



APLICAÇÃO DA MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS X POR DUPLA-ENERGIA NA CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS POROSOS

Átila de Paiva Teles

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

Orientadora: Inayá Corrêa Barbosa Lima

Rio de Janeiro
Agosto de 2016

APLICAÇÃO DA MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS X
POR DUPLA-ENERGIA NA CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS POROSOS

Átila de Paiva Teles

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

Examinada por:

Profa. Inayá Corrêa Barbosa Lima, D.Sc.

Prof. Ademir Xavier da Silva, D.Sc.

Profa. Aline de Almeida Neves, D.Sc.

Prof. Luiz Carlos da Silva Nunes, D.Sc.

Profa. Mirian Araujo Carlos Crapez, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

AGOSTO DE 2016

Teles, Átila de Paiva

Aplicação da Microtomografia Computadorizada de Raios X por Dupla-Energia na Caracterização de Materiais Porosos/ Átila de Paiva Teles – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2016.

XV, 98 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadora: Inayá Corrêa Barbosa Lima

Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Nuclear, 2016.

Referências Bibliográficas: p. 80-87.

1. Microtomografia Computadorizada por raios X. 2. Dupla-Energia 3. Caracterização de materiais porosos. I. Lima, Inayá Corrêa Barbosa. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Nuclear. III. Título.

*À minha esposa, Paula,
por todo amor e compreensão
e à minha pequenininha,
Ana Clara, que
ilumina a minha vida.*

AGRADECIMENTOS

À Deus, por me dar condições para chegar até aqui.

A minha esposa, Paula por todo amor e compreensão e a minha filha Ana Clara, por me fazer tão feliz.

Aos meus pais, José e Maria, por tudo que fizeram e ainda fazem por mim e aos meus irmãos, Ítalo e Érico, pelo companheirismo e amizade.

A minha orientadora, prof.^a Inayá , pelos ensinamentos e confiança depositada no meu trabalho.

Ao prof. Ricardo pelas oportunidades dadas a mim e a todos professores, funcionários e amigos do laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) que muito contribuíram em minha caminhada. Especial as amigas da microCT: Ale Castro, Ale Silveira, Thaís e Olga, e ao meu amigo Célio e Ilson. Muito obrigado!

A todos professores que tive ao longo da minha vida acadêmica, que tanto contribuíram nesta jornada.

A todos os funcionários do PEN.

A CAPES e a empresa Petrobrás S/A pelo suporte financeiro e material.

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

APLICAÇÃO DA MICROTOMOGRÁFIA COMPUTADORIZADA DE RAIOS X POR DUPLA-ENERGIA NA CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS POROSOS

Átila de Paiva Teles

Agosto/2016

Orientadora: Inayá Corrêa Barbosa Lima

Programa: Engenharia Nuclear

A caracterização estrutural de materiais é de grande interesse para diversas áreas e a microtomografia computadorizada vem se mostrando uma potencial ferramenta para esta tarefa. Contudo, em casos onde o objeto de estudo é composto por materiais de propriedades semelhantes, a caracterização através da microtomografia convencional pode ser particularmente difícil de se realizar. Para estes casos, a microtomografia computadorizada por Dupla-Energia, que se baseia nas diferentes formas que a radiação interage com a matéria em diferentes níveis de energia, pode fornecer uma caracterização mais completa do objeto. Neste trabalho, inicialmente os parâmetros de qualidade de imagem, razão sinal-ruído, resolução espacial e em densidade, além do tamanho de ponto focal dos tubos de raios X foram avaliados com objetivo de se utilizar os sistemas de microtomografia de forma mais eficiente. Em seguida, uma metodologia de Dupla-Energia foi desenvolvida e três amostras de rochas, sendo duas rochas carbonáticas e um arenito, e uma amostra de concreto foram avaliadas pela metodologia. Os resultados apontaram valores de densidade experimentais com discrepância de até 1,5% em relação aos valores teóricos. Além disso, as imagens obtidas por Dupla-Energia foram capazes de fornecer informações quantitativas a respeito da estrutura interna do material. Os resultados de avaliação do espaço poroso a partir de Dupla-Energia se mostraram mais acuradas do que com a microCT convencional, indicando que a metodologia é útil na caracterização desse tipo de material.

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

DUAL-ENERGY X-RAY MICROTOMOGRAPHY APPLICATION IN POROUS
MATERIAL CHARACTERIZATION

Átila de Paiva Teles

August/2016

Advisor: Inayá Corrêa Barbosa Lima

Department: Nuclear Engineering

Structural characterization of materials is of great interest to many areas and computed microtomography has proved to be a potential tool for this task. However, if the object of study is composed of similar property materials, the characterization by conventional microtomography is difficult to be performed. In these issues, Dual-Energy computed microtomography, which is based on the different ways that the radiation interacts with matter at different energy levels, may provide a more complete object characterization. In this study, image quality parameters: signal to noise ratio, spatial and density resolution, beyond focal spot size of X-ray tubes, were evaluated with the aim of using microtomography systems more efficiently. Then, Dual-Energy methodology was developed and three rock samples, two carbonates and one sandstone, and one concrete sample were evaluated by the methodology. Results show experimental density values with variance of 1.5% compared to the theoretical values. In addition, images obtained by Dual-Energy have been able to provide quantitative information about the internal structure of the material. Results of pore space evaluation from Dual-Energy were more accurate than with conventional microtomography, indicating that the methodology is useful in the characterization of these materials.

SUMÁRIO

| | |
|--|----|
| 1. Introdução..... | 1 |
| 2. Revisão Bibliográfica..... | 5 |
| 2.1. Aplicações de CT e microCT..... | 5 |
| 2.2. Caracterização de sistemas de microCT..... | 8 |
| 2.3. Dupla-Energia..... | 10 |
| 3. Fundamentação Teórica..... | 13 |
| 3.1. MicroCT..... | 13 |
| 3.2. Sistemas de tomografia:..... | 17 |
| 3.2.1. Tubos de raios X..... | 17 |
| 3.2.2. Detectores..... | 20 |
| 3.3. Princípios físicos e matemáticos da tomografia..... | 23 |
| 3.4. Desempenho de sistemas de microCT..... | 31 |
| 3.4.1. Tamanho focal..... | 31 |
| 3.4.2. Ruído..... | 32 |
| 3.4.3. Resolução Espacial..... | 34 |
| 3.4.4. Resolução em densidade..... | 36 |
| 3.5. MicroCT-DE..... | 37 |
| 4. Materiais e Métodos..... | 40 |
| 4.1 Descrição dos Sistemas de microCT..... | 40 |
| 4.2 Parâmetros físicos de Qualidade de Imagem..... | 42 |
| 4.2.1 Determinação do tamanho focal..... | 42 |
| 4.2.2. Determinação do nível de ruído..... | 45 |
| 4.2.3. Determinação da Resolução Espacial..... | 46 |
| 4.2.4. Determinação da resolução em densidade..... | 47 |
| 4.3. MicroCT-DE..... | 49 |
| 4.3.1. Obtenção dos parâmetros físicos..... | 49 |
| 4.3.2. Apresentação das imagens..... | 50 |
| 4.3.3. Determinação do espaço poroso..... | 52 |
| 4.3.4. Descrição das amostras..... | 53 |
| 5. Resultados..... | 56 |

| | |
|---|----|
| 5.1. Caracterização dos sistemas de microCT | 56 |
| 5.1.1. Tamanho focal | 56 |
| 5.1.2. Razão Sinal-Ruído (SNR) | 58 |
| 5.1.3. Resolução espacial | 60 |
| 5.1.4. Resolução em densidade | 65 |
| 5.2. MicroCT-DE | 68 |
| 5.2.1. Parâmetros físicos | 69 |
| 5.2.2. Aplicação: Caracterização de rochas reservatório | 70 |
| 5.2.3. Aplicação: Caracterização de concreto | 75 |
| 6. Conclusões e Sugestões..... | 78 |
| Referências Bibliográficas | 80 |
| Anexo A | 88 |
| Anexo B..... | 90 |
| Anexo C..... | 93 |

