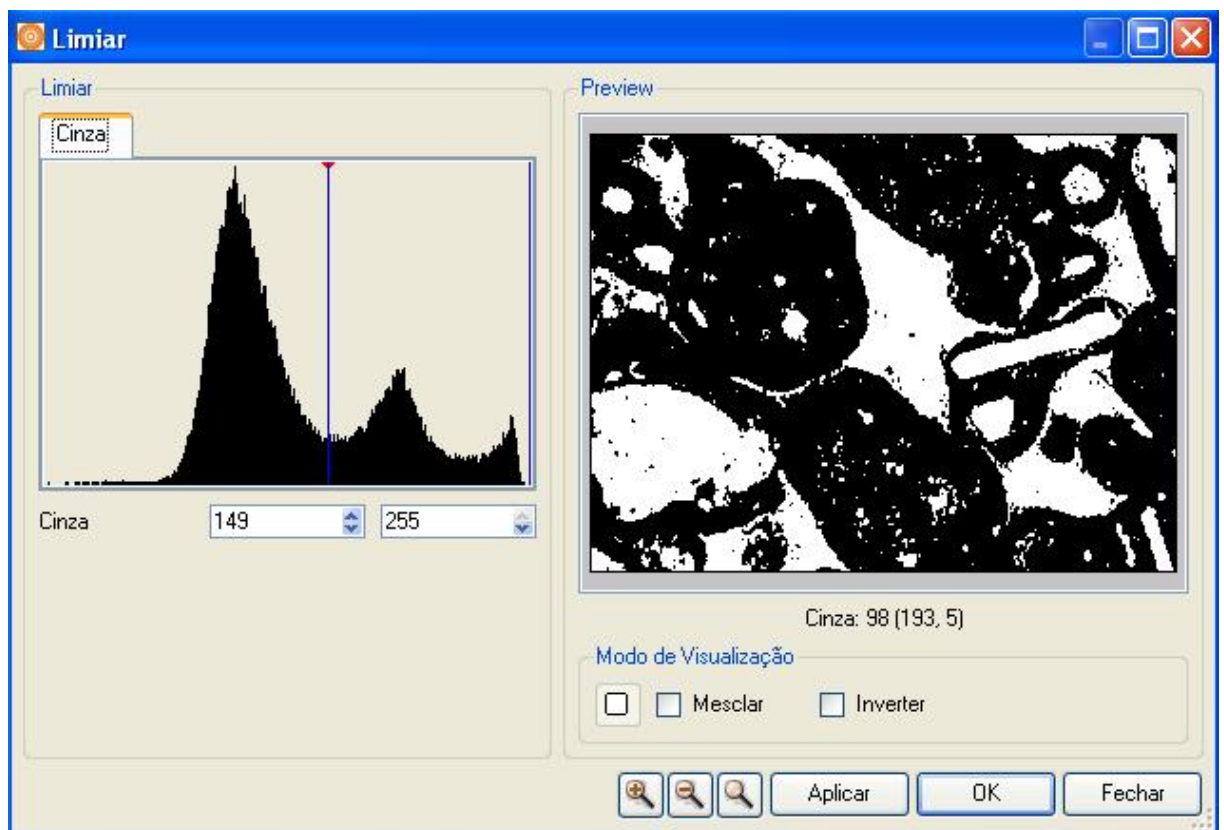


Figura 23. Janela de níveis de cinza utilizada para binarização da imagem em escala de cinza (b) da Figura 19.

### 4.1.3. Software WinXcom

Como mencionado anteriormente, um dos fatores que deve ser conhecido para cálculo de porosidade através da técnica de transmissão de raios gama é o coeficiente de atenuação linear do material que compõe a amostra, conhecido como coeficiente de atenuação de partícula ( $\mu_p$ ). Uma das maneiras de obter este dado é multiplicar o coeficiente de atenuação de massa de partícula pela densidade do material. O software WinXcom foi empregado para calcular o coeficiente de atenuação de massa.

#### 4.1.3.1. Descrição do Software

A literatura apresenta vários dados em relação ao espalhamento e absorção da radiação por diferentes elementos, combinações e misturas. No entanto, estes dados não abrangem todos os tipos de materiais e, para um mesmo, não contém dados relativos a todos os valores de energia de interesse.

Seções de choque de fótons para os vários processos podem ser obtidas com bastante precisão (excluindo as energias perto das discontinuidades de absorção), assim como combinações de elementos. O programa permite 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 tais cálculos para qualquer elemento, combinação ou mistura, para energias entre 1keV e 100GeV.

O programa fornece as seções de choque totais e coeficientes de atenuação de massa como também as seções parciais para os seguintes processos: espalhamento coerente, espalhamento incoerente, 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. No caso de componentes, as frações por peso 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 do 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 fotomesons 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 do WinXcom**

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 HUBBELL et al. (1977) e HUBBELL & OVERBO (1979), efeito fotoelétrico SCOFIELD (1973), e produção de pares HUBBELL et al. (1980). As mesmas seções de choque são usadas como nas 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 & 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 dez 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). Revisões (SALOMAN & HUBBELL, 1986; SALOMAN & 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 no WinXcom

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. Acima 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 Universidade Técnica da Dinamarca (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.

No caso da microtomografia de raios X, foi utilizado um microtomógrafo Skyscan 1172, da Petrobras, localizado no Centro de Pesquisa da Petrobrás (CENPES/PETROBRAS), Rio de Janeiro, RJ.

#### 4.2.1 Aparato para Transmissão de Raios Gama

O sistema de transmissão de raios gama consiste de uma fonte de  $^{241}\text{Am}$ , detector de NaI(Tl) de 2 polegadas de diâmetro e 2 polegadas de espessura, colimadores de 2 mm de diâmetro (tanto para a fonte como para o detector), mesa automatizada de posicionamento e movimentação da amostra, amplificador (ORTEC, modelo 575 A), pré-amplificador (ORTEC, modelo 276), fonte de tensão-HV (ORTEC, modelo 456) e microcomputador. O aparato experimental é apresentado na Figura 24.

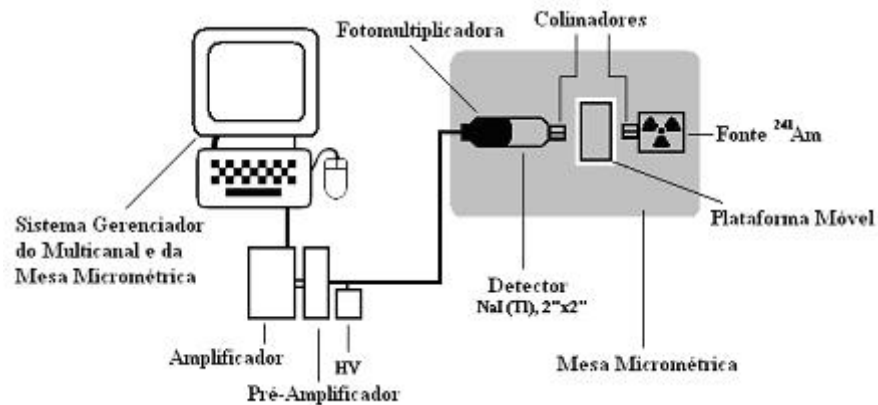


Figura 24. Esquema do aparato experimental utilizado na transmissão de raios gama.

##### 4.2.1.1 Mesa Micrométrica

A mesa micrométrica é constituída pela fonte radioativa, o detector, os colimadores, pelos motores de passo e a plataforma móvel, como pode-se ver na Figura 25. Ela possui precisão micrométrica e pode mover-se nas direções XZ. Sua montagem foi realizada no

Departamento de Física da UEL e é gerenciada pelo programa SAMARA instalado no microcomputador.

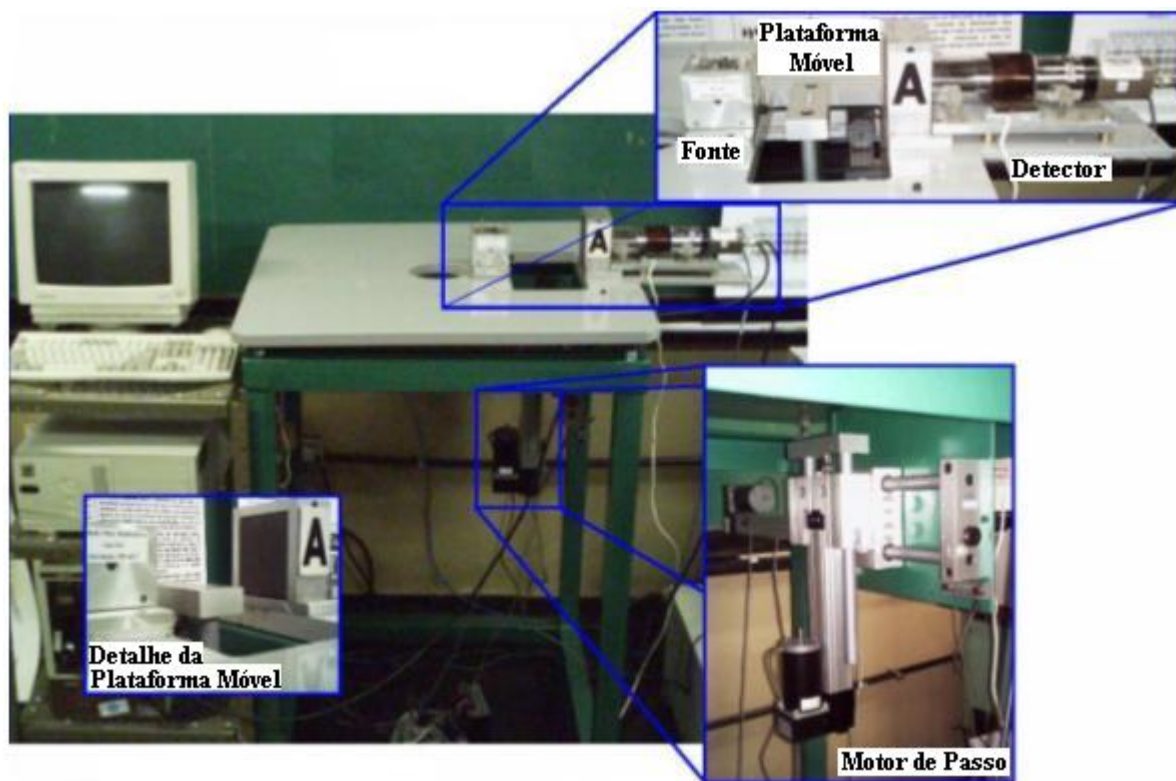


Figura 25. Mesa micrométrica com detalhe da plataforma móvel e do motor de passo.

#### 4.2.1.2 Fonte Radioativa

O material radioativo usado neste trabalho foi uma fonte de  $^{241}\text{Am}$  (Amerício) com 100mCi de atividade. O Amerício não é um emissor gama, seus núcleos decaem por emissão  $\alpha$  para um estado excitado do  $^{237}\text{Np}$  (Neptunio), que então se de-excita emitindo radiação gama com a probabilidade de 85,2% da linha de energia de 59,53 keV (LEDERER, 1978), empregada nas medidas.

Apesar do Laboratório de Física Nuclear Aplicada possuir outras fontes de emissão gama, a de Amerício foi selecionada para este trabalho devido à capacidade de absorção do material estudado (densidade e espessura). Se uma fonte de muito baixa energia fosse utilizada, os dados apresentariam uma estatística insuficiente para viabilizar as medidas. Caso a fonte possuísse muito alta energia, as amostras não ofereceriam poder absorvedor suficiente,

existindo, dessa maneira, pouca diferença entre as intensidades dos feixes incidente e transmitido, o que comprometeria os dados estatísticos.

#### 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 (dopante) 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 26.

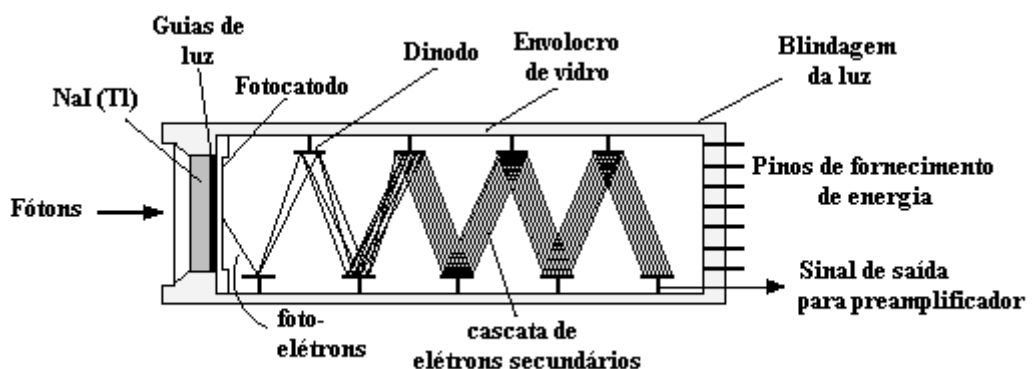


Figura 26. Esquema detalhado do detector.

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 intensidade 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 para a Microtomografia

Um microtomógrafo apresenta, basicamente, uma fonte de raios X (que no presente trabalho foi um tubo), um sistema de posicionamento e movimentação da amostra, um intensificador de imagens e um detector (câmera CCD). Esta configuração é apresentada na Figura 27.

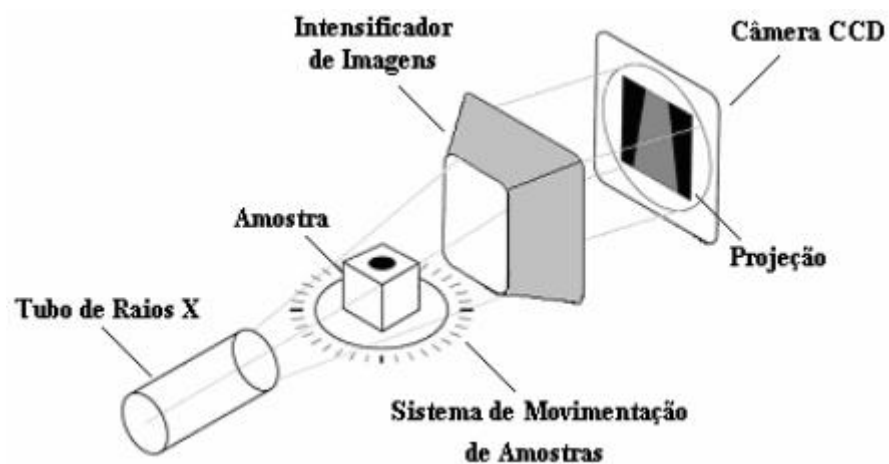


Figura 27. Esquema básico de funcionamento de um microtomógrafo.

#### 4.2.2.1 Tubo de raios X

O tubo de raios X é um equipamento capaz de converter a energia cinética de elétrons em fótons de raios X. Em seu interior elétrons são liberados quando uma diferença de potencial é aplicada em um filamento (por exemplo, tungstênio), que é o cátodo. Uma segunda diferença de potencial faz com que estes elétrons ganhem energia cinética e sejam acelerados na direção de um alvo (por exemplo, prata), que é o ânodo. 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 de raios X. Este fenômeno é conhecido como *Bremsstrahlung*. O processo descrito aqui é representado na Figura 28.

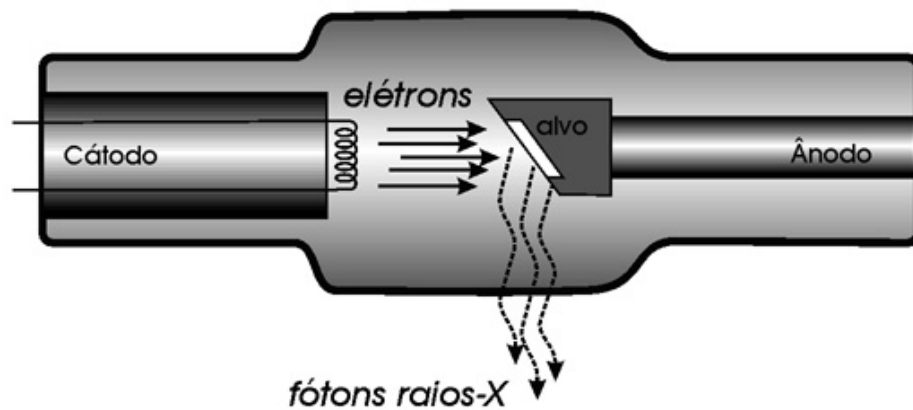


Figura 28. Representação simplificada de um Tubo de raios X (RADIÇÕES IONIZANTES).

Um tubo de raios X deve ter seu interior mantido em vácuo para evitar que o feixe de elétrons sofra interação com átomos e moléculas de possíveis gases. O feixe de raios X gerado é emitido através de uma janela e pode ser colimado e/ou filtrado. A intensidade e a energia dos raios X gerados varia com a tensão aplicada no tubo.

O total freamento dos elétrons pode ocorrer em várias profundidades dentro do material alvo. Até chegar a este ponto, os elétrons podem sofrer outras interações. Este fato acaba por ocasionar a emissão de um feixe de raios X de diferentes energias. Outra forma de ocorrer esta policromia reside no fato de os raios X gerados pelo freamento (raios X

primários) interagirem com o material alvo antes de emergirem desse e, dessa forma, darem origem a outros raios X (secundários).

Para diminuir a extensão do espectro de energia discutido no parágrafo anterior, pode ser empregado o uso de filtros. O papel destes é barrar os fótons de energia mais baixa fazendo com que a emissão fique o mais monocromática possível.

Na Figura 29 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 30 o feixe de raios X passa por uma amostra que absorve a faixa de menor energia. VINEGAR & WELLINGTON (1987) explicam que 1,5 % de Cobre e o 5,5 % de Zinco são efetivos para suprimir a porção de energia mais baixa do espectro.

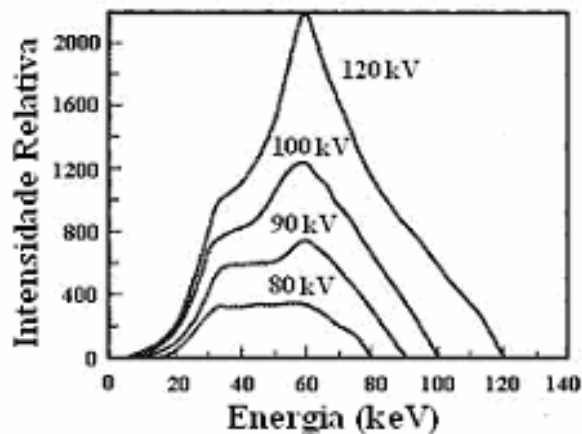


Figura 29. Espectro típico de um tubo de raios X com alvo de Tungstênio em função da tensão aplicada (VINEGAR & WELLINGTON, 1987).