LISTA DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 3. 1: Esquema ilustrativo do efeito fotoelétrico (Fonte: TAHUATA (1999))..... | 15 |
| Figura 3. 2: Esquema ilustrativo do efeito Compton (Fonte: TAHUATA (1999))..... | 15 |
| Figura 3. 3: Predominância das formas de interação entre um fóton e a matéria em função de sua energia e número atômico do material (fonte: TAHUATA (1999))..... | 16 |
| Figura 3. 4: Modelos de sistemas de tomografia: a) Sistema industrial V tome x L (GE); b) Sistema de bancada Skyscan 1072 (Skyscab/Brucker; c) Tomógrafo médico Brivo MR 355 1,5t (GE)..... | 17 |
| Figura 3. 5: Tubo de raios X: (a) imagem de uma ampola de vidro de um tubo de raios X. (Fonte: https://sites.google.com/site/atcompbr/home/produto); (b) esquema ilustrativo do interior de um tubo (Fonte: OLIVEIRA, 2012)..... | 18 |
| Figura 3. 6: Esquema de um tubo de raios X de transmissão (a); esquema de um tubo de raios X direcional ou de reflexão (b). (Adaptado de: http://www.phoenix-xray.com)..... | 19 |
| Figura 3. 7: Espectro de raios X emitido por um tubo de raio X: (a) espectro contínuo; (b) sobreposição do espectro contínuo e característico..... | 20 |
| Figura 3. 8: Esquema ilustrativo de células de um detector cintilador (Fonte: HSIEH, 2009). | 21 |
| Figura 3. 9 Diagrama ilustrativo da cadeia de conversão de sinal no interior de um detector Flat-Panel (Fonte: BUZUG, 2008). | 22 |
| Figura 3. 10: Esquema ilustrativo da atenuação de um feixe de raios X monocromático em um material composto. O objeto pode se subdividido em N segmentos de forma que cada um desses possa ser tratado como um material homogêneo e assim se aplicar a lei de Lambert-Bee..... | 24 |
| Figura 3. 11: Diagrama básico de um sistema de microtomografia, onde um objeto gira em torno de seu eixo enquanto as radiografias são projetadas no detector em diferentes ângulos (Fonte: CNUdde e BOONE, 2013). | 25 |
| Figura 3. 12: Esquema de um corte transaxial de um crânio gerado em um sistema de tomografia de feixe paralelo. Na figura dois sistemas de coordenadas são destacados: o sistema de coordenadas fixas (x,y) e o sistema de coordenadas rotacionais (ξ,η) (Fonte: BUZUG, 2008). | 26 |
| Figura 3. 13: Reconstrução de uma imagem tomográfica abdominal. A imagem a apresenta a posição da seção transaxial do abdômen (a) e seu correspondente sinograma (b) (BUZUG,2008). | 27 |
| Figura 3. 14: Distribuição das projeções no espaço de Fourier após aplicação da transformada de Fourier bidimensional (HSIEH, 2009). | 29 |
| Figura 3. 15: O tamanho focal ótico é definido pela orientação do sentido da superfície do anodo em relação ao feixe de elétrons. Na parte inferior da figura é destacado como o tamanho focal ótico é influenciado pela essa orientação, um maior ponto focal eletrônico maior é a penumbra gerada (BUZUG, 2008). | 32 |
| Figura 3. 16: Exemplos de cilindros focalizadores (cilindros Wehnelt): (a) cilindro de filamento duplo; (b) cilindro monofilamento. Ambos são desenvolvidos para produzir focos de 0,5 a 1,5 mm (Fonte: BUZUG, 2008). | 32 |

| | |
|--|----|
| Figura 4. 1: Descrição do sistema A: (a) Microtomógrafo Skyscan 1173 (a); As imagens do tubo de raio X e do detector são apresentados, respectivamente, nas figuras (b) e (c). Ambos produzidos pelo fabricante Hamammatsu (Iwata, Japão). | 41 |
| Figura 4. 2: Apresentação do sistema B: (a) Microtomógrafo V tome x m, à direita, o painel de controle para manipulação do corpo de prova e o monitor de vídeo. (b) Imagem da disposição dos dois tubos de raio X similares ao utilizados no sistema B, na parte superior o tubo microfoco e abaixo o tubo nanofoco. (c) Imagem do detector Flat Panel no interior do equipamento (Fonte: GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGY, 2010 a)..... | 42 |
| Figura 4. 3: (a) Diagrama esquemático da formação da penumbra geométrica. (b) Visualização de perfil de densidade obtido pelo programa Isee v.10.2 (BAM)..... | 45 |
| Figura 4. 4: Projeção radiográfica visualizada com o programa ISee 10.2. Na janela a direita se tem o cálculo da relação Sinal-Ruído na região tracejada em vermelho no canto superior esquerdo, uma região de 20x55 pixels. | 46 |
| Figura 4. 5: Projeção da placa de tungstênio com perfil traçado na borda. Na janela do programa Isee é possível calcular diretamente a derivada primeira do espectro de magnificação e medir o valor de MTF em 20% do valor máximo do nível de cinza. O valor de MTF é dado em pares de linhas por milímetro. | 47 |
| Figura 4. 6: a) phantom modelo MCTP 610 do fabricante Shelley Medical Imaging Technologies; b) Corte transaxial do phantom MCTP 610, em destaque os frascos contendo diferentes concentrações de iodo (0,9375, 1,875, 3,75, 7,5, 15 e 30 mgml ⁻¹), água e ar. (Fonte: SHELLEY MEDICAL IMAGING TECHNOLOGIES, 2008)..... | 48 |
| Figura 4. 7: Cálculo coeficiente de atenuação linear nos frascos de solução de Iodo com o programa CTAnalyser (v.1.14.4.1, Skyscan/Brucker). Em destaque na figura, a região de interesse (um cilindro de aproximadamente 7,2 cm) e o valor do coeficiente de atenuação médio em seu interior..... | 48 |
| Figura 4. 8: Amostras utilizadas na calibração do sistema de microCT: (a) Calcita; (b) Flurapatita; (c) Hematita; (d) Ortoclase; (e) Quartzo..... | 50 |
| Figura 4. 9: Diagrama esquemático de operação do Script para obtenção de imagens em função da densidade e em função do número atômico. | 52 |
| Figura 4. 10: Amostras de rochas padrões: (a) plugue #1; (b) plugue #2; (c) plugue #3..... | 53 |
| Figura 4. 11: Amostras de concreto auto-adensável. | 55 |
| | |
| Figura 5. 1: Gráfico do comportamento do tamanho focal em função da potência do tubo de raio X do sistema A: (a) na direção horizontal; (b) na direção vertical. | 57 |
| Figura 5. 2: Gráfico do comportamento do tamanho focal em função da potência do tubo de raio X microfoco para o sistema B: (a) na direção horizontal; (b) na direção vertical. | 58 |
| Figura 5. 3: Gráfico da relação Sinal-Ruído para o sistema A em função do número de quadros por projeção. | 59 |
| Figura 5. 4: Gráfico da relação Sinal-Ruído para o sistema A em função da potência fornecida pelo tubo de raios X..... | 59 |