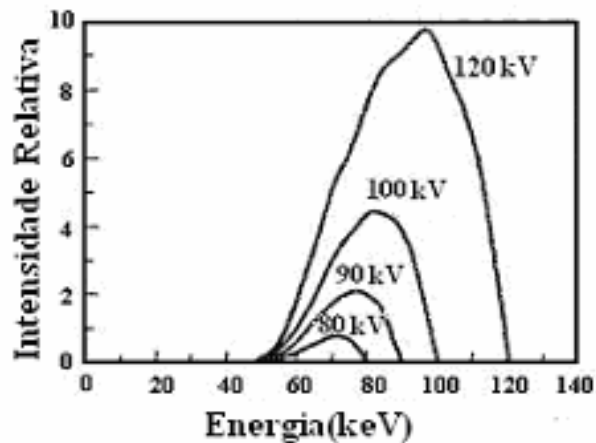


Figura 30. Espectro de energia do feixe proveniente do tubo de raios X após atravessar um vaso de pressão e uma amostra composta por alumínio, água e arenito Berea (VINEGAR & WELLINGTON, 1987).

#### 4.2.3. Sistema Microtomográfico SkyScan

O microtomográfico utilizado foi um SkyScan 1172, que trabalha com tubo de raios X de microfoco com uma tensão aplicada de 20 a 100 kV à potência de 10 W. Seu detector é uma câmera CCD de 10 Mp (mega pixels). Este conjunto tem a capacidade de diferenciar detalhes menores que 1  $\mu\text{m}$ . Das projeções, imagens de seções transversais do objeto são reconstruídas por um algoritmo de feixe cônico de Feldkamp, criando uma representação completa da microestrutura interna e densidade (INSTRUCTION MANUAL SKYSCAN, 2005). A Figura 31 mostra uma foto do microtomógrafo.



Figura 31. Microtomógrafo SkyScan modelo 1172 juntamente com um computador para manipular as projeções obtidas (INSTRUCTION MANUAL SKYSCAN, 2005).

A Figura 32 mostra uma foto do microtomógrafo com a porta de acesso ao movimentador de amostra aberta.



Figura 32. Microtomógrafo SkyScan, modelo 1172, com detalhe do movimentador de amostra.

### 4.3. Amostras

#### 4.3.1. Resolução do Feixe

Para as medidas da resolução do feixe colimado da fonte de  $^{241}\text{Am}$ , foi empregado um bloco de acrílico que continha furos de diâmetros conhecidos, dos quais foram utilizados os de 1, 2 e 4 mm. Uma representação desta peça é mostrada na Figura 33. Cada furo tinha o papel de permitir que o detector recebesse um mínimo, parcial ou toda a radiação provida pelo feixe através do sistema de colimação da fonte.

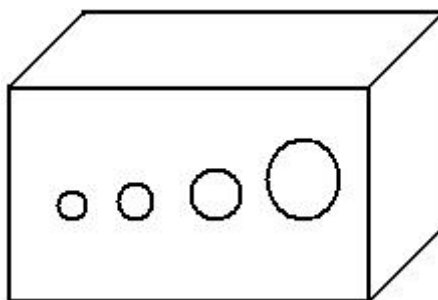


Figura 33. Bloco de acrílico com furos de diâmetros 1, 2, 4 e 7 mm.

#### 4.3.2. Amostras para Validação das Técnicas

De modo a verificar que cada metodologia e seus respectivos equipamentos estavam funcionando adequadamente, foram selecionadas amostras para serem medidas e os dados obtidos confrontados com valores confiáveis (conhecidos ou medidos por outras técnicas).

#### 4.3.2.1. Transmissão de Raios Gama

A literatura possui valores de coeficiente de atenuação de massa para diferentes materiais. Por isso, o procedimento mais simples de validação da técnica de transmissão de raios gama é a realização de medidas com materiais cujo coeficiente de atenuação de massa seja conhecido e, dessa forma verificar se existe concordância entre este valor e aquele obtido através do aparato experimental. Para o presente trabalho, os valores tabelados de coeficiente de atenuação de massa foram obtidos, principalmente, através do Software WinXcom.

Os materiais empregados neste estágio foram a água, o alumínio e o cobre, cujas densidades são, respectivamente, 1, 2,7 e 8,89 g/cm<sup>3</sup> (LEDERER & SHIRLEY, 1978). Para contenção da água foi empregada uma cuba construída com paredes de acrílico de 0,3 cm de espessura propiciando uma espessura de água de 4,4 cm. A Figura 34 mostra uma representação desta cuba juntamente com suas dimensões externas.

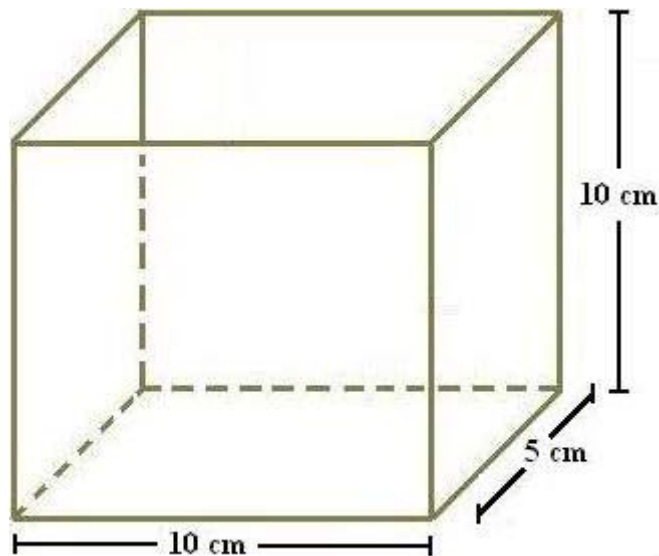


Figura 34. Esquema representativo da cuba de acrílico empregada para contenção da água durante o processo de transmissão neste meio.

Para o caso do alumínio e do cobre foram utilizadas chapas com espessuras de 0,1 cm e 0,14 cm, respectivamente.

#### 4.3.2.2. Microtomografia

A validação neste caso teria que ser feita com uma amostra que pudesse ser escaneada e que os valores de porosidade obtidos pudessem ser confrontados. Como a obtenção da porosidade é realizada com base nas seções 2D obtidas do processo de reconstrução, seria necessário o emprego de uma amostra homogênea em sua estrutura, para que todas estas seções fornecessem dados semelhantes de configuração da matriz e porosidade. Para tanto, a amostra empregada foi criada com a inserção de linhas de nylon (linha de pesca) de diâmetro nominal de 0,35mm em um cilindro de vidro cujo diâmetro é de 6,7 mm e tem parede de 1 mm de espessura. Dessa forma, as seções 2D teriam, aproximadamente, a mesma configuração em termos de sua geometria. A Figura 35 mostra estas linhas já introduzidas no cilindro de vidro.



Figura 35. Amostra de Linhas de nylon, inseridas em um tubo de vidro, elaborada para validação da microtomografia de raios X.

### 4.3.3. Cerâmica

As amostras cerâmicas objetos desta pesquisa foram confeccionadas com o intuito de atuarem como “phantoms” de arenito, ou seja, com propriedades semelhantes às destes. Elas foram produzidas por TechMat – Tecnologia de Materiais Ltda, Rio de Janeiro, RJ (TECHMAT – Tecnologia de Materiais Ltda).

As principais matérias-primas cerâmicas são o Feldspato (particularmente os potássicos), a argila e a sílica. Além destes três principais componentes, as cerâmicas podem apresentar aditivos para o incremento de seu processamento ou de suas propriedades finais. No caso das cerâmicas utilizadas neste trabalho, seu principal componente é a sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e foram fornecidos três lotes de amostras pelo fabricante, nomeados I, II e III. Destes, os dois primeiros possuem a mesma composição, diferindo por sua permeabilidade e porosidade. A Tabela 1 mostra a composição destas cerâmicas.

Tabela 1. Composição das cerâmicas em percentual das moléculas indicadas.

Cerâmicas	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	CaO	MgO	$\text{K}_2\text{O}$
I e II	99,701	0,257	0,030	0,004	0,004	0,004
III	85	15	--	--	--	--

As cerâmicas I e II foram estudadas tanto com a transmissão de raios gama quanto com a microtomografia. Já o conjunto III foi avaliado apenas com o segundo método, devido à falta de informações do fabricante. A Tabela 2 apresenta algumas características fornecidas pelo fabricante.

Tabela 2. Características dos conjuntos cerâmicos.

Cerâmica	$\rho$ ( $\text{g/cm}^3$ )	$\rho$ partícula ( $\text{g/cm}^3$ )	Permeabilidade (mD)
I	1,57	2,20	$46 \pm 9$
II	0,96	2,21	$550 \pm 20$
III	--	--	$82 \pm 2$

Todas os conjuntos de amostras (I, II e III) foram confeccionados com três configurações geométricas. Paralelepípedo e cilindro, para à transmissão de raios gama e paralelepípedo com menores dimensões para a microtomografia. A Figura 36 mostra estas configurações.

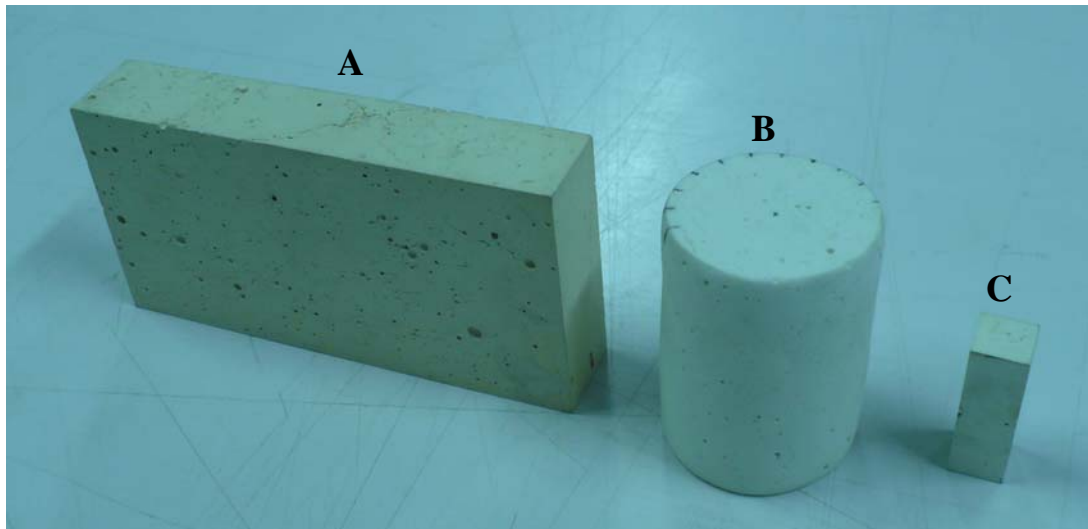


Figura 36. (A) Amostra em formato de paralelepípedo com dimensões 10 x 5 x 2 cm, (B) em formato de cilindro com 3,5 cm de diâmetro e 5,0 cm de altura, (C) paralelepípedo com dimensões 1 x 3 x 1 cm.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1. Transmissão de Raios Gama

A eletrônica foi ligada no mínimo 24 h antes da realização de medidas de transmissão. Esse procedimento é adotado para haver confiabilidade na estabilidade do equipamento. A alta tensão aplicada ao detector de NaI(Tl) foi de 1150 V.

O pico de energia utilizado foi o de 59,54 keV do  $^{241}\text{Am}$  e este foi selecionado com o auxílio do software MCS-plus. A Figura 37 mostra o espectro de energia desta fonte com a janela selecionada para realização das medidas.

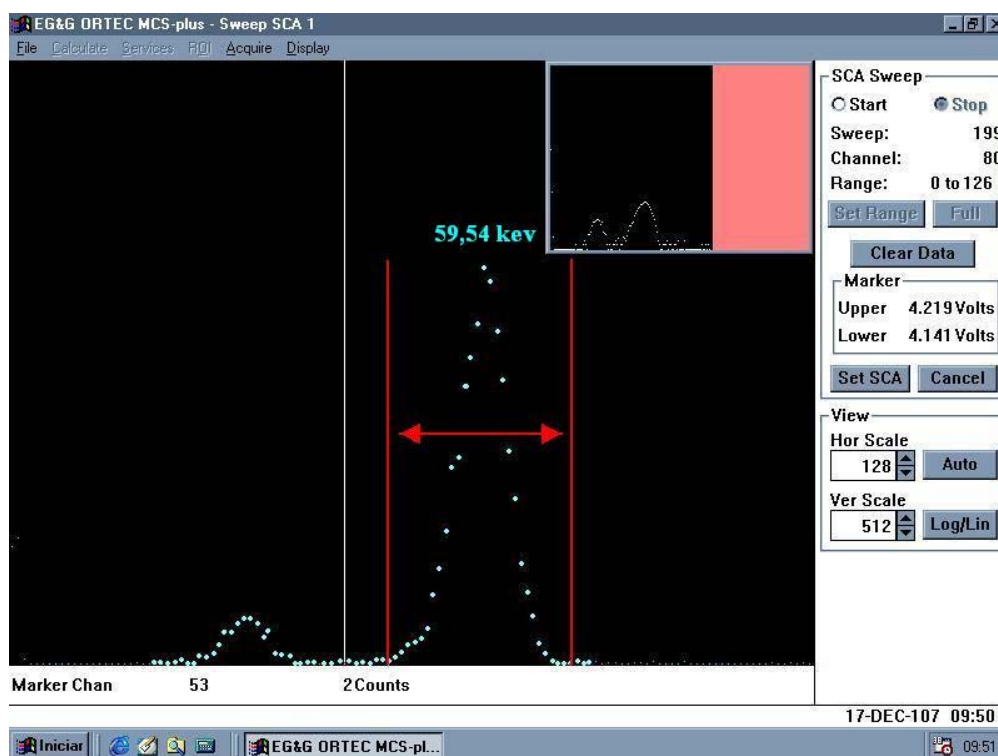


Figura 37. Seleção do pico de energia de 59,54 keV da fonte de  $^{241}\text{Am}$  realizada com o software MCS-plus.

### 5.1.1. Resolução do Feixe

Os resultados das medidas de contagens, tomadas a 240 segundos e realizadas a passos de 200  $\mu\text{m}$ , para verificar a resolução espacial do feixe de radiação gama colimado são mostradas nos gráficos das Figura 38 a Figura 40. A medida da largura à meia altura dessas distribuições fornece então tal resolução. O eixo vertical dos gráficos representa as contagens líquidas que foram obtidas subtraindo-se o valor da contagem da base da distribuição de todos os valores de contagens. Por meio dos gráficos pode-se notar que o furo de 4 mm mostra maior valor de contagem, em torno de 164000, superior à dos furos de 1 e 2 mm, sendo este último o que apresentou o menor valor para este parâmetro, aproximadamente 149000. Isso pode ter ocorrido devido a problemas com o posicionamento vertical do furo de 2 mm.

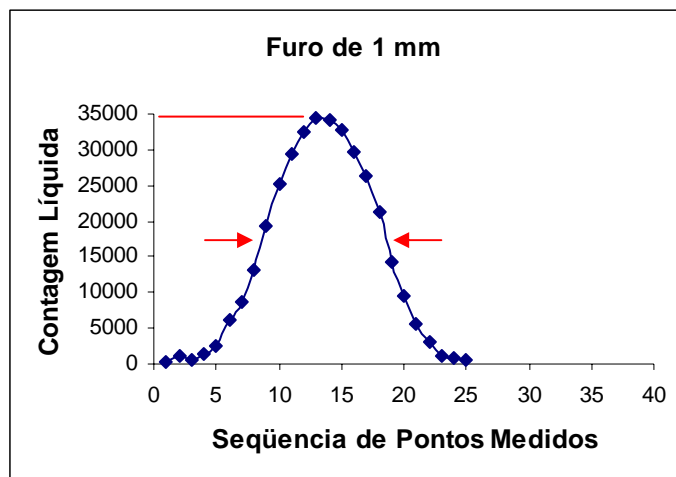


Figura 38. Distribuição dos valores de contagem obtidos para a varredura do furo de 1 mm pelo feixe gama. Medidas realizadas a passos de 200  $\mu\text{m}$ . As setas indicam a largura à meia altura.

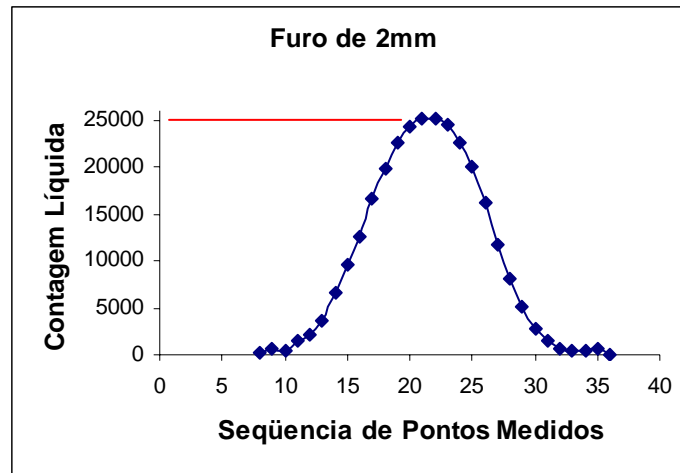


Figura 39. Distribuição dos valores de contagem obtidos para a varredura do furo de 2 mm pelo feixe gama. Medidas realizadas a passos de 200  $\mu\text{m}$ .

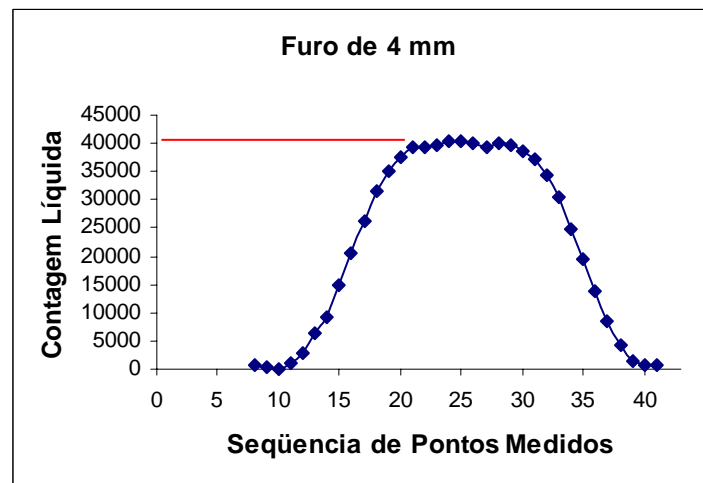


Figura 40. Distribuição dos valores de contagem obtidos para a varredura do furo de 4 mm pelo feixe gama. Medidas realizadas a passos de 200  $\mu\text{m}$ .

Os resultados para todos os furos usados são mostrados na Tabela 3. Era de se esperar que o furo de 4 mm fornecesse um valor de resolução espacial superior à real, afinal, o feixe de radiação passa através de um colimador de chumbo com diâmetro de 2 mm antes de alcançar a amostra e, conseqüentemente, este furo. Porém, o patamar na Figura 40 representa pontos nos quais todo o feixe está incidindo no detector e deve indicar o diâmetro do furo menos o diâmetro do feixe, para o caso do furo de 4 mm. Se a resolução tem valor de 2 mm, como mostram os resultados dos furos de 1 e 2 mm, então essa largura deveria ser também 2

mm. Através do gráfico da Figura 40 pode-se notar que esse valor é de  $1,8 \pm 0,1$  mm e é consistente com este raciocínio.