| | |
|---|----|
| Figura 5. 5: Curva de Transferência de Modulação para a matriz de pixel de 2240x2240 no sistema A. | 61 |
| Figura 5. 6: Curva de Transferência de Modulação para a matriz de pixel de 1120x1120 no sistema A. | 61 |
| Figura 5. 7: Curva de Transferência de Modulação para a matriz de pixel de 560x560 no sistema A. | 61 |
| Figura 5. 8: Resolução espacial em função do tamanho de pixel para as três matrizes do detector utilizado no sistema A..... | 63 |
| Figura 5. 9: Curva de Transferência de Modulação para a matriz de pixel de 1012x1012 no sistema B. | 63 |
| Figura 5. 10: Curva de Transferência de Modulação para a matriz de pixel de 2024x2024 no sistema B. | 64 |
| Figura 5. 11. Resolução espacial em função do tamanho de pixel para as duas matrizes do detector utilizado no sistema B, com o tubo de raios X microfocado. | 65 |
| Figura 5. 12: Resolução em densidade para o sistema A de microCT: (a) diferentes potências aplicada e (b) diferentes tamanhos de pixels na aquisição. | 66 |
| Figura 5. 13: Gráficos do coeficiente de atenuação Linear em função da concentração de diferentes soluções de Iodo para imagens tomográficas obtidos em três diferentes energias do sistema B (a) e três diferentes tamanhos de pixel (b)..... | 68 |
| Figura 5. 14: Curva de calibração experimental: Determinação dos coeficientes de energia a partir de regressão linear de uma curva definida pelo conjunto de materiais homogêneos descrito na seção 4.3.1. | 69 |
| Figura 5. 15: Reconstruções de seções transversais da amostra de <i>Indiana Limestone</i> provenientes de microCT-DE para o sistema A, calibrado a operar com 80 kV (a), 130 kV (b). Em (c) observa-se a mesma fatia e em (d) modelo 3D da amostra descrita em função da densidade. | 71 |
| Figura 5. 16: Reconstruções de seções transversais da amostra de <i>Silurian Dolomite</i> provenientes de microCT-DE para o sistema A, calibrado a operar com 80 kV (a), 130 kV (b). Em (c) observa-se a mesma fatia e em (d) modelo 3D da amostra descrita em função da densidade. | 71 |
| Figura 5. 17: Reconstruções de seções transversais da amostra de <i>Idaho Gray Sandstone</i> provenientes de microCT-DE para o sistema A, calibrado a operar com 80 kV (a), 130 kV (b). Em (c) observa-se a mesma fatia e em (d) modelo 3D da amostra descrita em função da densidade. | 72 |
| Figura 5. 18: Curva de correlação entre valores de densidade teóricos e obtidos por DE... 73 | 73 |
| Figura 5. 19: Distribuição estatística de tamanho de poro para os três plugues de rochas. . 75 | 75 |
| Figura 5. 20:Reconstruções de seções transversais da amostra de concreto provenientes de microCT-DE para o sistema A, calibrado a operar com 80 kV (a), 130 kV (b). Em (c) observa-se a mesma fatia e em (d) modelo 3D da amostra descrita em função da densidade. | 76 |
| Figura 5. 21: Distribuição estatística de tamanho de poro para a amostra de concreto. | 77 |

Figura A. 1: Gráfico do comportamento do tamanho focal em função da potência do tubo de raio X nanofoco: (a) na direção horizontal; (b) na direção vertical. 89

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|----|
| Tabela 4. 1: Parâmetros utilizados para obtenção da curva de tamanho focal do Sistema A. | 44 |
| Tabela 4. 2: Parâmetros utilizados para obtenção da curva de tamanho focal do tubo de raios X microfoco no Sistema B. | 44 |
| Tabela 4. 3: Valores de densidade e número atômico efetivo das amostras de minerais padrões. | 50 |
| Tabela 4. 4: Descrição das amostras de rochas certificadas (laboratórios Weatherford®).. | 54 |
| Tabela 4. 5: Descrição da amostra de concreto. | 55 |
| | |
| Tabela 5. 1: SNR obtida em 03 matrizes de pixel do detector do sistema A. | 60 |
| Tabela 5. 2: RE para diferentes tamanhos de pixel nas diferentes matrizes de detecção – sistema A. | 62 |
| Tabela 5. 3: RE para diferentes tamanho de pixel nas diferentes matrizes de detecção – sistema B. | 64 |
| Tabela 5. 4: Coeficientes de Energia experimental. | 70 |
| Tabela 5. 5: Valores de porosidade obtidos por microCT e porosimetria de He para as amostras de rochas reservatórios. | 74 |
| Tabela 5. 6: Valores de porosidade obtidos por microCT e porosimetria He para amostra de concreto. | 77 |
| | |
| Tabela A. 1. Parâmetros utilizados para obtenção da curva de tamanho focal do tubo de raios X nanofoco no Sistema B. | 88 |

LISTA DE ABREVIACOES

CT-DE – Tomografia computadorizada por raio X em Dupla-Energia

CT – Tomografia computadorizada por raio X

DE – Dupla-Energia

ESF – *Edge Spread Function*

FDK – Feldkamp

LSF – *Line Spread Function*

microCT – microtomografia computadorizada por raio X

microCT-DE – microtomografia computadorizada por raio X em Dupla-Energia

MTF – Funo de Transferncia de Modulao

PSF – *Point Spread Function*

RE – Resoluo Espacial

RPF – Retroprojeo filtrada

SNR – Relao Sinal Rudo

SR- Radiao Sncroton

1. Introdução

A capacidade dos raios X em penetrar na matéria e interagir com a mesma de diferentes formas de acordo com a sua composição, viabilizou a sua instrumentação técnica para análise de estruturas internas de um material. Logo após sua descoberta, em fins do século XIX, os raios X foram empregados na obtenção de imagens radiológicas médicas, já sendo utilizada durante a 1ª Guerra Mundial (1914-1918) na localização de projéteis e estilhaços em feridos (STOCK, 1999).

Durante décadas, muitos avanços foram alcançados pelo uso dos raios X em aplicações médicas e, principalmente devido a sua natureza não destrutiva, foram empregados em diversas áreas do conhecimento, tais como nas ciências dos materiais, química e ciências forenses (WATTS, 2010). Com o desenvolvimento de computadores e avanço da tecnologia de semicondutores, o que permitiu o processamento de uma grande quantidade de informação, em conjunto com métodos matemáticos refinados capazes de reconstruir imagens do interior de um material a partir de várias projeções radiográficas, a tomografia computadorizada por transmissão de raios X (CT) surgiu no início da década de 70 com a construção do primeiro aparelho de CT, revolucionando a medicina.

A partir dos primeiros equipamentos de CT tornou-se possível realizar exames clínicos com o conhecimento de informações detalhadas das estruturas internas do corpo humano com auxílio de imagens que revelam os planos transversais, axiais e sagitais do objeto investigado. Devido ao sucesso obtido na medicina e a infinidade de possibilidades que a CT oferece, rapidamente, a utilização desta técnica se expandiu para áreas além da medicina, tal como aconteceu com a radiografia.

Em meio a grande quantidade de possíveis aplicações, o avanço tecnológico e a necessidade de se observar estruturas cada vez menores, surge a microtomografia computadorizada por transmissão de raios X (microCT), cuja característica reside na utilização de tubos de raios X com tamanho focal da ordem de poucos micrômetros. Esta mudança na ordem de grandeza focal, de milímetros na CT convencional para micrômetros na microCT, foi suficiente para que uma nova fronteira do conhecimento científico fosse alcançado.

Embora tenha ocorrido um grande avanço em relação ao desempenho dos sistemas de microCT desde sua criação, os atuais sistemas tem como principais

limitações o baixo contraste em tecidos moles, tais como epitelial ou muscular, ou em camadas muito finas de material inorgânico devido a baixa atenuação e o baixo contraste intrínseco do mesmo, o que reflete fisicamente na pobre variabilidade do coeficiente de atenuação nas regiões mencionadas. Nestes casos, a aplicação de elementos de contraste, permitindo uma melhor visualização das estruturas a serem avaliadas, torna o procedimento viável (DUDAK *et al.*, 2015). Porém, nem sempre a aplicação desses agentes contrastantes pode ser realizada, uma vez que essa prática está associada a efeitos indesejáveis, tais como a intoxicação, quando aplicada em organismos vivos (METSCHER, 2009) ou na perda do material investigado, impedindo a realização de novos ensaios científicos (FUSI e MARTINEZ-MARTINEZ, 2013).

Outra forma de alcançar melhora na resolução em densidade, ou seja, uma melhor diferenciação entre os coeficientes de atenuação, bem como na resolução espacial (ligada diretamente ao detalhamento das estruturas) é a utilização da radiação Síncrotron (SR) como fonte de radiação X. Este tipo de radiação também é de natureza eletromagnética, porém emitida quando partículas relativísticas carregadas são defletidas por campos magnéticos. Ela é várias ordens de grandeza mais intensa que a radiação produzida por fontes convencionais de raios X e cobre uma ampla faixa espectral. Entretanto, a CT/microCT SR requer uma instrumentação mais complexa, enquanto sistemas de microCT convencionais, utilizando tubos de raios X, se apresentam mais acessíveis e de menor custo (DUDAK *et al.*, 2015).

Neste contexto, conhecer as características de desempenho do sistema de microCT, de modo a operá-lo sob os melhores parâmetros físicos possíveis para uma determinada aplicação, pode significar extrair como resultado final uma imagem de alta qualidade de diagnóstico.

Os principais aspectos que descrevem a qualidade de imagem em microCT são o ruído e as resoluções espacial e em densidade. O nível de ruído de uma imagem, inerente de qualquer sistema, pode ser avaliado pela razão sinal-ruído (SNR), o qual indica seu nível de degradação. A resolução espacial está relacionada com a capacidade de diferenciação da menor distância existente entre duas estruturas muito próximas, podendo ser avaliada por um parâmetro chamado de função de transferência de modulação (MTF), que por sua vez é fortemente influenciada pela resolução do detector e pelo tamanho do ponto focal do tubo de raios X. Menores dimensões de pontos focais significam menores influências do efeito de penumbra geométrica, a qual é responsável por limitar a resolução espacial do sistema (FESER *et al.*, 2008). Finalmente, a

resolução em densidade está relacionada com a menor diferença distinguível entre os coeficientes de atenuação de massa que o sistema é capaz de detectar.

Contudo, em muitas aplicações, operar um sistema de microCT em suas melhores condições de desempenho não é suficiente para garantir um resultado completamente satisfatório. Materiais homogêneos compostos por elementos que se comportam de forma semelhante ao interagirem com os raios X podem não ser caracterizados suficientemente bem na microCT utilizando uma fonte de raios X policromática, como por exemplo os tubos de raios X convencionais. Neste caso, a aquisição da imagem de microCT em duas energias diferentes é um recurso real para a resolução de problemas envolvendo esses materiais. Ao se utilizar dois valores diferentes de energia, é possível obter informações do material de estudo a partir das diferentes formas de interação da radiação com a matéria, permitindo assim a extração de possíveis informações que com uma única energia não seria alcançável (HSIEH, 2009).

O procedimento supracitado é conhecido pelo nome de microtomografia por Dupla Energia (microCT-DE) e foi primeiramente empregado na área médica para caracterização de lesões e tumores ainda nos primeiros anos da CT (ALVAREZ e MACOVSKI, 1976; RUTHERFORD *et al.*, 1976). Atualmente, a microCT-DE é um importante campo de pesquisa na CT/microCT, não se restringindo somente a área médica, mas as outras áreas, tais como indústria com intuito de se fazer análises quantitativas de materiais (NACHTRAB *et al.*, 2011), geociências na investigação da composição mineral de rochas sedimentares e metamórficas (LOVEA *et al.*, 2009) e segurança através da detecção de explosivos (YING *et al.*, 2006).

Neste escopo, o presente trabalho tem como objetivo principal apresentar o desenvolvimento de metodologia para caracterização de estruturas homogêneas com poucas variações no coeficiente de atenuação de massa utilizando a ênfase de microCT-DE, podendo ser dividido em duas importantes etapas:

- A caracterização de dois sistemas diferentes de microCT. Um sistema pode ser considerado fechado (sem acesso direto ao tubo de raios X) e de bancada enquanto o outro possui elementos que o caracterizam como industrial, possuindo dois tubos de raios X com limites focais diferentes, ampliando a faixa de energia que pode ser utilizada e, conseqüentemente, aumentando a faixa de materiais que podem ser investigados.

- Desenvolver uma rotina computacional destinada ao processamento de imagens relacionadas com o coeficiente de atenuação dos raios X com a amostra adquirida em duas energias por um sistema de microtomografia comercial devidamente calibrado. O resultado esperado deste processo é um conjunto de novas imagens relacionadas às propriedades de densidade, com qualidade para análises qualitativas e quantitativas de suas estruturas internas.

Ao cumprir as etapas supracitadas, é desejado alcançar uma metodologia capaz de identificar e analisar a composição de materiais de qualquer natureza. Uma aplicação, contudo, particularmente interessante é a caracterização mineralógica de rochas reservatórios de óleo e gás. Neste campo, conhecer os atributos das rochas é fundamental para se aperfeiçoar a extração de combustíveis fósseis, uma vez que estes dados são úteis não apenas na fase de exploração, mas também na construção de modelos geológicos (BREEN *et al.*, 2008). Sendo assim, neste trabalho, é abordada com maior enfoque a caracterização de rochas reservatórios visando contribuir na superação da atual dificuldade de distinção entre certas fases mineral presentes, tais como calcita e dolomita.

Após essa breve introdução do trabalho, apresentada na corrente escrita do Capítulo 1, o texto seguinte, no Capítulo 2, evidência uma revisão de literatura necessária para o entendimento e execução dos objetivos propostos. Posteriormente, o Capítulo 3 oferece a fundamentação teórica sobre os assuntos científicos abordados. Em seguida, a descrição da metodologia proposta, bem como seus resultados e discussões estão exibidos nos Capítulos 4 e 5, respectivamente. No Capítulo 6 são apresentadas as conclusões. Por fim, são apresentados os anexos: contendo dados extras sobre a caracterização de um dos sistemas comerciais avaliados (Anexo A), a rotina computacional desenvolvida para o processamento de imagem (Anexo B) e os trabalhos científicos desenvolvidos durante o curso de doutorado (Anexo C).