Tabela 3. Valores de resolução obtidos para os furos de 1, 2 e 4 mm no bloco de acrílico.

<b>Diâmetro do Furo (mm)</b>	<b>Resolução (mm)</b>
<b>1</b>	$2,1 \pm 0,1$
<b>2</b>	$2,2 \pm 0,1$
<b>4</b>	$3,8 \pm 0,1$

### 5.1.2. Validação da Técnica

Para determinação do coeficiente de atenuação linear da água foi realizada a transmissão de raios gama na caixa de acrílico vazia para obtenção da intensidade do feixe incidente ( $I_0$ ) e também com a caixa contendo água para obtenção da intensidade do feixe transmitido nesse material ( $I$ ). A espessura de água percorrida pelo feixe foi de 4,4 cm e ambos, feixe inicial e transmitido, foram contados por 420 segundos. Foram medidos 10 pontos tomados aleatoriamente na caixa de acrílico. O valor do coeficiente de atenuação linear obtido, dentro de 95 % de confiança, é comparado com valores da literatura na Tabela 4.

Tabela 4. Coeficientes de atenuação linear da água, obtidos da literatura e medido.

	<b>FERRAZ, (1974)</b>	<b>PÖTTKER (2000)</b>	<b>WinXcom</b>	<b>Presente Trabalho*</b>
$\mu_w$ (cm <sup>-1</sup> )	0,198 – 0,202	0,1966 – 0,1976	0,207	0,200 – 0,204

\* intervalo de 95 % de confiança

As medidas para obtenção do coeficiente de atenuação linear do alumínio foram realizadas em uma chapa desse material com espessura de 1,1 cm. Nessa chapa, foram medidos 10 pontos e o tempo empregado para obtenção de  $I$  e  $I_0$  foi de 150 segundos. A Tabela 5 mostra o valor encontrado mediante medidas de transmissão, assim como o valor

obtido com auxílio do software WinXcom. Neste caso, a densidade do Al usada para multiplicar pelo coeficiente de atenuação de massa fornecido pelo Xcom foi de  $2,7 \text{ g/cm}^3$  (LEDERER & SHIRLEY, 1978).

Tabela 5. Coeficiente de atenuação linear do alumínio obtido com o WinXcom e medido.

	WinXcom	Presente Trabalho*
$\mu_{\text{Al}} (\text{cm}^{-1})$	0,76	0,68 – 0,80

\* intervalo de 95 % de confiança

Para o caso do cobre, foi utilizada uma chapa de espessura 1,4 cm onde foram medidos 10 pontos. O tempo de medida para  $I_0$  foi de 180 segundos e para  $I$  foi de 1200 segundos. A Tabela 6 mostra o valor proveniente das medidas e aquele obtido com o WinXcom. Neste caso, a densidade do Cu usada para multiplicar pelo coeficiente de atenuação de massa fornecido pelo Xcom foi de  $8,89 \text{ g/cm}^3$  (LEDERER & SHIRLEY, 1978).

Tabela 6. Coeficiente de atenuação linear do cobre obtido com o WinXcom e medido.

	WinXCOM	Presente Trabalho*
$\mu_{\text{Cu}} (\text{cm}^{-1})$	14,6	13,9 – 14,1

\* intervalo de 95 % de confiança

Os valores dos coeficientes de atenuação linear para a água, o alumínio e o cobre estão mostrados mediante um intervalo de confiança de 95 % baseado em uma distribuição de Student para 9 graus de liberdade. Este intervalo foi aplicado sobre o desvio padrão dos valores obtidos.

Como pode ser notado, os valores medidos apresentam boa concordância com aqueles da literatura, validando o aparato experimental para o restante do trabalho.

### 5.1.3. Amostras Cerâmicas

De posse do coeficiente de atenuação linear medido com o arranjo experimental descrito e calculado com o auxílio da equação (12), assim como com o coeficiente de atenuação linear de partícula obtido mediante o software WinXcom, pode-se efetuar o cálculo da porosidade ponto a ponto através da equação (15). Esse foi o procedimento utilizado para o cálculo da porosidade nos pontos escolhidos nas amostras cerâmicas e, com estes valores, a obtenção da porosidade total média de cada amostra.

Como mencionado anteriormente, havia dois tipos de geometria para as amostras estudadas com a transmissão de raios gama: paralelepípedo e o cilindro. Para o paralelepípedo, foram medidos 40 pontos, sendo que estes foram agrupados em 4 linhas de 10 pontos cada. O espaço entre duas linhas consecutivas foi de 1 cm, assim como a distância entre dois pontos consecutivos em uma mesma linha. Esta geometria de medidas está representado na Figura 41.

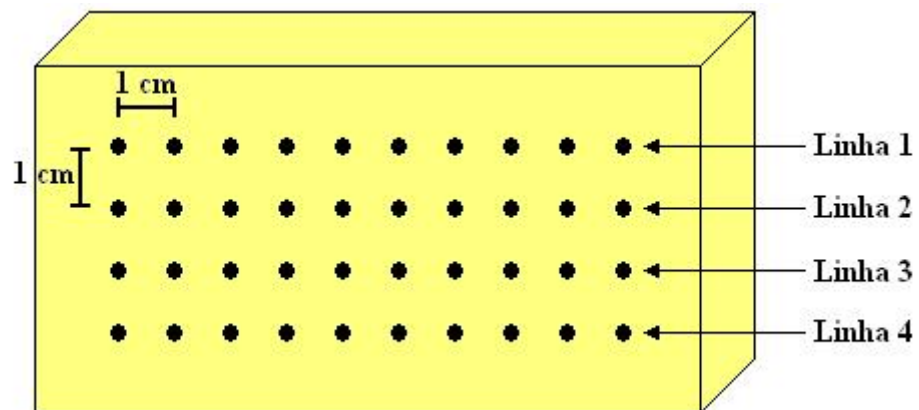


Figura 41. Esquema geométrico dos pontos medidos nas amostra em forma de bloco.

Para o caso da configuração de amostras cilíndricas foi escolhido realizar medidas em 10 linhas diferentes, cada qual contendo 4 pontos. Portanto, um total de 40 pontos foi medido nesta configuração. Como se trata de uma amostra de seção transversal circular, as linhas de medidas foram selecionadas formando um ângulo de  $18^\circ$  entre elas. A distância entre pontos consecutivos de uma mesma linha foi 0,7 cm. Esta descrição da configuração de medidas está esquematizada na Figura 42.

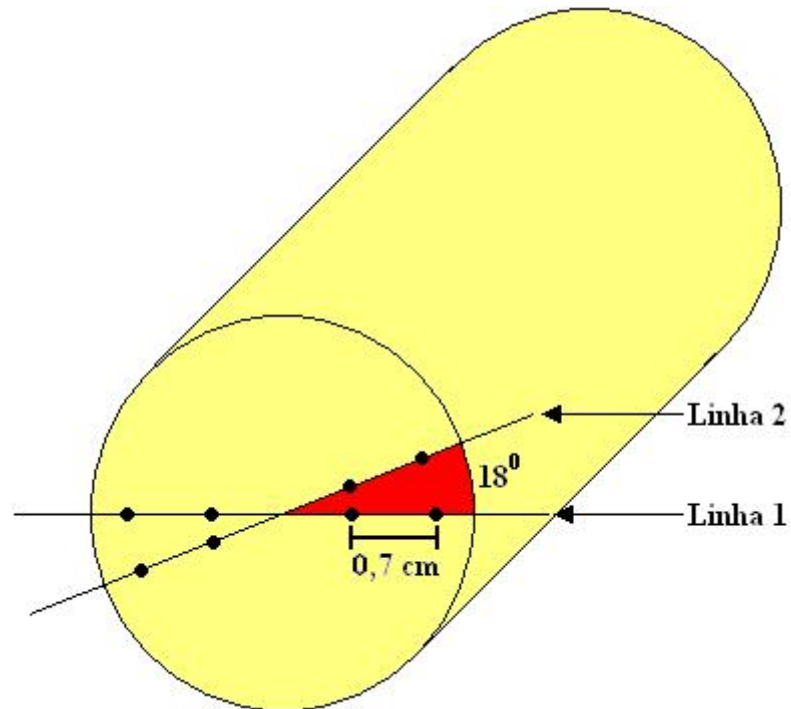


Figura 42. Esquema geométrico dos pontos medidos nas amostra cilíndricas.

A diferença efetiva entre as duas geometrias foi apenas a espessura atravessada pelo feixe, que no paralelepípedo foi de 2 cm e no cilindro foi de 5 cm.

Eventuais diferenças nos resultados entre as duas formas geométricas, para um mesmo tipo de cerâmica, refletirá diferenças devido ao processo de sinterização/empacotamento da amostra.

### 5.1.3.1. Cerâmica I

Esse primeiro conjunto cerâmico contém quatro amostras em forma de paralelepípedo com, aproximadamente, 1,9 cm de espessura. A contagem do feixe transmitido foi realizada por 360 segundos, obtendo-se contagens superiores a 120000 e taxa de contagem de, aproximadamente, 360 cont/s. Para o feixe incidente, foram utilizados os mesmos 360 segundos, o que proporcionou atingir contagens superiores a 270000 e taxas de contagem da

ordem de 760 cont/s. Dessa maneira, o tempo total de medida para uma amostra foi de 312 minutos.

O coeficiente de atenuação linear de partícula obtido para a cerâmica I foi  $0,559 \text{ cm}^{-1}$ . Ele é o resultado do coeficiente de atenuação de massa de partícula, proveniente da inserção da composição química desse conjunto cerâmico no software WinXcom, multiplicado pela densidade da matriz sólida da amostra (densidade de partícula).

Os resultados para a porosidade ponto a ponto obtidos para esse tipo de amostra são mostrados da Figura 43 a Figura 46. Nessas figuras os valores de porosidade são mostrados para cada linha utilizada na amostra. O menor e o maior valor de porosidade encontrados para estas amostras foram 26,4 % e 36,8 %, respectivamente, para a amostra R1, 26,5 % e 32,8 %, respectivamente, para R2, 27,0 % e 36,1 %, respectivamente, para R3 e 26,9 % e 36,2 %, respectivamente, para R4. A maior diferença entre esses valores foi apresentada pela amostra R1 e foi de 10,4 %, correspondente a uma diferença percentual de 28,3 %.

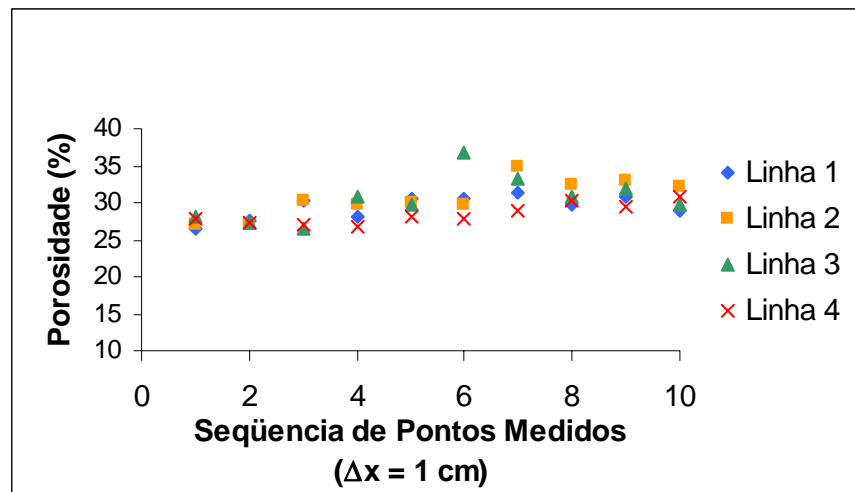


Figura 43. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra R1.

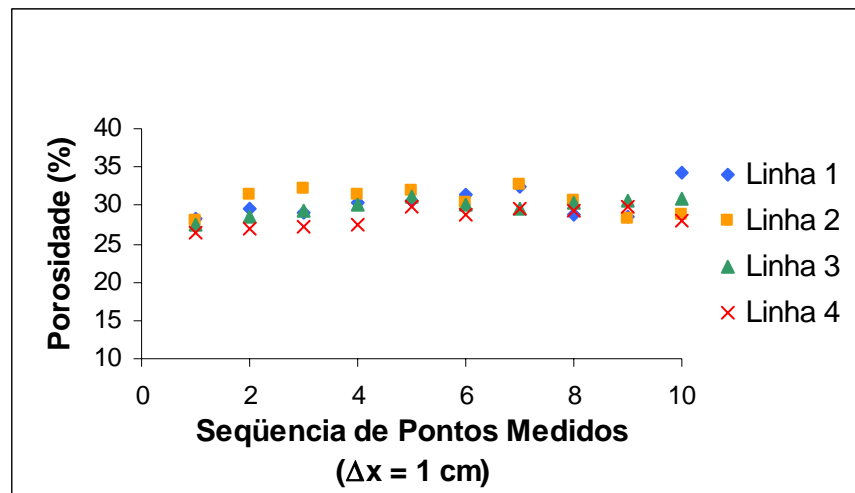


Figura 44. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra R2.

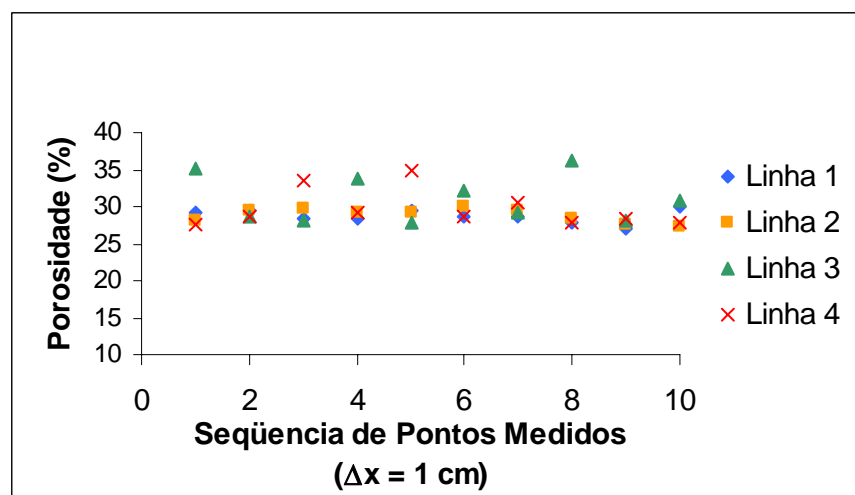


Figura 45. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra R3.

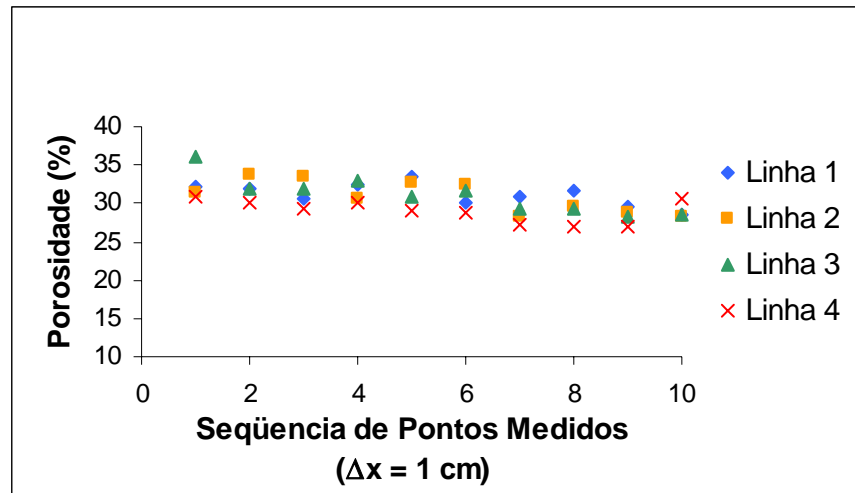


Figura 46. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra R4.

Com os valores de porosidade utilizados para confecção dos gráficos mostrados nas figuras anteriores foram calculadas a porosidade total média e também a variabilidade da porosidade para cada amostra. Esta variabilidade foi calculada com o emprego da diferença entre o maior valor de porosidade e o valor da porosidade média da amostra. Estes resultados, assim como a porosidade média global para essas quatro amostras, são mostrados na Tabela 7. Através dela pode-se notar que houve boa concordância entre os resultados da porosidade total para as quatro amostras. E, dentre elas, a amostra R1 foi a que apresentou maior diferença entre o maior valor de porosidade e a porosidade média, enquanto que a amostra R2 foi a que apresentou menor valor para esta variabilidade. A variabilidade reflete a qualidade de homogeneidade de sinterização da amostra. O desvio individual característico das porosidades calculadas para as amostras em forma de paralelepípedo foi de 0,15 %.

Tabela 7. Valor obtido para cada amostra em forma de paralelepípedo da cerâmica I e porosidade global para esse tipo de amostra.

Paralelepípedo	Porosidade* (%)	Variabilidade na Amostra (%)
R1	25,1 – 34,5	19,4
R2	26,7 – 32,9	9,6
R3	25,2 – 34,0	18,2
R4	26,5 – 34,5	15,3
<b>Porosidade Global</b>	25,8 – 34,0	--

\* intervalo de confiança de 95 % para a porosidade média da amostra

Além das quatro amostras em forma de bloco, o conjunto de cerâmica I possuía três amostras cilíndricas. Dentro dessas, o feixe de raios gama deveria percorrer uma distância de, aproximadamente, 4,9 cm, que é a distância entre as faces do cilindro. A medida do feixe incidente foi realizada por 180 segundos, atingindo contagens superiores a 130000 e correspondentes taxas de contagem da ordem de 760 cont/s. Nesse caso, foi escolhido utilizar tempos de contagens menores para o feixe incidente, como forma de minimizar o tempo total de medidas, uma vez que a espessura da amostra era maior que nas amostras em bloco, o que forçou a elevação do tempo de medida para o feixe transmitido nesta configuração de amostra. Esse tempo foi de 1020 segundos e contagens superiores a 100000 foram atingidas, resultando em taxas de contagens ficaram em torno de 107 cont/s. O tempo total de medidas para cada amostra com este formato foi de 770 minutos, aproximadamente 13 horas.

Os resultados de porosidade para as linhas em cada amostra são mostrados da Figura 47 a Figura 49. Para a amostra C1 foram medidos 37 pontos, enquanto que nas outras foram medidos 40 pontos.

Nestas amostras foram encontrados, como menor e maior valores de porosidade, respectivamente, 25,4 % e 30,2 % para amostra C1, 25,4 % e 29,5 % para C2 e 25,5 % e 31,5 % para C3. A maior diferença ocorreu para a amostra C3 cujo valor foi de 6 %, correspondendo a uma diferença percentual de 19,0 %.