2. Revisão Bibliográfica

Neste capítulo é feita uma revisão da bibliografia relacionada à CT, microCT e microCT-DE. Na seção 2.1 é apresentado o estado da arte da CT e microCT no que diz respeito a sua abrangência nas diversas áreas do conhecimento, tendo em vista que desde a construção do primeiro tomógrafo no início dos anos setenta, a CT vem sendo utilizada para as mais diversas aplicações. Na seção 2.2 são apresentadas resenhas de artigos científicos revisados relacionados aos trabalhos de qualidade de imagem de sistemas de microCT, tais como tamanho de ponto focal, resolução espacial e em densidade. Finalmente, a seção 2.3 é destinada aos trabalhos relacionados ao desenvolvimento e as aplicações de metodologias baseadas em microCT-DE.

2.1. Aplicações de CT e microCT

Principalmente na área industrial, a partir da década de 80, a CT se popularizou no ramo dos ensaios não-destrutivos. Mais recentemente, na primeira década do século XXI, esta abordagem foi introduzida na área de metrologia, através de medições 3D de certas estruturas (KRUTH *et al.*, 2011). Sendo assim, pode ser dito que a CT, mais comumente na modalidade de microCT, ganhou papel de destaque dentre as técnicas de inspeção adotadas pela indústria, uma vez que possuem capacidade de avaliar tanto a estrutura interna do material, para detectar defeitos, quanto a estrutura externa, sem a necessidade de destruição (DE CHIFFRE *et al.*, 2014). Os chamados defeitos, dizem respeito às análises de descontinuidades estruturais, de detecção de poros, da constatação de ausência de materiais, e percepção de incrustações e trincas.

BORD *et al.* (2002) apresentaram uma discussão sobre a inspeção de defeitos em equipamentos eletrônicos. Devido ao fato das estruturas de seus componentes terem se tornado cada vez mais complexas, combinadas ao seu alto nível de integração, a detecção de defeitos se tornou muito complicada e as inspeções baseadas em resultados bidimensionais (2D) deixaram de ser suficientes. Por esta razão, os autores propuseram o desenvolvimento de um sistema de microtomografia de feixe cônico para esta aplicação, capaz de acessar detalhes da ordem de 20 μ m em equipamentos eletrônicos.

Para inspecionar a distribuição de água em um meio difusor de células de combustíveis, SINHA *et al.* (2006) propuseram utilizar a CT para obter imagens 3D da

água no interior da célula durante o processo de purga, uma vez que outras técnicas, tais como, ressonância magnética e radiografia de nêutrons, não se mostram eficientes para este tipo de inspeção. A metodologia desenvolvida pelos autores se baseia na obtenção e na comparação de imagens tomográficas da célula seca e de várias tomadas de imagens adquiridas ao longo da purga. Os resultados obtidos indicaram que a CT tem potencial para quantificar e mapear a distribuição de água no interior de células de combustível, se mostrando mais eficiente que as técnicas já utilizadas.

Na indústria alimentícia, a CT pode ser empregada para definir a distribuição e percentual das diferentes substâncias que compõe o alimento. Por exemplo, a avaliação do percentual de carne magra, gordura e osso em cortes suínos utilizando a CT vem sendo aperfeiçoada a fim de se adaptar os preços dos cortes. Neste contexto, VESTER-CHRISTENSEN *et al.* (2009) propuseram um método para estimar o percentual de carne magra nos cortes a fim de reduzir o erros na separação da carcaça em suas três diferentes fases quando esta é feita manualmente. Porém, problemas na segmentação das imagens de CT surgem devido a ruídos, artefatos de reconstrução e, principalmente, ao efeito de volumes parciais. Neste estudo, os autores propuseram modelos que levam em consideração o efeito de volumes parciais e a densidade dos diferentes tecidos que compõe as amostras. O estudo foi realizado com um total de 299 exemplares de cortes suínos. Os resultados apontaram como promissor a aplicação deste método como referência para se medir o percentual de carne magra devido a sua acurácia (raiz do erro quadrático médio de 83,6g) e estarem menos suscetíveis a variações geradas pela intervenção manual.

O caráter não destrutivo da microCT associado à capacidade de observar detalhes com dimensões reduzidas (na ordem de micrômetros) tem tornado esta técnica interessante em pesquisas na área de materiais compósitos e cimentícios. KIM *et al.* (2013) submeteram amostras de cimento a altas temperaturas (até 1000°C) de forma gradual, e com auxílio da microCT foi possível a observação da propagação de poros e trincas nas estruturas de interesse. A motivação deste trabalho foi avaliar as variações físicas na estrutura interna do cimento sob altas variações de temperatura em um curto espaço de tempo e obter informações básicas para estudar os danos causados pelo fogo a materiais de cimento. Neste trabalho, foi possível avaliar as variações ocorridas na estrutura do espaço poroso e a disposição espacial das fraturas desenvolvidas com o calor.

Materiais compósitos reforçado com fibra vêm sendo empregados largamente na

construção de estruturas leves e ao mesmo tempo resistente a degradação em meios agressivos. Nestes materiais, a orientação das fibras e a relação entre o seu volume e o da matriz influenciam significativamente nas propriedades físicas do material. Através da microCT é possível inspecionar características internas destes materiais, tais como a orientação e distribuição das fibras, a formação de aglomerações de fibras e a presença de vazios e descontinuidades. RIQUE *et al.* (2015) realizaram um estudo sobre a presença de espaços vazios em juntas coladas de tubos de epoxi reforçados com fibras de vidro e a porosidade da cola utilizada nos tubos foi caracterizada. Os resultados demonstraram que a técnica de microCT é capaz de detectar a falta de adesão entre a cola e as paredes do tubo, além de ser capaz de detectar e quantificar outros tipos de descontinuidades, tais como impurezas na cola, se mostrando mais vantajosa na inspeção deste tipo de defeito quando comparado com a técnica de radiografia (padrão-ouro no ramo industrial).

Entre as muitas áreas em que a microCT possui demanda efetiva, a geologia e a petrofísica possuem destaque, principalmente na caracterização estrutural e mineralógica de rochas. LONG *et al.* (2009) utilizaram a microCT para análise de amostras de arenitos, extraídas da bacia de Campine (Bélgica), com objetivo de obter informações 3D dos minerais que a compõe bem como de sua porosidade. Neste trabalho, os dados obtido por microCT foram comparados com aqueles obtidos através da técnica de lâminas delgadas, com o objetivo de se avaliar a sensibilidade das técnicas. Os resultados indicam que a microCT pode ser utilizada para quantificar os minerais constituintes da amostra de arenito, em especial, se seus coeficientes de atenuação são facilmente distinguíveis, tais como a ankerita, o quartzo e a pirita. Porém, se a diferença de coeficiente de atenuação entre os minerais é pequena, por exemplo, quartzo e kaonilita, a microCT se mostrou pouco eficaz na caracterização mineralógica devido a limitação na resolução do sistema que não é capaz de detectar essas pequenas variações.

Campos petrolíferos podem ter sua produção aumentada a partir da injeção de ácido clorídrico (HCl), pois esta substância conecta os poros da rocha mais facilmente. Em geral, o fruto deste processo é a formação de um canal preferencial de escoamento, conhecido como *wormhole*, que tem suas características definidas pela pressão e a vazão no processo injeção, bem como pela concentração do ácido e pelas propriedades da matriz rochosa. MACHADO *et al.* (2015) mostraram que a microCT tem potencial para caracterizar esse canal proveniente do processo de acidificação. Neste estudo, as

características do sistema poroso de rochas carbonáticas, antes e após a acidificação, juntamente com as do *wormhole* formado (utilizando duas taxas diferentes de injeção de ácido) foram avaliadas através de imagens obtidas por microCT de plugues de rochas que foram submetidos a ensaios de acidificação. A partir dos resultados obtidos, foi concluído que as diferentes taxas de HCl influenciam nas características do canal principal, tais como seu volume total e variações de espessura.

2.2. Caracterização de sistemas de microCT

O conhecimento prévio das características de um sistema experimental de análise de dados torna as informações obtidas por ele mais confiável, além de permitir sua utilização sob as melhores condições possíveis. Diversas metodologias vêm sendo utilizadas para a extração de informações de desempenho de sistemas de microCT.

LOPES *et. al.* (2003) analisaram os principais parâmetros de qualidade de imagem (resolução espacial, resolução em densidade e ruído) através de imagens tomográficas produzidas com SR em colaboração com o Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), localizado em Campinas, Brasil. O objetivo foi investigar a possibilidade de utilizar a microCT-SR para fins biomédicos. Com auxílio de três *phantoms*, elaborados para medir a resolução espacial, a resolução em densidade e a capacidade do sistema em determinar o coeficiente de atenuação de materiais conhecidos, foi possível observar que a resolução espacial do sistema em uso era equivalente a 40 μ m. Além disso, possuía boa resolução em densidade, suficiente para detectar pequenas variações de densidade (amostras com diferenças na concentração de Iodo (I, Z=53) inferiores a 0,25%).

DOYUM e NABEL (1991) propuseram uma metodologia prática para avaliação do tamanho focal de tubos de raios X de uso industrial e de fontes de radiação gama (γ) sem a necessidade de equipamentos sofisticados. Utilizando filmes radiográficos comuns e um corpo de prova feito de aço na forma cilíndrica, a penumbra geométrica de três tubos de raios X (um com voltagem máxima de 150kV e dois com voltagem máxima de 300kV) e uma fonte γ (Ir 192) foram medidas e a partir delas o tamanho focal pôde ser estimado. A dimensão da penumbra foi proposta como sendo a distancia perpendicular a borda do cilindro que corresponde ao intervalo entre 5% e 95% do máximo contraste encontrado no filme. A partir da metodologia aplicada, o tamanho focal encontrado para os tubos com 300kV foram entre 20% e 30% maiores que o seu

valor nominal, enquanto para o tubo de 150kV o tamanho focal medido foi de 10% a 20% do seu valor nominal. Utilizando a mesma metodologia para a fonte γ , os resultados apontaram tamanho focal 60% superior ao valor nominal. Contudo a partir de novas medições tomando os valores da penumbra geométrica como sendo a distância perpendicular a borda do cilindro que corresponde ao intervalo de 10% e 90% (e não mais 5% e 95%), para que se fosse levado em consideração a elevada quantidade de espalhamento de fundo, foram obtidos excelentes resultados quando comparados aos valores reais de tamanho focal. Nestas condições, O método proposto se mostrou eficiente para fontes de radiação de raios X de baixas energias até fontes γ (Ir 192).

Para se estimar o tamanho focal de tubos de raios X microfocados foram estudados por SALAMON *et al.* (2008) dois diferentes métodos. O primeiro método é definido pela norma EN-12543 (BRITISH STANDARD, 1999), onde o cálculo do tamanho focal do tubo é baseado nas penumbras geométricas obtidas em projeções radiográficas de um objeto de dimensões bem conhecidas. O segundo método, denominado *Foc view*, é baseado na função de transferência de modulação (do inglês *Modulation Transfer Function*, MTF) resultante do tamanho de ponto focal do tubo de raios X, como descrito por HAMES *et al.* (1993). Neste estudo, dois tubos de raios X do fabricante Feinfocus, o FXT 100 e o FXT 160 tiveram seu tamanho de ponto focal avaliados pelos dois métodos. Após se realizarem diversas medidas em diferentes valores de tensão (50kV, 70kV e 100kV) foi possível ajustar uma curva de uma função polinomial do segundo grau do tamanho de ponto focal em função da corrente do tubo de raios X para ambos os métodos, e concluiu-se que as curvas obtidas podem ser aplicadas para determinar tamanhos de ponto focais inferiores a 5 μ m.

RUECKEL *et al.* (2014) caracterizaram a resolução espacial do microtomógrafo comercial de uso industrial modelo *v/tome/x s* fabricado pela *General Electric, Measurement&Control Solutions*. Foi investigada a influência da magnificação do detector e da variação no aumento do tamanho focal na resolução espacial do sistema. Para observar a ação do detector na resolução espacial foram feitas diversas medidas dos valores de MTF variando a magnificação e mantendo a potência do tubo fixa. A influência do tamanho focal foi estudada fazendo medidas de MTF na máxima magnificação do detector e variando a tensão do tubo de raios X. Os resultados mostraram que para o sistema de microCT, a resolução espacial é fortemente influenciada pelo aumento do tamanho focal que por sua vez é dependente da energia utilizada. Com relação ao detector, o que se observou foi que para valores de

magnificação superiores a 30 (a magnificação máxima testada foi de 60), a resolução espacial é influenciada fortemente pelo tamanho do foco e que o ganho na resolução espacial é menos pronunciado.

2.3. Dupla-Energia

Diversas metodologias de tomografia por raios X em Dupla Energia (CT-DE) vêm sendo desenvolvidas para aplicações médicas, cuja principal finalidade é a caracterização da composição de tecidos que são difíceis de avaliar aplicando um único valor de energia e para perfusão de órgãos. SCHWARZ *et al.* (2008), explorando o fato que tecidos no corpo humano e soluções de Iodo (I, $Z=53$) para fins de contraste tem características únicas de absorção quando interagem com feixes de raios X em diferentes energias, descrevem as aplicações da técnica de DE na análise da morfologia da artéria coronal e das alterações em perfusões no miocárdio. Neste estudo, após a injeção de material contrastante, imagens em baixa e alta energia foram adquiridas simultaneamente por um sistema contendo duas fontes de raios X, calibradas com tensões de 100kV e 140kV. Devido a características específicas do Iodo na absorção dos fótons de raios X em diferentes níveis de energias, foi possível quantificar a distribuição do material contrastante no interior do miocárdio a partir das imagens geradas. Esses resultados apontaram para o potencial da técnica de CT-DE para avaliações, tais como a integridade do sistema de artérias coronárias e a perfusão do miocárdio, dentro de um intervalo de poucos segundos e com doses relativamente baixas.

Posteriormente, BAUER *et al.* (2011) aplicaram CT-DE para avaliar a perfusão pulmonar em pacientes com suspeita de embolia. Neste estudo, as imagens foram adquiridas em tomógrafo *Somatom Definition* (Siemens) que é equipado com dois tubos de raios X que operam simultaneamente. Os valores de energia utilizados foram de 140kV/70ma e 80kV/350mA. A partir dos resultados obtidos, os autores puderam identificar problemas na perfusão pulmonar em pacientes com suspeita de embolia pulmonar aplicando a CT-DE. Porém, em um considerável percentual da população estudada (aproximadamente 70%) foram observados artefatos nas imagens em DE gerados devido ao material de alto contraste injetado.