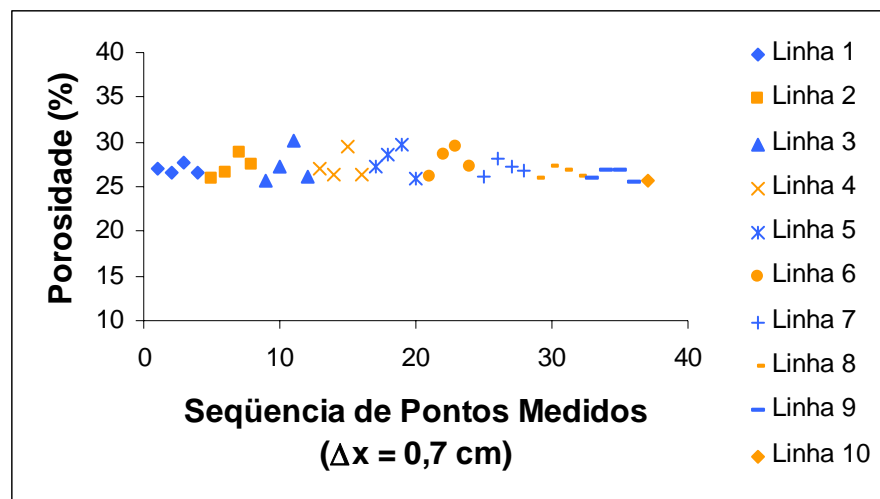


Figura 47. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra C1.

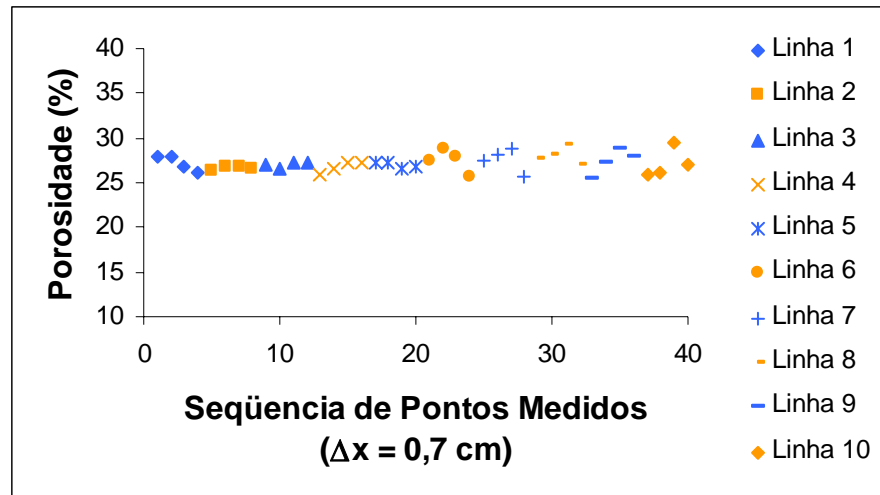


Figura 48. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra C2.

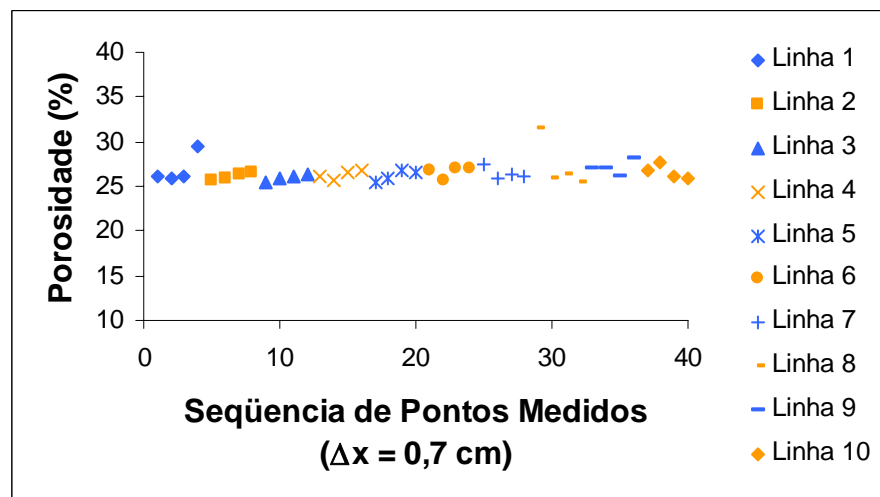


Figura 49. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra C3.

Os resultados para a porosidade total média e a variabilidade em cada amostra cilíndrica estão colocados na Tabela 8, assim como a porosidade global para esse grupo de amostras. Nestas, a que apresentou maior e menor variabilidade foram, respectivamente, as amostras C3 e C2. O desvio individual característico das porosidades calculadas para as amostras em forma de cilindro foi de 0,15 %. Comparado com as amostras em forma de paralelepípedo, no geral, as amostras cilíndricas apresentaram menor variabilidade. Do mesmo modo como nas amostras em forma de paralelepípedo, as amostras cilíndricas mostraram boa concordância entre os valores de porosidade total.

Tabela 8. Valor obtido para cada amostra com forma cilíndrica da cerâmica I e porosidade global para esse tipo de amostra.

<b>Cilindro</b>	<b>Porosidade* (%)</b>	<b>Variabilidade na Amostra (%)</b>
C1	24,8 – 29,6	10,2
C2	25,3 – 29,1	7,7
C3	24,4 – 28,8	15,7
<b>Porosidade Global</b>	24,8 – 29,2	--

\* intervalo de confiança de 95 % para a porosidade média da amostra

Como o fabricante havia fornecido o valor de porosidade para a cerâmica I foi possível confrontar esse valor com os que foram medidos mediante a transmissão de raios gama. Este dados são mostrados na Tabela 9, que contém a porosidade global, tanto para as amostras em forma de paralelepípedo como para as amostras cilíndricas e também a fornecida pelo fabricante. Dentro desta comparação, pode-se notar que os resultados da análise conferem com a porosidade nominal das amostras.

Tabela 9. Valores de porosidade encontrados com as medidas em confronto com aquele fornecido pelo fabricante para a cerâmica I.

<b>Amostras</b>	<b>Porosidade Global* (%)</b>	<b>Fabricante (%)**</b>
<b>Paralelepípedo</b>	25,8 – 34,0	28,5
<b>Cilíndrica</b>	24,8 – 29,2	

\* intervalo de confiança de 95 %

\*\* calculada pelo Método de Arquimedes. Não foi fornecido seu desvio.

### 5.1.3.2. Cerâmica II

Este conjunto cerâmico contém 2 amostras em forma de paralelepípedo com, aproximadamente, 2 cm de espessura. O procedimento de medida, espaçamento entre os pontos e quantidade de medidas foi o mesmo adotado para as amostras da cerâmica I. O tempo de medida para o feixe incidente e o feixe transmitido também foi o mesmo, 360 segundos. As contagens alcançadas para a primeira amostra foram superiores a 270000 e as taxas de contagem correspondentes foram de, aproximadamente, 750 cont/s. Para a segunda

amostra foram atingidas contagens superiores a 170000 e taxas de, aproximadamente, 475 cont/s. O tempo total de medida de cada uma dessas duas amostras foi de 312 minutos.

O coeficiente de atenuação linear de partícula obtido para a cerâmica II foi  $0,562 \text{ cm}^{-1}$ . Ele é muito parecido com aquele da cerâmica I. Isso porque a composição química desses dois conjuntos cerâmicos é a mesma. A pequena diferença surge do fato de suas densidades de partícula serem diferentes, o que pode ser visto na Tabela 2.

Os gráficos de valores de porosidade ponto a ponto para as linhas medidas nessas duas amostras são mostrados da Figura 50 e Figura 51. O menor valor de porosidade para a amostra R1 foi de 58,0 % e o maior 61,0 %. Já para a amostra R2 estes valores foram de 58,7 % e 62,0 %, respectivamente. Esta última apresentou maior diferença entre estes valores, correspondendo a 3,3 % e, percentualmente, 5,3 %.

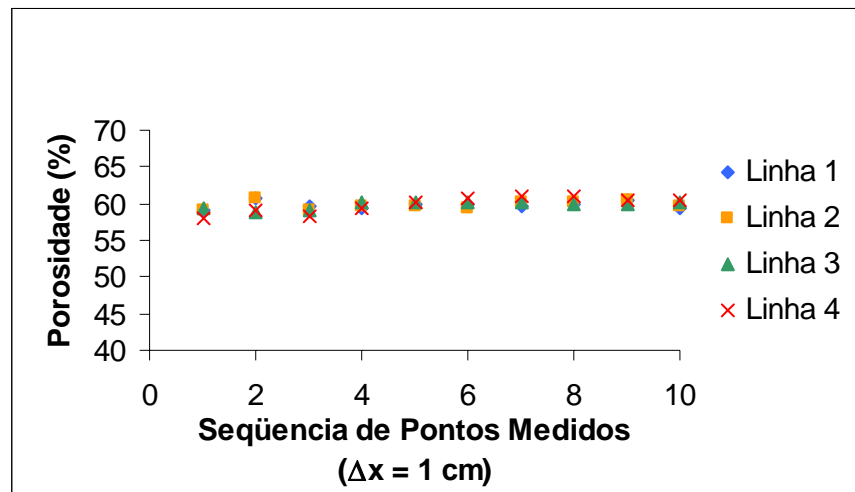


Figura 50. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra R1.

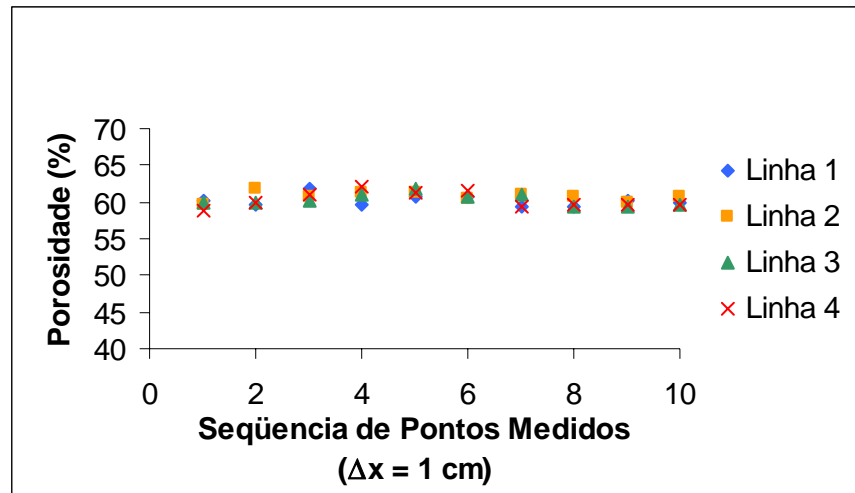


Figura 51. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra R2.

Os valores da porosidade total média e variabilidade dentro da amostra são mostrados na Tabela 10. Pode-se notar bons valores de variabilidade entre as porosidades ponto a ponto para este conjunto cerâmico, sendo 2,5 % o maior deles, mostrando que a sinterização destas amostras foi mais homogênea. O desvio individual característico das porosidades calculadas para as amostras em forma de paralelepípedo foi de 0,14 %.

Tabela 10. Valor obtido para cada amostra em forma de paralelepípedo da cerâmica II e porosidade global para esse tipo de amostra.

Paralelepípedo	Porosidade* (%)	Variabilidade na Amostra (%)
R1	58,4 – 61,2	2,0
R2	58,7 – 62,1	2,5
<b>Porosidade Global</b>	58,5 – 61,7	--

\* intervalo de confiança de 95 % para a porosidade média da amostra

Este conjunto cerâmico contém um número de 3 amostras cilíndricas e o feixe de raios gama deveria percorrer, aproximadamente, 5,1 cm em seu interior. O tempo utilizado para medir o feixe incidente foi de 180 segundos, proporcionando valores de contagens superiores a 135000 e taxas de contagem correspondentes de, aproximadamente, 753 cont/s. O tempo total de medida de cada uma dessas amostras foi de 410 minutos, aproximadamente 7 horas.

Os valores de porosidade ponto a ponto encontrados nestas amostras são mostrados em forma de gráfico da Figura 52 a Figura 54. Nestas, o menor e o maior valores de porosidade foram, respectivamente, 57,5 % e 61,6 % para a amostra C1, 57,6 % e 60,3 % C2

e 57,5 % e 61,1 % para C3. A maior diferença entre estes valores pertence a amostra C1 e é de 4,1 %, correspondendo a uma diferença percentual de 6,7 %.

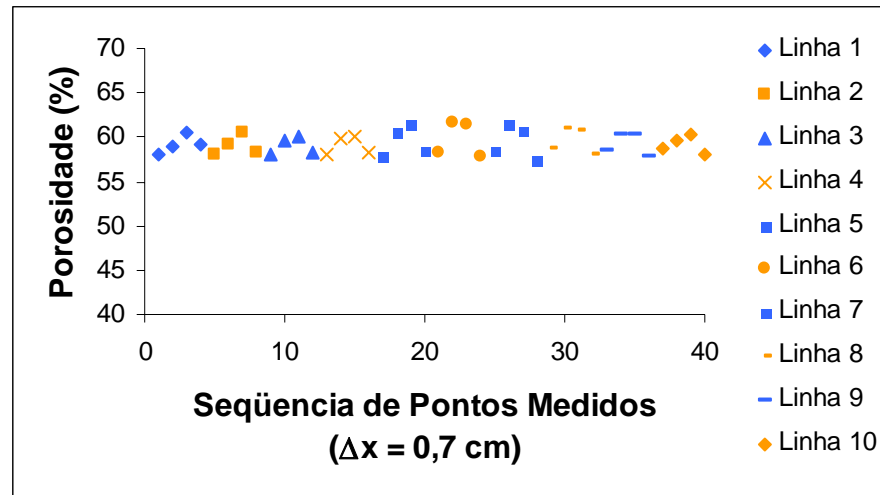


Figura 52. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra C1.

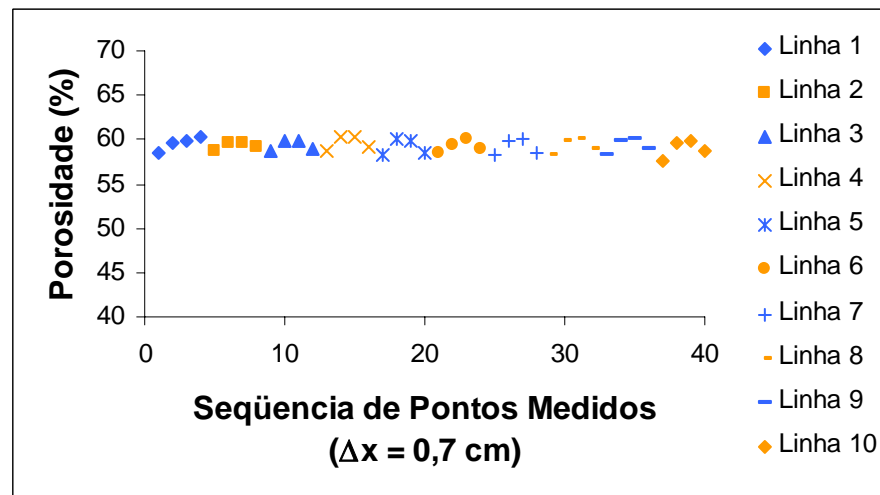


Figura 53. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra C2.

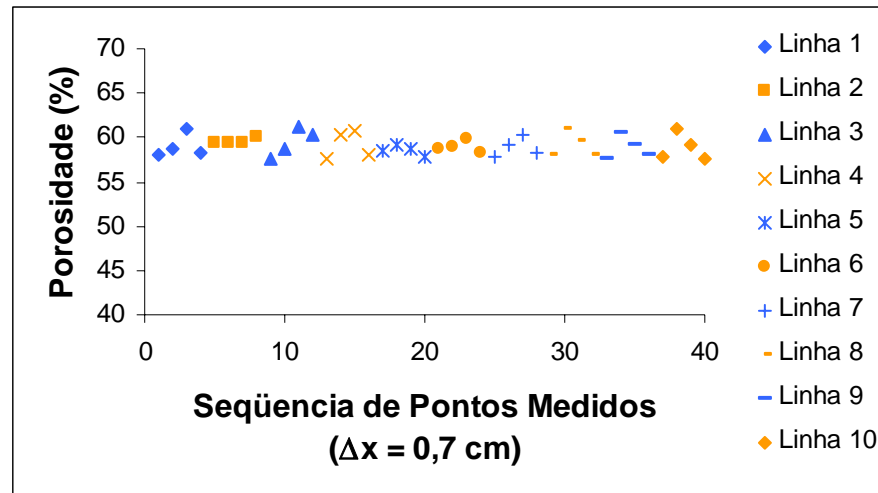


Figura 54. Porosidade ponto a ponto para as linhas da amostra C3.

A porosidade total média e a variabilidade encontrada para estas amostras são mostradas na Tabela 11. Baixas variabilidades foram encontradas para essas três amostras, sendo que a maior delas foi de 3,8 % para a amostra C1. O desvio individual característico das porosidades calculadas para as amostras em forma de cilindro foi de 0,11 %. Para o caso da cerâmica II as amostras em forma de paralelepípedo e as cilíndricas apresentaram boa concordância entre os valores de porosidade total e não diferem muito entre os valores da variabilidade de cada amostra, que são baixos, indicando melhor qualidade na homogeneidade de sinterização em relação à cerâmica I.

Tabela 11. Valor obtido para cada amostra com forma cilíndrica da cerâmica II e porosidade global para esse tipo de amostra.

Cilindro	Porosidade* (%)	Variabilidade na Amostra (%)
C1	56,8 – 61,8	3,8
C2	57,9 – 60,7	1,7
C3	56,8 – 61,2	3,4
<b>Porosidade Total</b>	57,1 – 61,3	--

\* intervalo de confiança de 95 % para a porosidade média da amostra

Um confronto entre os valores medidos e o fornecido pelo fabricante é também possível a este ponto. Como mostrado na Tabela 12, ocorre uma pequena diferença entre esses valores, chegando a 3,5 % para porosidade global das amostras em bloco e 1,1 % para as amostras cilíndricas.

Tabela 12. Valores de porosidade encontrados com as medidas em confronto com aquele fornecido pelo fabricante para a cerâmica II.

Amostras	Porosidade Global* (%)	Fabricante (%)**
Paralelepípedo	58,5 – 61,7	56,5
Cilíndrica	57,1 – 61,3	

\* intervalo de confiança de 95 %

\*\* calculada pelo Método de Arquimedes. Não foi fornecido seu desvio.

## 5.2. Microtomografia de Raios X

### 5.2.1. Validação da Técnica

A princípio pensou-se em empregar um cilindro similar àquele empregado para conter as linhas de nylon, porém, utilizando esferas de vidro com diâmetro aproximadamente padronizado no lugar dessas. Porém havia grande dificuldade em calcular a porosidade por um método diferente das análises microtomográficas para poder confrontar os resultados. Essa dificuldade encontrava-se no fato de não haver similaridade nas imagens reconstruídas das seções transversais de tal amostra devido ao fato de as esferas de vidro terem seções transversais de diâmetros variáveis. Todos esses fatos podem ser visualizados na Figura 55, onde as regiões claras representam seções das esferas de vidro.

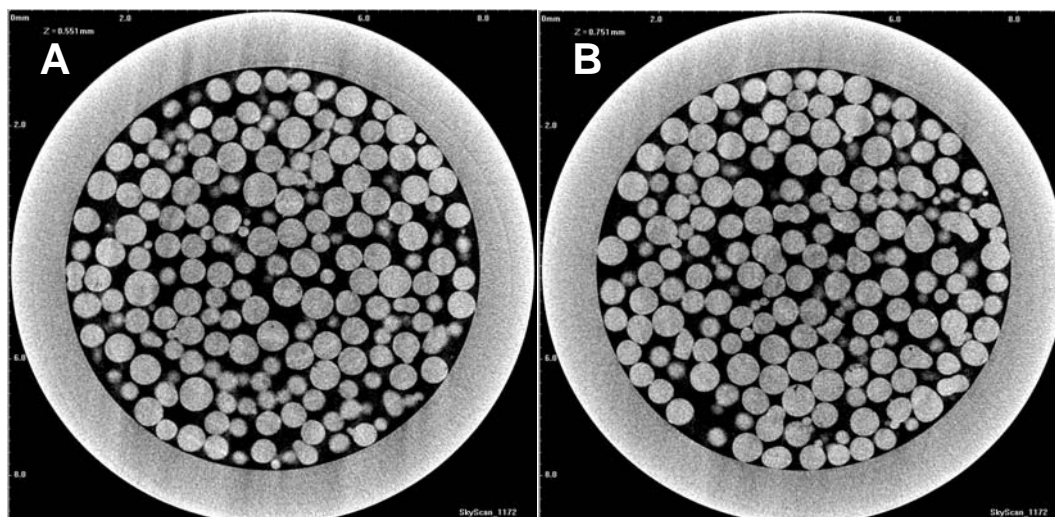


Figura 55. Imagens reconstruídas da amostra de esferas de vidro em um tubo também de vidro. (A) fatia 110 e (B) fatia 150.

Essas esferas tinham diâmetro nominal de 0,6 mm e, apesar das dificuldades antecipadas para a análise dos dados, foram realizadas medidas com essa amostra. Os parâmetros de funcionamento do microtomógrafo foram 80 kV aplicados no tubo a uma corrente de 124  $\mu$ A. Foi colocado um filtro de alumínio de 1 mm na saída do tubo de raios X para homogeneizar a energia do feixe. A distância objeto-fonte e câmera-detector foram, respectivamente, 47 mm e 215 mm, proporcionando uma resolução de imagem de 5,01  $\mu$ m. Foram obtidas 385 projeções, tomadas a passos angulares de 0,5°. O tempo de cada exposição foi de 1180 ms e cada projeção é o resultado de cinco medidas (5 Frames), o que resultou em um tempo total de 45 minutos. A reconstrução forneceu 801 seções, das quais 450 seções foram utilizadas para análise.

A Tabela 13 mostra os resultados obtidos para pacotes de 50 ou 100 seções empregados para cálculo da porosidade. Apesar de não poder comparar esses resultados com outro método diferente, pode-se notar que os resultados encontrados para os diversos conjuntos de seções são compatíveis, fornecendo um bom valor para a porosidade.

Tabela 13. Valores de porosidade encontrados para a amostra de esferas de vidro.

Fatias	Porosidade (%)*
101 – 150	33,4 – 36,2
151 – 250	32,8 – 39,4
251 – 300	36,3 – 40,1
451 – 550	33,2 – 40,2
651 – 750	32,3 – 37,7
851 – 900	34,4 – 37,8

\*Intervalo de 95 % de confiança para a porosidade média do conjunto de fatias considerado.

Portanto, de modo a confrontar resultados de porosidade obtidos via microtomografia com outra metodologia, foi confeccionada a amostra com linhas de nylon para medir por microtomografia. Neste caso, a tensão aplicada no tubo foi de 70 kV a uma corrente de 141  $\mu$ A, sendo também empregado filtro de alumínio em sua saída. As distâncias objeto-fonte e câmera-fonte foram, respectivamente, 47 mm e 215 mm, proporcionando resolução de imagem de 5,01  $\mu$ m. O número de projeções medidas foi de 769, obtidas a passos angulares de 0,25°, rotacionando a amostra de 0 a 180°. O tempo empregado para cada exposição foi de 2360 ms e também foi utilizada a média de 5 medidas (5 Frames), o que exigiu um tempo total de 150 minutos. A reconstrução forneceu 401 seções, das quais 301 seções organizadas em pacotes de, aproximadamente, 100 fatias foram empregadas para análise. Uma imagem em tons de cinza gerada a partir da reconstrução é mostrada na Figura 56.

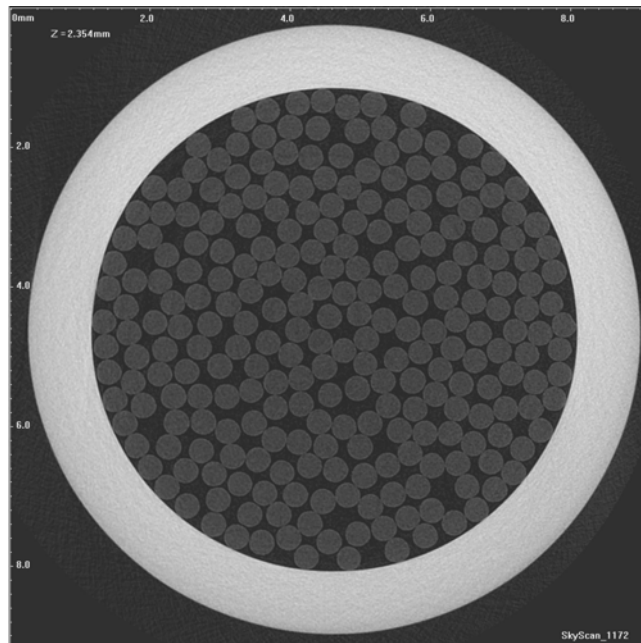


Figura 56. Fatia 470 em tons de cinza obtida da reconstrução da microtomografia da amostra de linhas de nylon. Esta figura teve seu contraste e brilho alterados para melhor visualização.

### 5.2.1.1. Processo de Binarização

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

A seção 2D não pode ter a sua área total binarizada, pois as regiões referentes ao tubo de vidro e externa a ele participariam de qualquer caracterização microestrutural realizada. Sendo assim, uma região de interesse tem que ser pré-selecionada. Com software IMAGO faz-se a seleção da região a ser binarizada. Porém esse programa permite apenas a seleção em formato retangular. A Figura 57 apresenta regiões selecionadas de uma seções para a binarização.

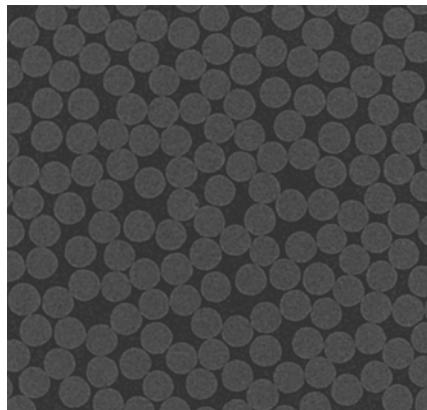


Figura 57. Seleção realizada sobre a imagem em escala de cinza da fatia 300 para processo de binarização. Esta figura também teve contraste e brilho alterados.

Com o intuito de limpar pixels que não pertencessem à matriz ou à fase porosa, um filtro mediano foi aplicado a todas as imagens antes do processo de binarização. Além de eliminar boa parte destes pixels fantasmas o filtro também deixou mais nítida a diferença entre as duas fases da amostra. O efeito do filtro mediano foi eficaz em toda a imagem, mas seu resultado pode ser melhor observado na região delimitada pelo quadrado no centro da Figura 58.

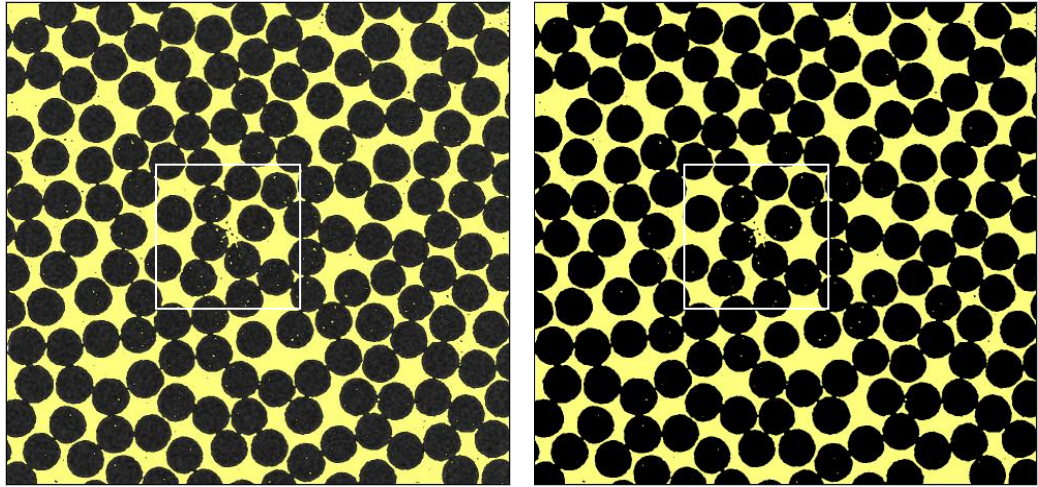


Figura 58. Figuras obtidas a partir da janela de binarização para mostrar a diferença entre o resultado sem o filtro mediano, à esquerda e com a aplicação prévia do filtro mediano, à direita.

Após a aplicação do filtro, pôde-se dar continuidade ao processo de binarização. Para tanto, um “limiar” em um histograma de tons de cinza, com alcance de 0 a 255, teve de ser escolhido. Este limite define até que valor de tom de cinza um pixel deverá ser considerado branco ou preto na imagem binarizada. A Figura 59 mostra a janela de binarização do software IMAGO, o qual sugere um limiar de tom de cinza indicado pela seta vermelha sobre o histograma. Este limiar sugerido foi 21 e coincidiu com a análise realizada pelo usuário, indicada pela linha vertical na cor azul. As imagens tiveram que ser invertidas para o processo de binarização porque o programa considera as regiões brancas como poro.

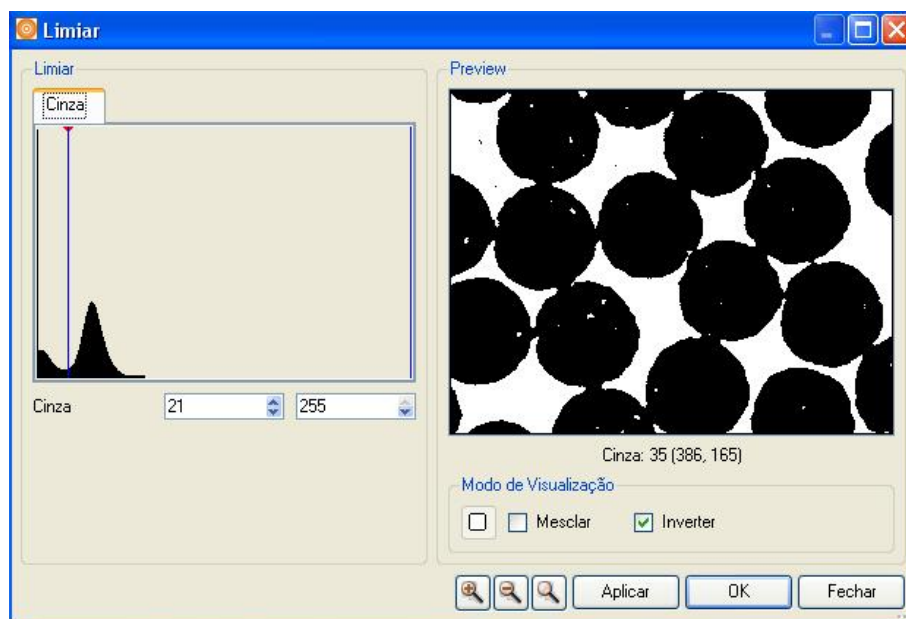


Figura 59. Histograma de tons de cinza gerado da fatia 300.

A Figura 60 apresenta uma imagem binarizada das linhas de nylon.

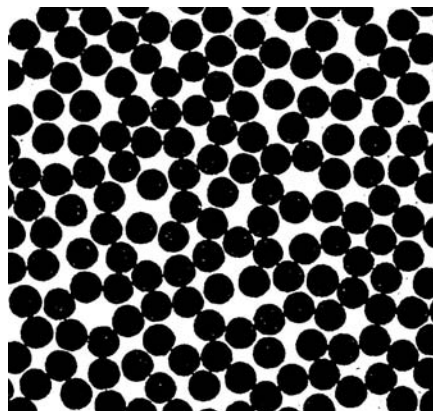


Figura 60. Imagem binarizada da fatia 300 após a aplicação do filtro mediano.

### 5.2.1.2. Caracterização Microestrutural

Com as imagens binarizadas, na forma como representada na Figura 60, é possível realizar cálculos de porosidade para cada fatia através do IMAGO. A porosidade total média calculada para as 301 seções foi de 29,8 – 30,0 %, intervalo de 95 % de confiança. A

homogeneidade de porosidade encontrada para as diversas fatias empregadas pode ser observada através do gráfico da Figura 61. Outro fato que mostra essa homogeneidade são o menor e o maior valores de porosidade obtidos, respectivamente, 28,8 % e 30,0 %.

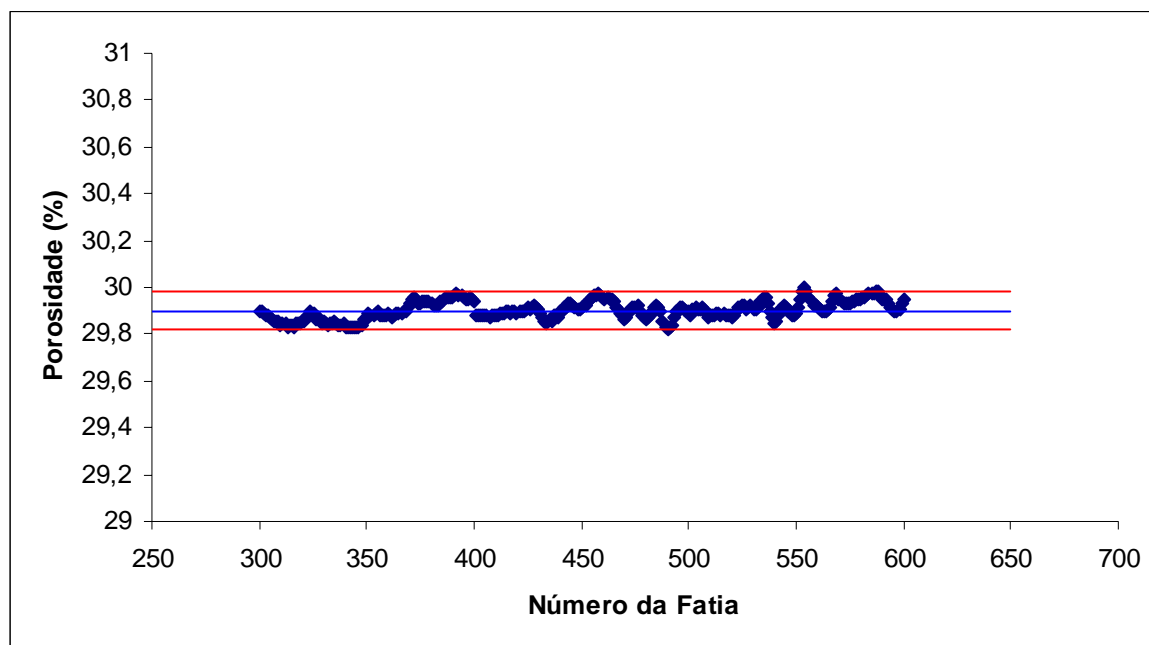


Figura 61. Porosidade em cada uma das 301 fatias utilizadas para caracterização da amostra de linhas de nylon.

Para comprovar o valor de porosidade obtido através da microtomografia, um cálculo geométrico da porosidade foi realizado. Para tanto, o diâmetro das linhas de nylon foi medido 60 vezes nas fatias 300, 417, 513, 618 e 693, chegando-se a um valor médio de 177  $\mu\text{m}$ . Este processo foi realizado através do software IMAGO. Também era conhecido o diâmetro do tubo de vidro, 3461  $\mu\text{m}$ . A porosidade geométrica calculada foi de 28,7 – 38,7 %, intervalo de 95 % de confiança. Este resultado está em bom acordo com o encontrado através da microtomografia.

### 5.2.2. Cerâmica I

Para facilitar a aquisição das projeções tomográficas das amostras utilizadas na microtomografia, foram retiradas sub-amostras com base de 0,6 x 0,6 cm e altura de 1,2 cm, aproximadamente.

Esta primeira amostra cerâmica foi medida em 10 de novembro de 2006 e foi uma das primeiras amostras escaneadas quando este microtomógrafo foi montado. As condições de utilização do tubo de raios X foram 59 kV, 167  $\mu$ A e filtro de alumínio de 1 mm. As distâncias empregadas foram 26 mm objeto-fonte e 345 câmera-fonte, chegando à resolução de 1,73  $\mu$ m. Foram realizadas 469 projeções a passos angulares de 0,4°. O tempo de exposição para cada projeção foi de 2655 ms e estas foram obtidas com o emprego da média de quatro repetições (4 Frames). O tempo total de escaneamento foi de 82 minutos. A partir da reconstrução foram obtidas 978 seções transversais e as análises foram realizadas sobre todas elas através de pacotes contendo, aproximadamente, 100 seções cada. Uma imagem em tons de cinza obtida desta amostra é mostrada na Figura 62. Nesta, as regiões claras representa poros e regiões escuras a matriz.

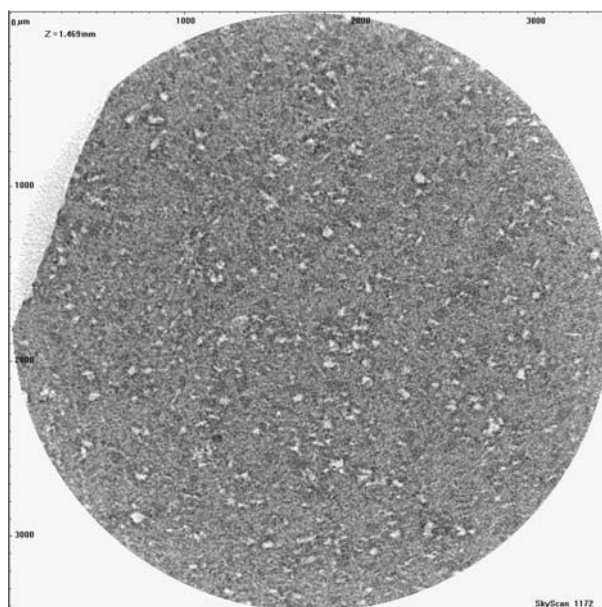


Figura 62. Imagem em tons de cinza da fatia 850 obtida da microtomografia da cerâmica I.