Para investigar a relação entre a distribuição de reforço de partículas de dióxido de zircônio (ZrO_2) e o volume de espaços vazios em uma liga metálica de alumínio, JUSTICE *et al.* (2003) aplicaram a técnica CT-DE utilizando energias acima e abaixo da borda de absorção de energia do zircônio (18,2KeV). Embora estudos mais

aprofundados sejam necessários para a completa caracterização da relação entre o reforço e a formação de espaços vazios, foi determinado a distribuição espacial dos espaços vazios e do reforço de ZrO_2 e foi possível observar uma relação linear entre a fração de reforço e de espaço vazio.

VAN GEET *et al.* (2001) afim de estudar o potencial da microCT na geologia compararam dois sistemas de microtomografia distintos, um microtomógrafo de mesa da Skyscan e um sistema industrial da AEA Tomohawk, observando que as grandes diferenças entre os dois sistemas estavam no tempo de aquisição das imagens e no tamanho máximo das amostras que cada sistema é capaz de escanear. Embora o sistema AEA Tomohawk possa ser utilizado para amostras maiores (até 14cm) e com menor tempo de aquisição, os autores concluíram que amostras pequenas e que exigem alta resolução podem ser estudadas em ambos microtomógrafos. Neste estudo uma metodologia com DE foi desenvolvida para fazer a caracterização mineralógica de amostras geológicas analisando sua composição a partir das informações de densidade e de número atômico efetivo. Os resultados mostraram que a técnica permite a extração de informações em densidade das amostras assim como a porosidade da rocha, contudo artefatos gerados no processo de aquisição de imagem são uma das grandes limitações na aplicação do método gerando falsos resultados.

TSUCHIYAMA *et al.* (2013) utilizaram a técnica de microCT-DE para identificar a composição mineralógica de rochas de origem extraterrestre. Uma nova técnica foi desenvolvida por eles denominada *Analytical dual-energy microtomography*, em que o coeficiente de atenuação linear dos minerais é utilizado em duas diferentes energias para que seja possível a obtenção de imagens 3D da distribuição mineral na amostra. As duas energias são escolhidas cuidadosamente de forma que a energia mais baixa seja menor e a energia mais alta seja maior que a borda de absorção de energia do elemento mais abundante na amostra. Neste trabalho, com imagens obtidas através SR utilizando energias de 7KeV e 8keV de partículas coletadas do asteróide Itokawa (tendo como material de referência o Ferro (Fe, Z=26) , cuja a borda K de absorção é de 7,11KeV). O método adotado permitiu medir a composição química dos minerais estudados, em especial as razões entre Ferro e Magnésio (Mg, Z=12) em minerais ferromagnesianos e a razão entre Sódio (Na, Z=11) e Cálcio (Ca, Z=20) em plágioclases.

ALVES *et al.* (2014) propuseram uma nova metodologia para a identificação mineralógica em amostras geológicas heterogêneas utilizando a DE. Eles validaram a

metodologia através de simulações e calibraram um sistema Skyscan 1173 para adquirir imagens em duas energias distintas a fim de se obter o número atômico efetivo e a densidade de uma amostra desconhecida e obter imagens capaz de discernir a composição mineral da amostra. Contudo a acurácia dos resultados fornecidos precisam ser aprimorados dado que uma grande quantidade de minerais encontrados na natureza está em um pequeno intervalo de valores de densidade e número atômico e as imagens fornecidas necessitam ter qualidade suficiente para se obter informações quantitativas dos minerais estudados.

3. Fundamentação Teórica

Neste capítulo são apresentados os principais conceitos necessários para o desenvolvimento deste trabalho: o princípio de funcionamento de um sistema de microCT, os parâmetros de qualidade de imagem em microCT e a teoria de DE.

3.1. MicroCT

A microCT, como é conhecida hoje, só é possível graças a importante descoberta dos raios X em novembro de 1895 por Wilhelm Conrad Rontgen (1845-1923), o qual, por essa descoberta, foi agraciado com o primeiro prêmio Nobel em Física no ano de 1901 (BUZUG, 2008).

Outro importante passo para o desenvolvimento da técnica de microCT ocorreu em 1917, quando o matemático Johan Radon (1887-1956) publicou um trabalho que seria a base matemática inicial para a solução do problema da reconstrução de imagens, que consiste em gerar a imagem 3D de um objeto a partir de suas projeções. As idéias de Radon foram inicialmente aplicadas na astrofísica por R. N. Bracewell em 1956 (HSIEH, 2009). Ainda segundo o mesmo autor (HSIEH, 2009), em 1963, Allan M. Comark (1924-1998) apresentou a primeira implementação matemática para a reconstrução de imagem em microCT como fruto de um trabalho que se iniciou a partir de observações feitas por ele alguns anos antes, quando foi convidado a auxiliar no hospital Groote Schuur.

Apenas em 1967, o primeiro protótipo de um CT para fins médicos começou a ser desenvolvido por Godfrey N. Hounsfield. Em 1972, Hounsfield apresentou o primeiro diagnóstico clínico por imagem à sociedade científica. Por este trabalho ele dividiu com Comark o prêmio Nobel de medicina em 1979 (BUSHBERG *et al.*, 2002).

Embora a CT tenha se desenvolvido inicialmente para fins médicos (HOUNSFIELD, 1973). Nas décadas posteriores à criação do primeiro sistema de CT, as mais diversas áreas tem se beneficiado com esta tecnologia, fazendo tomografias de plantas, animais, peças industriais, rochas, artefatos arqueológicos e qualquer outro corpo que possa ser inserido em um tomógrafo (HSIEH, 2009).

Os raios X são um tipo de radiação eletromagnética que tem origem na estrutura atômica da matéria e se caracterizam por terem energias no intervalo de poucos eletros-

volts até aproximadamente 100 keV (CESAREO, 2000). Ao se trabalhar com fontes de radiação com tensão inferior a 200kV, duas formas de interação da radiação com a matéria são predominantes: o efeito fotoelétrico e o espalhamento Compton (DYSON, 1990). Esses dois fenômenos possuem um papel de destaque no método de DE.

No efeito fotoelétrico, um fóton de raios X (ou γ) é totalmente absorvido por um único elétron orbital de um átomo. Ao absorver esse fóton, o elétron é expelido com energia cinética,

$$E_c = h\nu - B \quad (3.1)$$

onde, h é a constante de plank ($6,62606957 \times 10^{-34} \text{m}^2 \cdot \text{kg/s}$), ν é a frequência da radiação e B a energia de ligação do elétron (TAHUATA, 1999). A figura 3.1 apresenta o esquema ilustrativo do efeito fotoelétrico.

O efeito fotoelétrico é o modo de interação predominante para energias relativamente baixas (0 a 100KeV) (DYSON, 1990). A probabilidade de ocorrência do efeito fotoelétrico também aumenta para elementos de número atômico Z maior. Embora não exista uma equação analítica válida para o cálculo da probabilidade de ocorrência do efeito fotoelétrico $P(e.f.)$ para todo os intervalos de energia e número atômico, uma boa aproximação para se obter este valor é

$$P(e.f.) \cong c \cdot \frac{Z^n}{E^{3,5}} \quad (3.2)$$

onde, c é uma constante e n vale aproximadamente 4 (KNOLL, 2000).