### 5.2.2.1. Processo de Binarização

No caso desta amostra foi selecionada área retangular nas seções 2D para o processo de binarização. Um exemplo é representado na Figura 63.

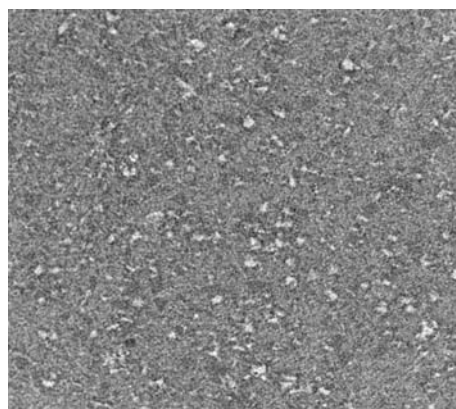


Figura 63. Área retangular selecionada na fatia 850 empregada no processo de binarização.

Não foi utilizado filtro nos dados antes da binarização. Para este caso não houve a necessidade de inversão da imagem. Afinal, as regiões claras já representavam os poros. O limiar de tons de cinza sugerido pelo IMAGO foi 134 e o escolhido foi 146. A imagem binarizada referente à fatia 850 é mostrada na Figura 64.

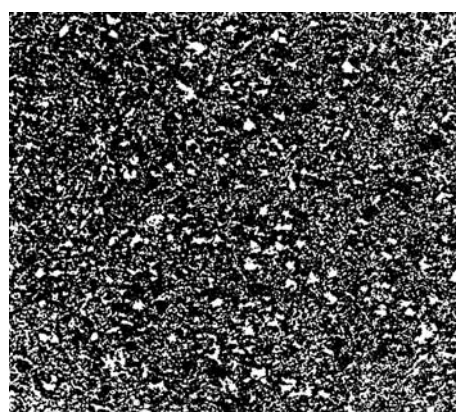


Figura 64. Binarização realizada ao limiar de 146 sobre a fatia 850 em tons de cinza.

### 5.2.2.2. Caracterização Microestrutural

A porosidade total média encontrada para esta amostra foi 26,6 – 29,4 %, intervalo com 95 % de confiança. A ocorrência dos valores mínimo e máximo de porosidade foi, respectivamente, 26,8 % e 29,9 %. Um gráfico representando todos os valores de porosidade encontrados para as diversas fatias analisadas está na Figura 65. Por meio desta, pode-se notar algumas descontinuidades nos valores de porosidade encontrados, como exemplificado pelas setas A e B da mesma figura. Isso é consequência de uma má reprodutibilidade da seleção de área feita para utilizar na binarização. Apesar disso, a diferença entre os valores envolvidos nesta descontinuidade não a tornam tão preocupante, sendo de 27,8 % na fatia 133 e 27,1 % na 134 para a descontinuidade A, e 28,4 % na fatia 600 e 27,6 % na 601 para a descontinuidade B. Outro fato ocorrido é o aparecimento de valores de porosidade que extrapolam o limite de 95 % de confiança, onde o maior é de 29,9 % que corresponde à fatia 688 e está indicado pela seta C. Este fato pode ser compreendido com uma observação da área de tal fatia na Figura 66, onde uma irregularidade pode ser notada e atua com maior intensidade entre as fatias 670 e 720.

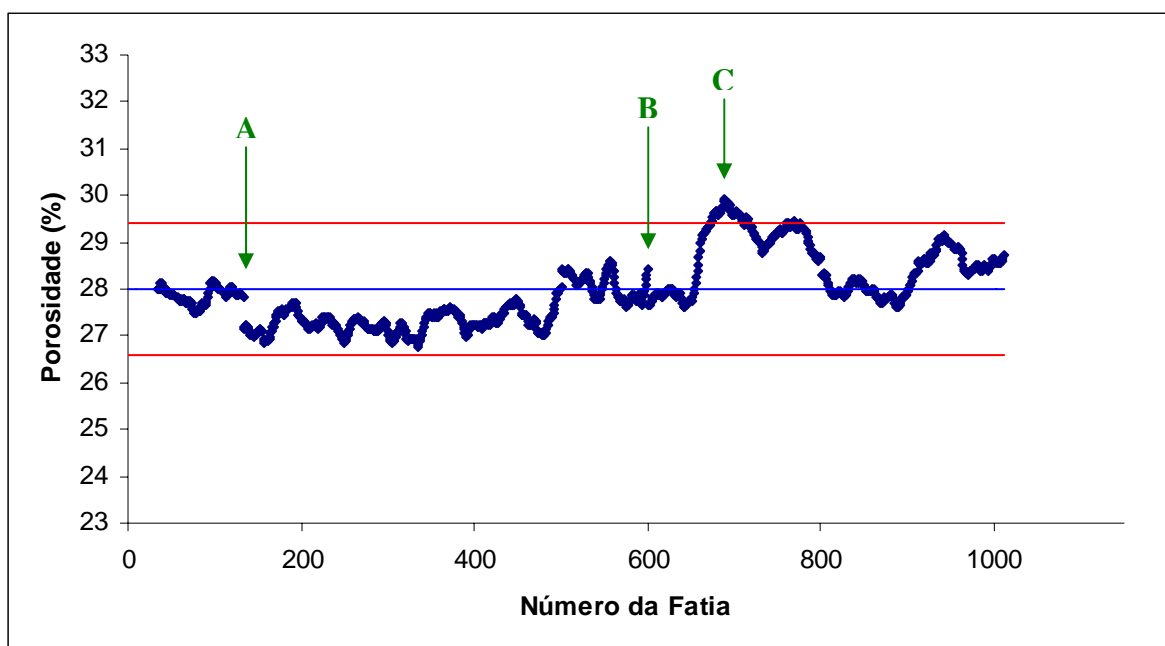


Figura 65. Valores de porosidade para cada fatia da amostra da cerâmica I. A linha azul representa a média, enquanto as vermelhas delimitam o intervalo de confiança de 95 % em torno da média.

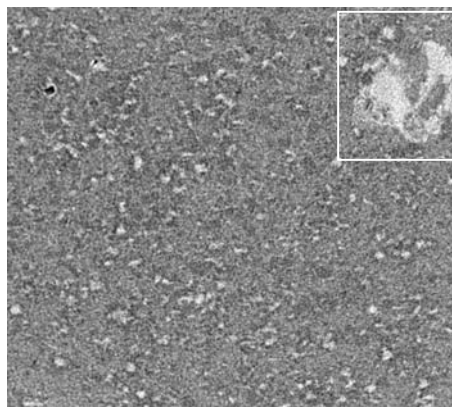


Figura 66. Área selecionada para a binarização da fatia 688. Uma heterogeneidade pode ser observada nesta região da amostra.

A Figura 67 mostra uma tentativa de prever qual o número de fatias mínimo necessário para realização da caracterização microestrutural. Para isso foi criado o gráfico dessa figura com a expectativa que o desvio padrão da média estabilizasse a partir de um dado número de valores de porosidade utilizados. Porém, como pode-se notar através da curva, essa estabilização não ocorreu, exatamente devido ao aumento da porosidade a partir da fatia 660 e até a 800. Portanto, como não houve nítida estabilização, todas as fatias foram empregadas na análise.

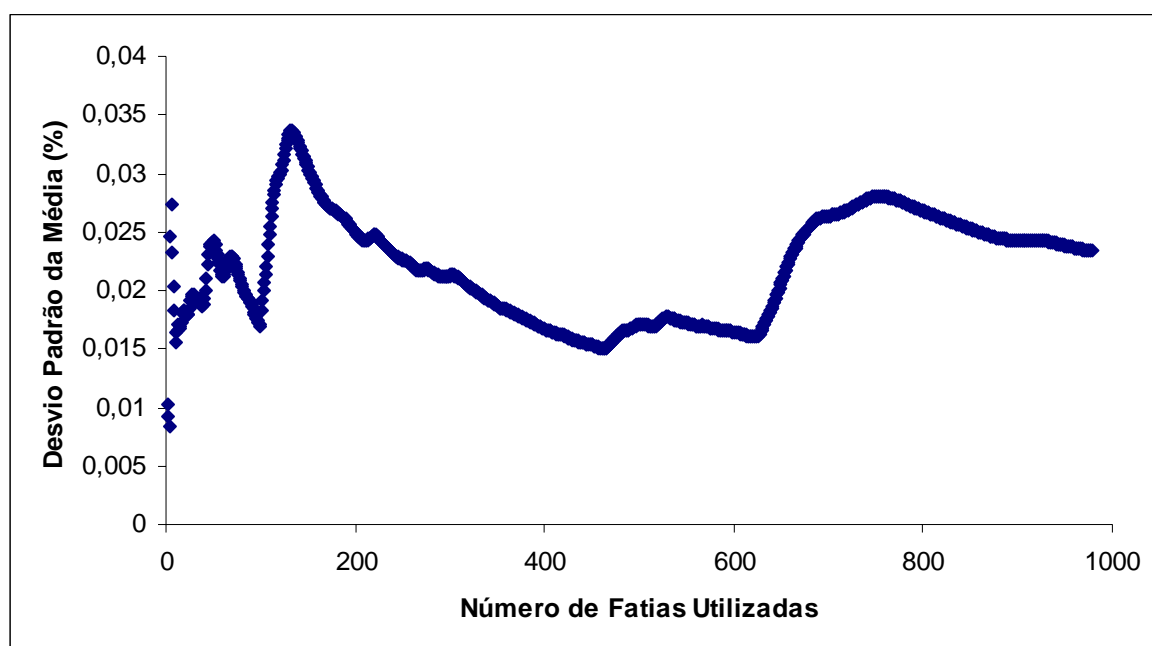


Figura 67. Gráfico de valores de desvio padrão da média versus o número de fatias empregadas para obtenção destes para a amostra da cerâmica I.

Finalizando os comentários à respeito da porosidade desta amostra, pode-se comparar o resultado encontrado mediante a microtomografia com aquele obtido com a transmissão de raios gama e o fornecido pelo fabricante. Estes valores estão colocados na Tabela 14 e pode-se notar a boa concordância entre todos eles.

Tabela 14. Porosidade nominal da amostra da cerâmica I e os valores obtidos com as técnicas.

<b>Origem</b>	<b>Amostra</b>	<b>Porosidade (%)</b>
<b>Transmissão Gama</b>	<b>Paralelepípedo</b>	25,8 – 34,0 *
	<b>Cilindro</b>	24,8 – 29,2 *
<b>Microtomografia</b>		26,6 – 29,4 *
<b>Fabricante</b>		28,5**

\* Intervalo com 95 % de confiança.

\* calculada pelo Método de Arquimedes. Não foi fornecido seu desvio.

Outra análise que o IMAGO pode realizar sobre as imagens binarizadas é a distribuição de tamanho de poros. Esta distribuição é apresentada na forma de um gráfico da frequência (%) versus raio de poro ( $\mu\text{m}$ ). A distribuição média para o caso desta amostra cerâmica pode ser visualizada na Figura 68. Nesta, pode-se notar que 66 % dos poros possuem raios de 3,4  $\mu\text{m}$  a 6,9  $\mu\text{m}$ . Poros com raios inferiores a 1,73  $\mu\text{m}$ , resolução espacial da medida, não puderam ser medidos.

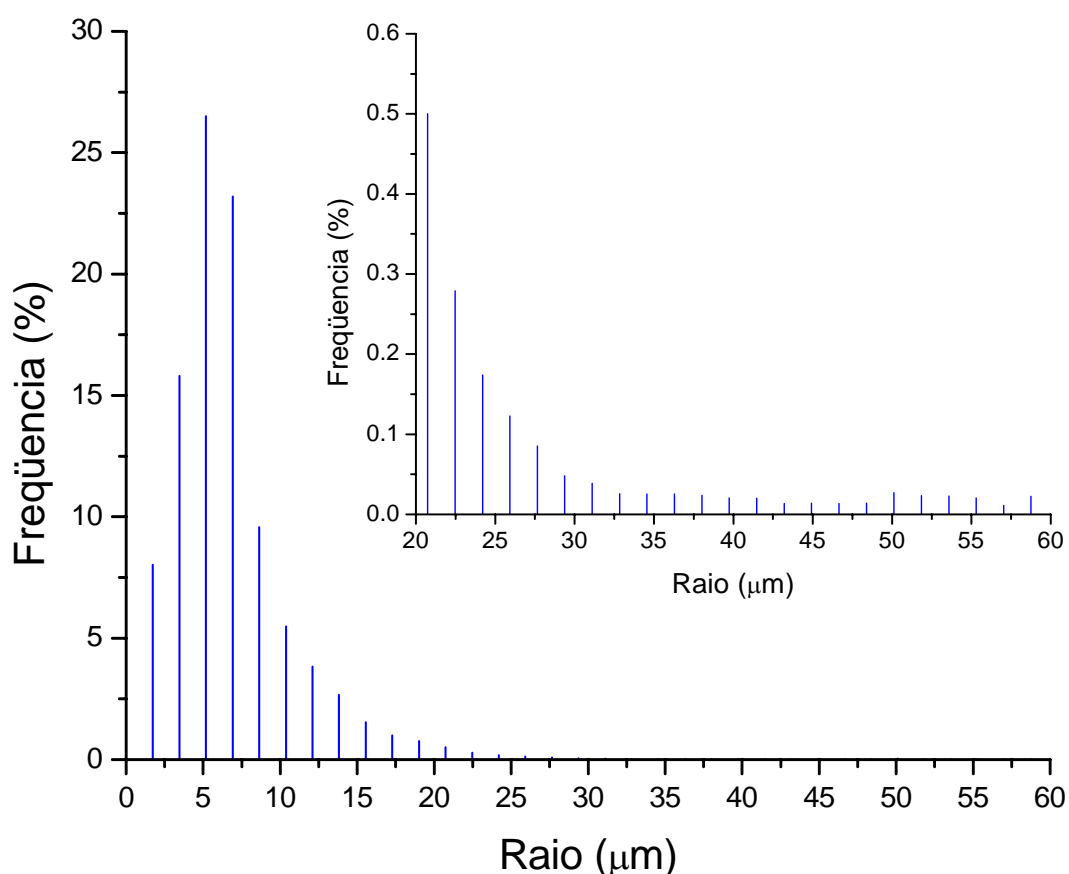


Figura 68. Distribuição média de tamanho de poros da amostra da cerâmica I. No detalhe acima está ampliada a parte referente a poros maiores que 20  $\mu\text{m}$ .

### 5.2.3. Cerâmica II

As condições de aquisição das projeções desta amostra foram 80 kV, 124  $\mu\text{A}$  e utilização de filtro de Al de 1 mm no tubo de raios X. A distância objeto-fonte foi de 19 mm e a câmera-fonte foi 345 mm, atingindo a resolução espacial de 0,64  $\mu\text{m}$ . O passo angular adotado foi de 0,25° e 751 projeções foram obtidas a 5 Frames com tempo de exposição de 8835 ms. O tempo total do escaneamento foi 552 minutos, pouco mais que 9 horas. A reconstrução proporcionou 541 seções, porém, como os arquivos ocupavam um espaço em disco demasiadamente grande, apenas 297 foram analisadas em pacotes de, aproximadamente,

100 fatias. A Figura 69 contém uma imagem em tons de cinza desta amostra. As regiões escuras representam os poros, enquanto as claras representam a matriz.

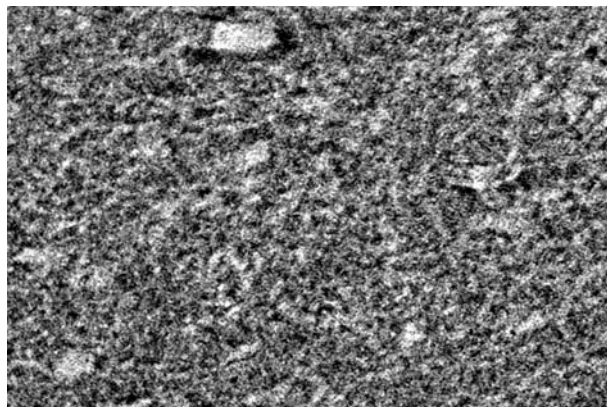


Figura 69. Imagem em tons de cinza da fatia 918 da amostra da cerâmica II.

### 5.2.3.1. Processo de Binarização

Como pode-se notar, a imagem já contém formato retangular, portanto não foi necessário seleção de área para realizar a binarização. Porém, houve a necessidade de inversão dos tons de cinza para que os poros fossem representados pelas regiões claras. Este procedimento, juntamente com a efetiva binarização pode ser observado pela Figura 70. Esta foi a amostra que ofereceu maior dificuldade na escolha do limiar de tom de cinza para binarização devido à dificuldade em distinguir a separação entre poro e matriz. A sugestão do software foi 113 e a escolhida pelo usuário 109.

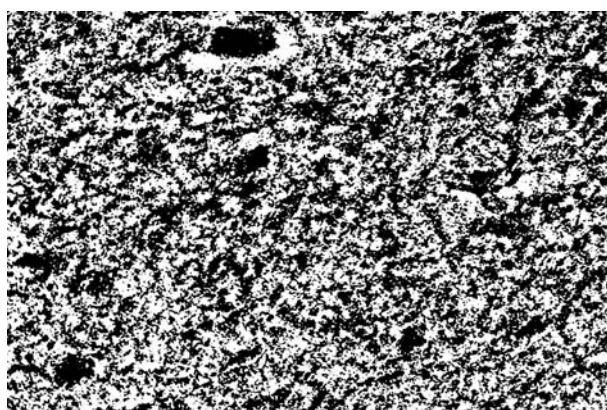


Figura 70. Binarização realizada ao limiar de 109 sobre a fatia 918 em tons de cinza.

### 5.2.3.2. Caracterização Microestrutural

Para esta amostra, a porosidade total média obtida foi 48,4 – 51,0 %, intervalo de 95 % de confiança. As porosidades mínima e máxima obtidas foram, respectivamente. 48,4 % e 50,9%. A Figura 71 representa todos os valores de porosidade encontrados para as diversas fatias analisadas.

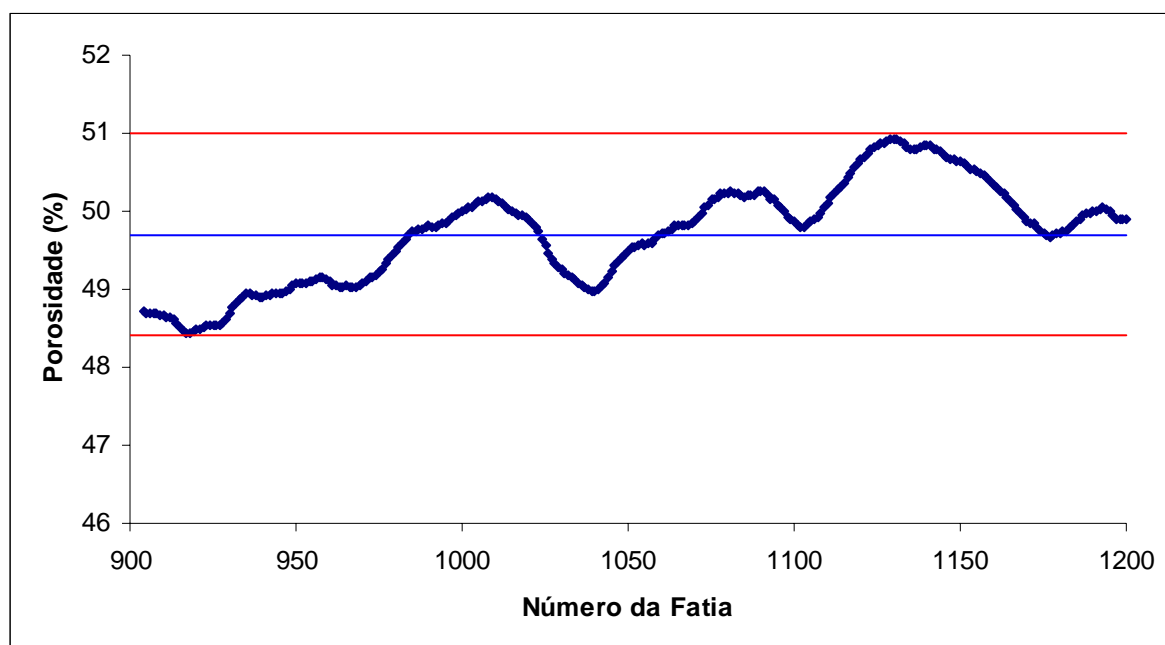


Figura 71. Valores de porosidade para cada fatia da amostra da cerâmica II. A linha azul representa a média, enquanto as vermelhas delimitam o intervalo de confiança de 95 % em torno da média.

O valor de porosidade fornecido pelo fabricante é 56,5 %, diferindo em 9,7 % do valor médio encontrado com as análises das imagens.

A Figura 72 mostra a distribuição média de tamanho de poros obtida para as 297 fatias da amostra da cerâmica III. A grande maioria dos raios de poros, 67,1 %, ficou compreendida de 1,9  $\mu\text{m}$  até 7,0  $\mu\text{m}$ . Poros com raios inferiores a 0,64  $\mu\text{m}$ ., resolução espacial da medida, não puderam ser quantificados.

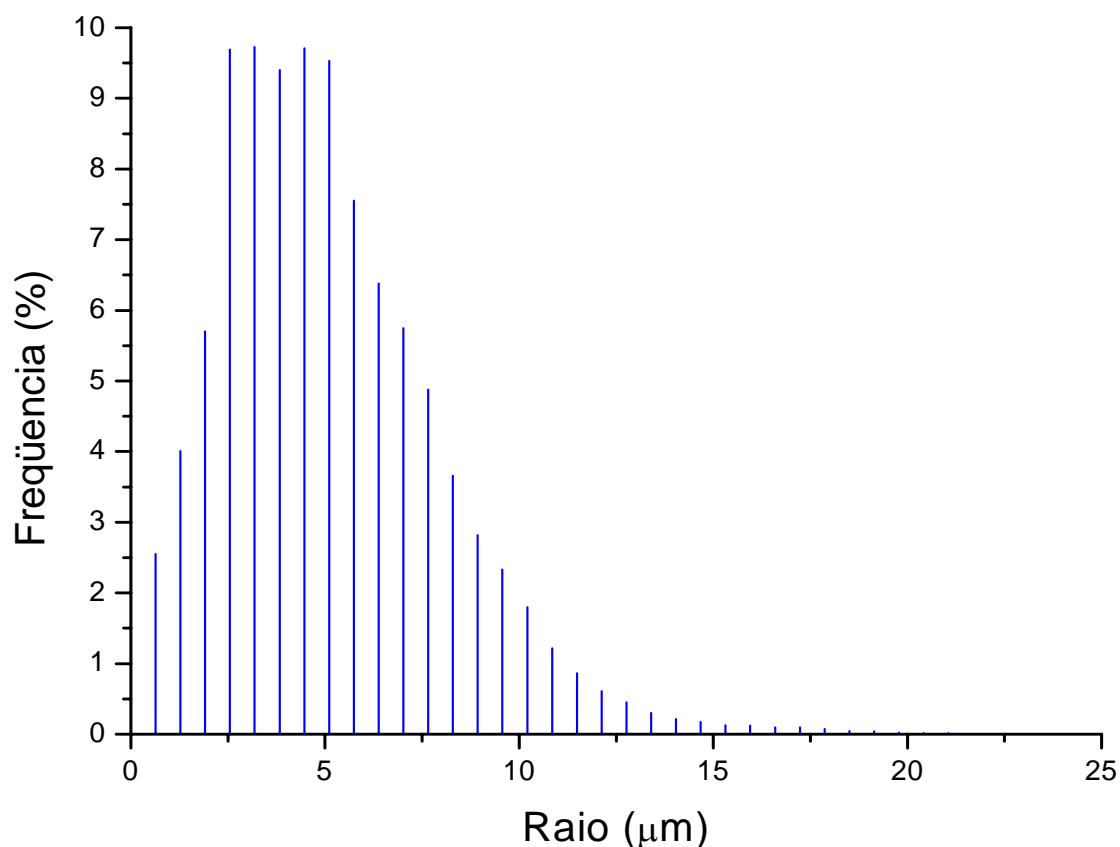


Figura 72. Distribuição média de tamanho de poros da amostra da cerâmica II.

#### 5.2.4. Cerâmica III

A amostra desse conjunto cerâmico foi escaneada a 59 kV, 167 mA e filtro de Al de 1 mm foi utilizado na saída do tubo de raios X. As distâncias selecionadas para objeto-fonte e câmera-fonte foram 19 mm e 345 mm, atingindo resolução de pixel na imagem de 1,28  $\mu\text{m}$ . O escaneamento foi realizado a passos angulares de 0,25°, totalizando 751 projeções, cada qual obtida com 5 Frames de 2655 ms, totalizando 165 minutos. Da reconstrução foram obtidas 801 seções analisadas em pacotes de, aproximadamente, 100 fatias. A Figura 73 mostra um exemplo de imagem em tons de cinza obtida da fatia 190.

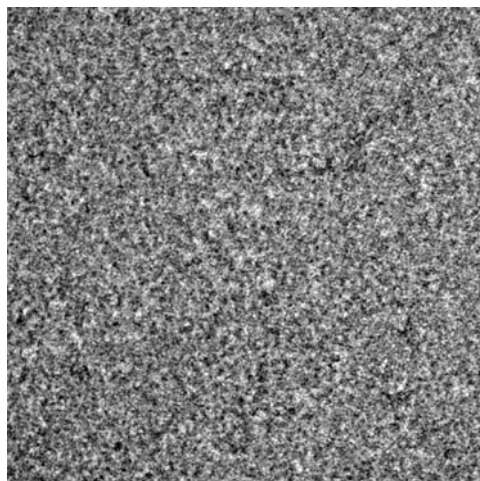


Figura 73. Imagem em tons de cinza da fatia 190 da amostra da cerâmica III.

#### 5.2.4.1. Processo de Binarização

Esta amostra também apresentou seções 2D com área retangular, não havendo a necessidade de seleção antes do processo de binarização. Em termos da qualidade de imagem para o processo de binarização e em oposição à amostra da cerâmica II, esta amostra foi a que apresentou maior facilidade para a escolha do limiar de níveis de cinza. O limiar escolhido pelo usuário foi 103 enquanto o software sugeriu 126. Além disso, a imagem teve de ser invertida para que a imagem binária representasse os poros em branco. A Figura 74 mostra um exemplo de imagem binarizada.

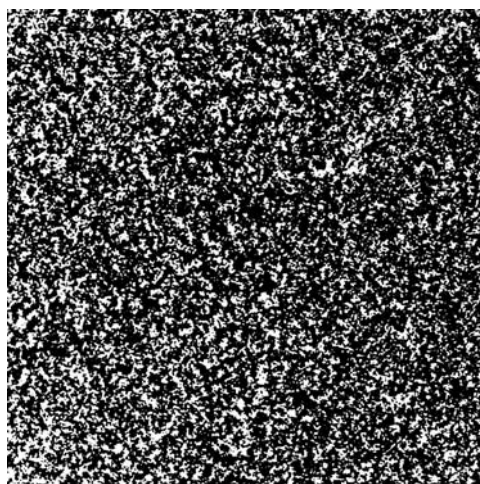


Figura 74. Binarização realizada ao limiar de 103 sobre a fatia 190 em tons de cinza.

### 5.2.4.2. Caracterização Microestrutural

Esta amostra apresentou 28,2 – 30,6 % como porosidade total média (intervalo de 95 % de confiança) sendo que as porosidades mínima e máxima das fatias analisadas foram de 28,1 % e 31,2%, respectivamente. A Figura 75 contém os valores de porosidade obtidos para cada uma dessas fatias. Por esta figura pode-se notar que alguns valores de porosidade extrapolaram o intervalo de 95 % de confiança, tanto superior como inferiormente. A compreensão desse fato é explicada com base na Figura 76. Nela as imagens A e B representam a imagem em tons de cinza da fatia 799 e sua respectiva binarização e, como heterogeneidade, um adensamento na amostra aparece como responsável pela diminuição da porosidade em um dado volume de seu interior. Já as fatias B e C são a imagem em tons de cinza da fatia 678 e sua respectiva binarização e, neste caso, uma irregularidade no interior da amostra causa um aumento de porosidade com maior impacto da fatia 655 até a 695.

Outro fato que pode ser observado na mesma figura é o aparecimento do artefato em anel indicado pelas setas azuis. Este artefato pode ter alterado os valores de porosidade, tanto para mais como para menos do real. Também houve aparecimento, em pequena intensidade, do artefato explosão estelar, como representado pela Figura 77.

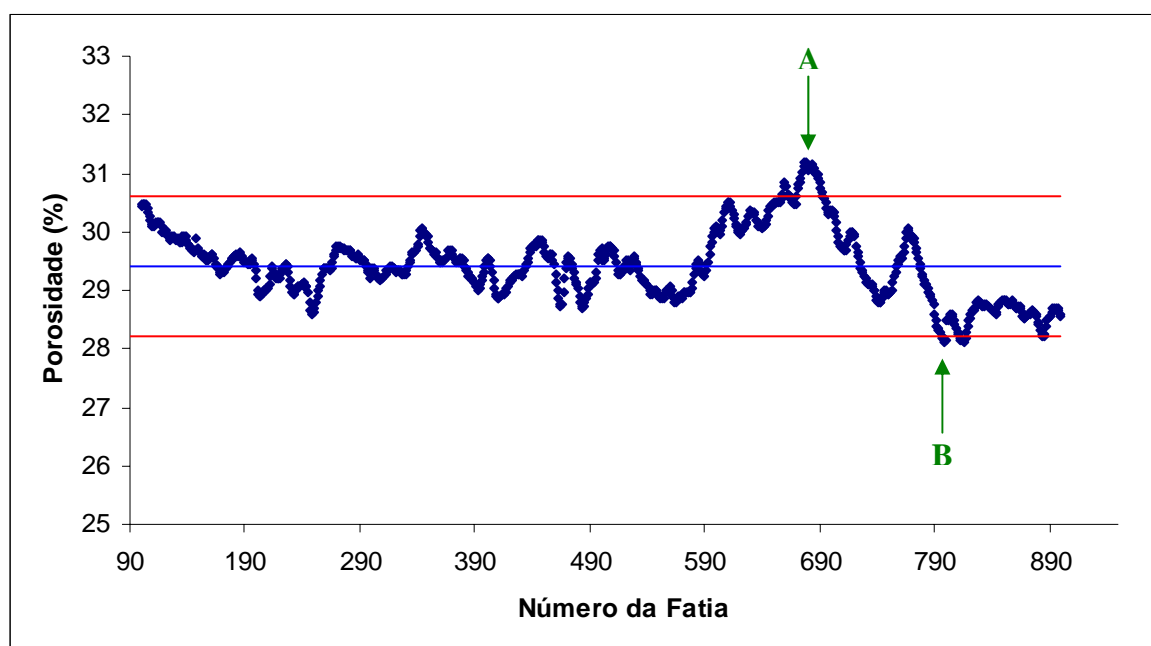


Figura 75. Valores de porosidade para cada fatia da amostra da cerâmica III. A linha azul representa a média, enquanto as vermelhas delimitam o intervalo de confiança de 95 % em torno da média.

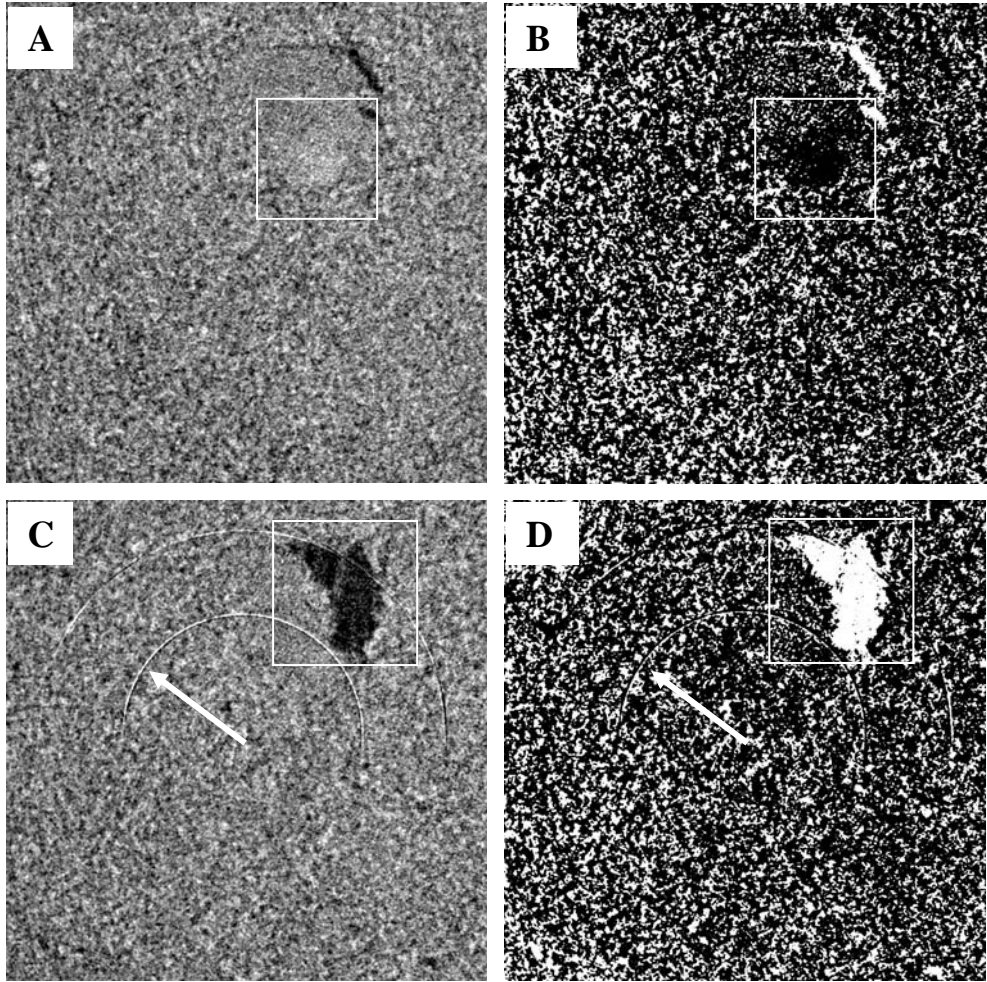


Figura 76. Imagens em tons de cinza e binarizadas das fatias 799 (A e B) e 678 (C e D).

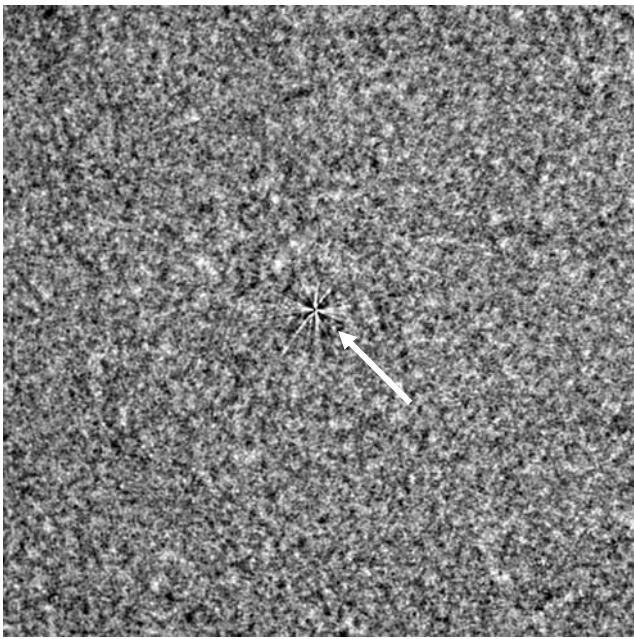


Figura 77. Imagem em escala de cinza da fatia 402.

Para esta amostra também foi confeccionado um gráfico do desvio padrão versus o número de fatias utilizadas, como representado pela Figura 78. Uma tendência de estabilização parecia ocorrer por volta da fatia 475, porém, quando a irregularidade, tal como percebida na fatia 678 da Figura 76 começou a aparecer, seu valor começou a subir até estabilizar em torno de 0,02 %. Portanto, como não houve nítida estabilização, todas as fatias foram empregadas na análise.

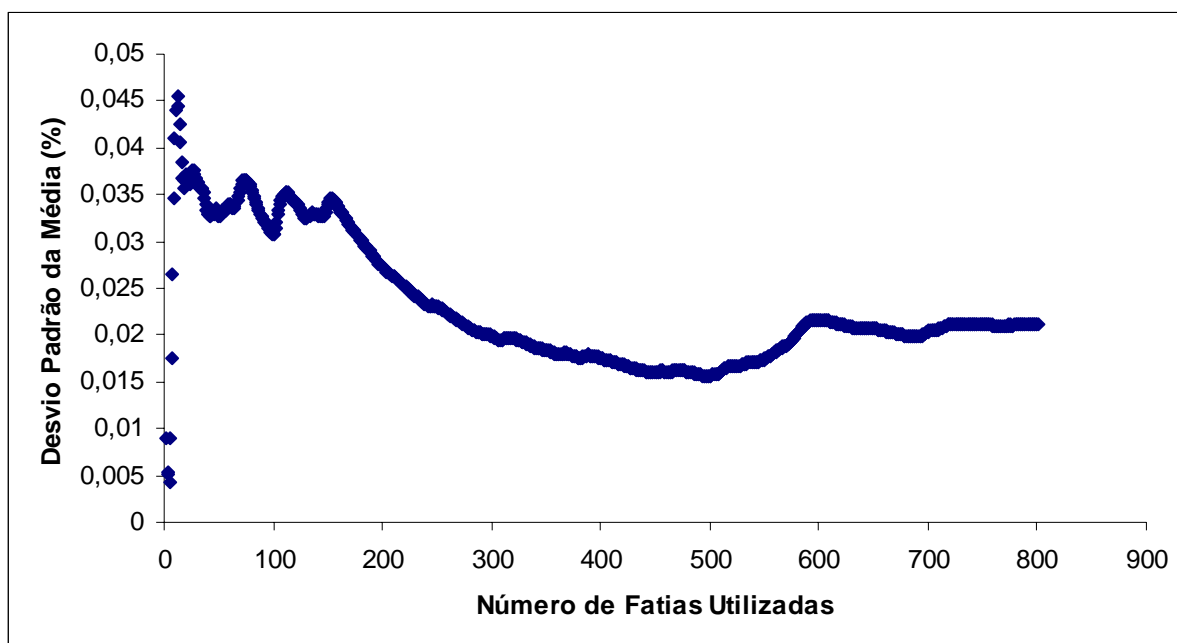


Figura 78. Gráfico de valores de desvio padrão da média versus o número de fatias empregadas para obtenção destes para a amostra da cerâmica II.

Por último, a Figura 79 mostra a distribuição média de tamanho de poros obtida para as 801 fatias da amostra da cerâmica III. A grande maioria dos raios de poros, 78,1 %, ficou compreendida de 2,5  $\mu\text{m}$  até 6,4  $\mu\text{m}$ . Poros com raios inferiores a 1,28  $\mu\text{m}$ ., resolução espacial da medida, não puderam ser quantificados.

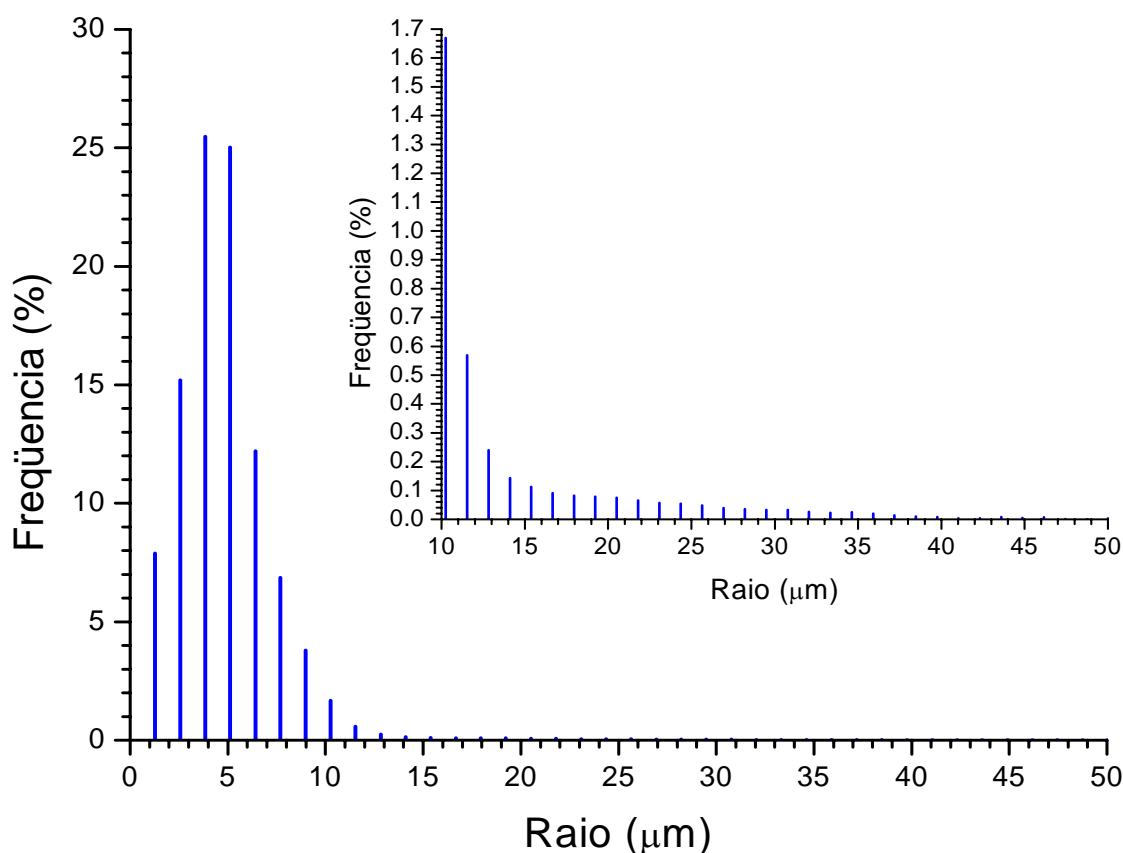


Figura 79. Distribuição média de tamanho de poros da amostra da cerâmica III. No detalhe acima está ampliada a parte referente a poros maiores que 20  $\mu\text{m}$ .

### 5.3 Análise do Processo de Obtenção de Imagens

Algumas observações devem ser feitas em termos das facilidades ou dificuldades encontradas para dar prosseguimento com o processo de binarização. Como mencionado anteriormente, dos três conjuntos de amostras para medidas, a que apresentou maior facilidade nesse estágio de análise foi a cerâmica III e a que apresentou maior dificuldade foi a cerâmica II. Como pôde ser notado, essa última deixou a desejar em termos de resultados de porosidade obtidos pela microtomografia. Em função disto, iremos, a seguir, aprofundar alguns aspectos dos procedimentos de tratamento de imagens

### 5.3.1. Parâmetros da Aquisição

A Figura 80 contém as imagens 850, 918 e 190 em tons de cinza das três amostras escaneadas. As letras A, B e C correspondem, respectivamente, às cerâmicas I, III e II e os parâmetros de aquisição destas imagens são mostrados na Tabela 15. Tanto o conjunto de cerâmica I como o III foram medidos com aplicação de 59 kV no tubo de raios X e apenas para a cerâmica II foi aplicada voltagem de 80 kV. Devido às melhores condições de contraste, as cerâmicas I e III apresentaram melhores condições de análise em comparação com a II. Este fato pode ser explicado por essa diferença de voltagem utilizada (energia mais alta implica em menor atenuação e menor contraste), aliada à diferença nos tempos de exposição. O resultado para a cerâmica III foi melhor do que para a I devido ao menor passo angular.

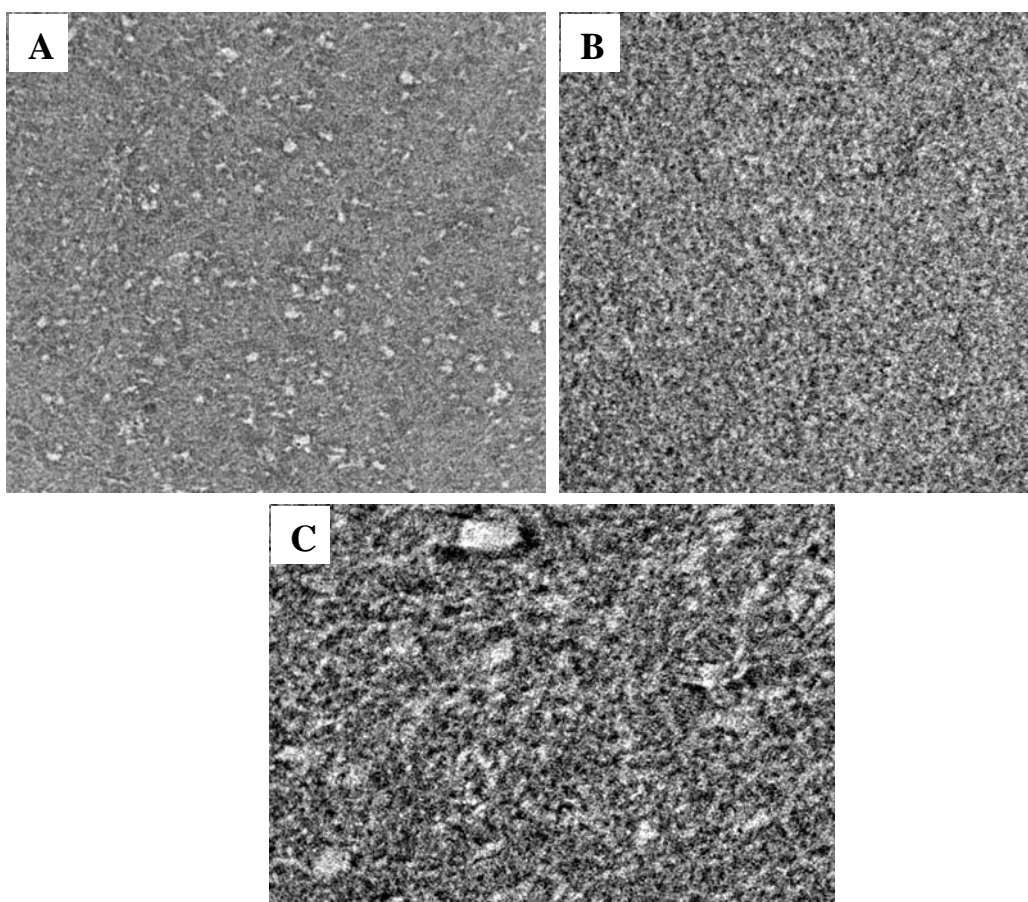


Figura 80. Imagens em tons de cinza (A) fatia 850 da cerâmica I, (B) fatia 190 da cerâmica III e (C) fatia 918 da cerâmica II.

Tabela 15. Parâmetros selecionados para o processo de aquisição das projeções.

Amostra	Voltagem (kV)	Resolução ( $\mu\text{m}$ )	Tempo de Exposição (ms)	Passo Angular (graus)	Frames
<b>Cerâmica I</b>	59	1,73	2655	0,4	4
<b>Cerâmica II</b>	80	0,64	8835	0,25	5
<b>Cerâmica III</b>	59	1,28	2655	0,25	5

### 5.3.2. Correção de Artefatos

Com relação ao artefato de *beam hardening*, no momento da aquisição, a utilização do filtro de alumínio com espessura de 1 mm na saída do tubo já servia como forma de minimizar deste efeito. O filtro é usado para cortar a parte de mais baixa energia do feixe emitido pelo tubo, e que é responsável pelo surgimento deste artefato.

Além disso, antes de dar início ao processo de reconstrução das imagens, a escolha de parâmetros de ajustes presentes no programa responsável por este estágio, tornava possível a eliminação ou minimização do *beam hardening*, do *ring artifacts* e do *star burst*.

Após a reconstrução, utilizar áreas de regiões internas da amostra para binarização e as demais análises também colaborou como forma de fugir do *beam hardeng*, pois este efeito atua principalmente nas bordas das imagens.

## 6. CONCLUSÕES

Este trabalho tratou de técnicas que se mostraram bastante adequadas para análises da estrutura de materiais, a transmissão de raios gama e a microtomografia de raios X, ambas empregadas aqui para o estudo de amostras cerâmicas com permeabilidade similar a arenitos.

Tratando-se da transmissão de raios gama, medidas da resolução do feixe empregado na mesma mostraram que a área medida em cada região na amostra é referente a um círculo com diâmetro de cerca de 2 mm, o que está de acordo com o diâmetro nominal do colimador empregado.

Em termos da validação desta técnica, bons resultados foram obtidos, para o coeficiente de atenuação linear do Al, Cu e água, quando comparado com valores teóricos, comprovando a qualidade do sistema em realizar tais medidas.

Para as amostras que puderam ser medidas e analisadas com esta técnica (cerâmica I e II) os resultados indicam boa reprodutibilidade de confecção das diversas amostras. Houve também boa concordância entre a porosidade total média encontrada neste trabalho e a fornecida pelo fabricante.

A microtomografia apresentou também uma boa validação, proporcionando valores concordantes entre a porosidade medida e seu valor calculado geometricamente para a amostra de linhas de nylon.

A análise realizada para a amostra da cerâmica I apresentou ótimos resultados para ambas as técnicas, o que pôde ser comprovado devido à boa concordância entre os resultados dessas e também delas com a porosidade nominal da amostra. Infelizmente, para o caso da amostra da cerâmica III, não houve a possibilidade de comparação entre resultados devido a falta de fornecimento de dados por parte do fabricante. Essa deficiência também impossibilitou a realização das medidas de transmissão gama. Também, pelo mesmo motivo, não houve comparação do resultado da microtomografia com o nominal. Para o caso da cerâmica II, a microtomografia não forneceu resultados tão bons devido à energia usada ter sido mais alta que a ideal. É provável que com um novo escaneamento desta amostra com a aplicação de 59 kV no tubo de raios X e tempo de exposição de 2655 segundos forneça resultados melhores.

Boas conclusões também podem ser obtidas pela análise das imagens das fatias microtomográficas. Uma delas é a averiguação de irregularidades no interior das amostras,

justificando a ocorrência de variações na porosidade. Alguns artefatos também se fizeram presentes. Dentre eles, o que mais ocorreu foi o *ring artifact*, principalmente, na cerâmica III, na qual também houve ocorrência do *star burst*. A cerâmica I também apresentou pequena quantidade de *beam hardening*, que foi sanado com melhorias realizadas com a escolha de parâmetros na reconstrução, aliadas com a exclusão de regiões próximas das bordas para o processo de binarização.

A vantagem da microtomografia em relação à transmissão de raios gama é de grande relevância devido às possibilidades de análises que ela oferece, como a distribuição de tamanho de poros, bi e tridimensionais, função de autocorrelação, e outros parâmetros. Outro destaque se dá também em relação a tempos de medidas mais curtos. Por outro lado, a transmissão de raios gama leva vantagem de não depender de modelo matemático para reconstrução de imagens, assim como de parâmetros de escolha subjetiva do usuário, como o limiar de cinza para a binarização. No entanto, permite apenas medida da porosidade.

## REFERÊNCIAS

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.; 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. & 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., FERNANDES, C. P., RODRIGUES, C. R. O. X-ray microtomography study of a sandstone reservoir rock – *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*. v. 580, p. 629-632, 2007.

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.

BAYTAS, A. F. & AKBAL, S. Determination of soil parameters by gamma-ray transmission – *Radiation Measurements*, v.35, p. 17-21, 2002.

BERNARD, D., GENDRON, D., HEINTZ, J., BORDÈRE, S. & ETOURNEAU, J. First direct 3D visualization of microstructural evolutions during sintering through X-ray computed microtomography – *Acta Materialia*, v.53, p.121-128, 2005.

BURCHAM, W. E. Física nuclear – Editora Reverté S. A. Barcelona, Bogotá, Buenos Aires, Caracas, México, 1974.

BURLION, N., BERNARD, D. & CHEN, D. X-ray microtomography: Application to microstructure analysis of a cementitious material during leaching process – *Cement and Concrete Research*, v.36, p. 346-357, 2006.

EISBERG, R. e RESNICK R.: Física Quântica, Ed. Campus Ltda, Rio de Janeiro, 1979.

FARBER, L., TARDOS, G. & MICHAELS, J. N. Use of X-ray tomography to study the porosity and morphology of granules – *Powder Technology*, v.132, p.57-63, 2003.

FERRAZ, E. S. de B., Determinação simultânea de densidade e umidade de solos por atenuação de raios gama do  $^{137}\text{Cs}$  e  $^{241}\text{Am}$  - Tese Livre-Docência, ESALQ-USP, Piracicaba, 1974.

GALLUCCI, E., SCRIVENER, K., GROSO, A., STAMPANONI, M. & MARGARITONDO, G. 3D experimental investigation of the microstructure of cement pastes using synchrotron X-ray microtomography ( $\mu\text{CT}$ ) – *Cement and Concrete Research*, v.37, p. 360-368, 2007.

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.

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. & 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., & 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 2.1.4. ESSS – Engineering Simulation and Scientific Software Ltda. Copyright © 2002.

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.

KETCHAM, R. A. & CARLSON, W. D. Acquisition, optimization and interpretation of X-ray computed tomographic imagery: applications to the geosciences – Department of Geological Sciences, University of Texas at Austin, Austin, *Computers & Geosciences* 27, 381 – 400, 2001.

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

LEO, W. R. Technique for nuclear and particle physics experiments – Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1993.

McDONALD, S. A., SCHNEIDER, L. C. R., COCKS, A. C. F. & WITHERS, P. J. Particle movement during the deep penetration of a granular material studied by X-ray microtomography – *Scripta Materialia*, v.54, p.191-196, 2006.

MOREIRA, A. C. Caracterização da Microestrutura de Materiais Porosos por Microtomografia de Raios X e Transmissão de Raios Gama. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina – PR, 2006.

MUDAHAR, G. S., Optimal thickness of soil between source and detector for different gamma-ray energies, *Journal of Hydrology*, v. 80, p. 265-269, 1985.

NAIME, J. M., Um novo método para estudos dinâmicos, in situ, da infiltração da água na região não saturada do solo. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos, São Carlos – SP, 2001.

OLIVEIRA, J. C. M., APPOLONI, C. R., COIMBRA, M. M., REICHARDT, R., BACCHI, O. O. S., RERRAZ, E., SILVA, S. C. & GALVÃO FILHO, W. Soil structure evaluated by gamma-ray attenuation – *Soil & Tillage Research*, v. 48, p. 127-133, 1998.

PHILLIPS, D. H. & 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. & AYLMOORE, 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.

RADIAÇÕES IONIZANTES, <http://www.radiacoesionizantes.com.br/figuras.htm>

RATTANASAK, U & KENDALL, K. Pore structure of cement/pozzolan composites by X-ray microtomography – *Cement and Concrete Research* 35 (637 – 640), 2005.

ROCHA, W. R. D., Determinação de parâmetros geométricos estruturais de espumas cerâmicas industriais por transmissão de raios gama e microtomografia de raios X. Dissertação (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. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina – PR, 2004.

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

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

SKYSCAN 1172. Desktop X-ray microtomograph, Instruction manual – SkyScan N. V., Vluchtenburgstraat 3C, Belgium, 2005

TAUD, H., MARTINEZ-ANGELES, R., PARROT, J. F. & HERNANDEZ-ESCOBEDO, L. Porosity estimation method by X-ray computed tomography – *journal of Petroleum Science and Engineering*, v.47, p.209-217, 2005.

TECHMAT, Tecnologia de materiais Ltda - Rio de Janeiro, RJ. <http://www.techmat.com.br/>

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.

VAN GEET, M., LAGROU, D. & SWENNEN, R. Porosity measurements of sedimentary rocks by means of microfocus X-ray computed tomography – *Applications of X-ray Computed Tomography in the Geosciences*, p.51-60, 2003.

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

WIKIPÉDIA, A enciclopédia livre - <http://pt.wikipedia.org>

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