Para que o efeito fotoelétrico ocorra, é necessário que o fóton incidente tenha uma energia superior à energia de ligação do elétron no átomo. Porém, à medida que a energia do fóton aumenta essa probabilidade de ocorrência do efeito fotoelétrico diminui, ou seja, a probabilidade de ocorrência é máxima para um fóton de energia igual à energia de ligação do elétron no átomo. A grande maioria das interações ocorre quando os fótons têm o mesmo valor da energia de ligação da camada K, apresentando uma descontinuidade na curva de probabilidade de interação que diminui com o aumento da energia. Após atingir energias superiores ao da camada K, a probabilidade volta a diminuir até alcançar energias que correspondem à camada L, nesse momento ocorre o mesmo fenômeno de aumento repentino na probabilidade de interação (TAHUATA, 1999).

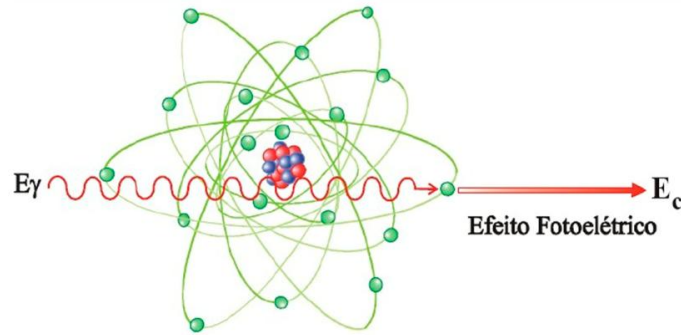


Figura 3. 1: Esquema ilustrativo do efeito fotoelétrico (Fonte: TAHUATA (1999)).

De forma semelhante ao efeito fotoelétrico, o espalhamento Compton, ou efeito Compton, ocorre entre um fóton e um elétron orbital, com a diferença que nesse fenômeno o fóton deixa de ser absorvido pelo elétron para ceder parte de sua energia e ser desviado. Uma vez que todos os ângulos de espalhamento são possíveis, a energia transferida do fóton para o elétron pode variar desde zero até uma grande fração de sua energia (KNOLL, 2000). A figura 3.2 apresenta um esquema ilustrativo do efeito Compton.

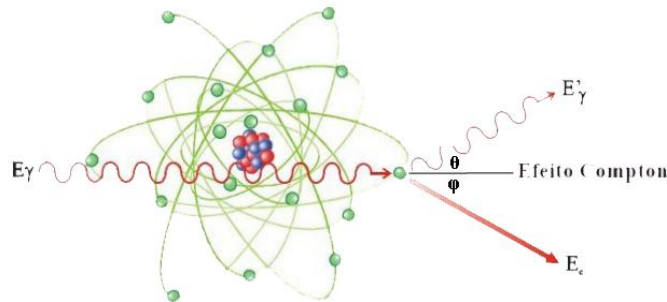


Figura 3. 2: Esquema ilustrativo do efeito Compton (Fonte: TAHUATA (1999)).

A expressão que relaciona a energia e o ângulo de espalhamento da interação pode ser derivada a partir da conservação de energia e momento, como a descrita na equação 3.3.

$$E = hv - hv', \quad (3.3)$$

onde, hv e hv' são as energias do fóton antes e após a interação, respectivamente. A energia cinética relativística do elétron, que é dada pela equação 3.4, onde m_0 é a massa de repouso do elétron e p seu momento,

$$E(E + 2m_0c^2) = (pc)^2. \quad (3.4)$$

A partir da conservação de momento, é possível escrever as equações 3.5-a e 3.5-b, onde é possível eliminar p e ϕ , o ângulo de espalhamento do elétron,

$$\frac{h\nu}{c} = p\cos(\varphi) + \frac{h\nu'}{c}; \quad (3.5-a)$$

$$0 = p\sin(\varphi) - \frac{h\nu'}{c}\cos(\theta). \quad (3.5-b)$$

De forma que a energia do fóton após a colisão seja reescrita, em termos do ângulo de espalhamento do fóton (θ), conforme a equação 3.6,

$$h\nu' = \frac{h\nu}{1 + \frac{h\nu}{m_0c^2}(1 - \cos(\theta))}. \quad (3.6)$$

A probabilidade de ocorrer o espalhamento Compton depende diretamente do número de elétrons disponíveis como alvo em um átomo, ou seja, aumenta linearmente com o número atômico (Z) e geralmente diminui com o aumento da energia do fóton (KNOLL, 2000), podendo ser expresso matematicamente como na equação 3.7,

$$P(e. c.) \cong \frac{Z}{E}. \quad (3.7)$$

As interações fotoelétricas predominam para todos os materiais em energias de fótons suficientemente baixas, porém à medida que a energia aumenta, o efeito Compton assume a posição de interação predominante. Se essa energia continua aumentando, ainda que o efeito Compton diminua em termos absolutos, a probabilidade de sua ocorrência continua aumentando em relação ao efeito fotoelétrico (TAHUATA, 1999).

A figura 3.3 apresenta um diagrama que descreve o comportamento destes dois efeitos em relação ao número atômico e a energia dos fótons. Uma terceira forma de interação da radiação com a matéria presente no intervalo de energia discutido é o de produção de pares, porém este efeito não é relevante para teoria de DE e não será detalhado neste trabalho. As referências DYSON (1973), TAHUATA (1999) e KNOLL (2000) trazem uma discussão mais aprofundada a respeito da produção de pares.

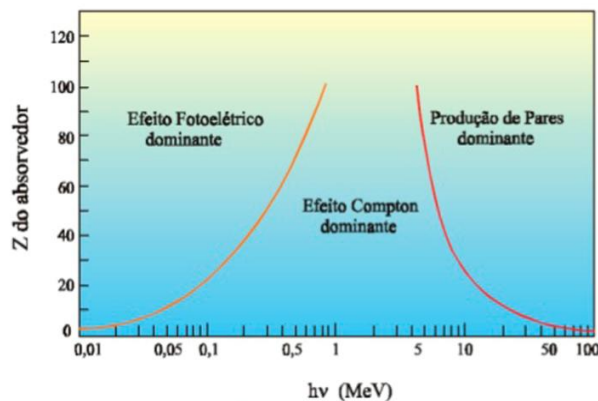


Figura 3. 3: Predominância das formas de interação entre um fóton e a matéria em função de sua energia e número atômico do material (fonte: TAHUATA (1999)).

3.2. Sistemas de tomografia:

Como já dito anteriormente, CT é um método de ensaio não-destrutivo que utiliza basicamente um tubo de raios X para gerar um feixe de fótons, que deve atravessar o objeto de estudo, e um detector capaz de captar as alterações sofridas pelo feixe ao atravessar o objeto. A estes sistemas estão acoplados computadores capazes de processar a grande quantidade de informação gerada no processo e produzir imagens com resolução espacial suficiente para análise do material.

Com o avanço tecnológico e com o uso cada vez mais diversificado da técnica, em especial para aplicações industriais, existe a necessidade de se observar estruturas na ordem de micrômetros. Para este fim foram desenvolvidos sistemas de microCT, onde se opera com tubos de raios X microfocados. Outra característica dos sistemas de microCT, que diferem dos convencionais tomógrafos médicos, diz respeito à sua mecânica. Enquanto nos tomógrafos de uso médico, o paciente fica em repouso e o conjunto fonte-detector gira em torno do paciente, nos atuais microtomógrafos, a fonte e o detector são fixos e o corpo de prova é mantido sobre uma mesa mecânica capaz de rotacioná-lo a passos regulares. A figura 3.4 apresenta alguns modelos de sistemas de tomografia.

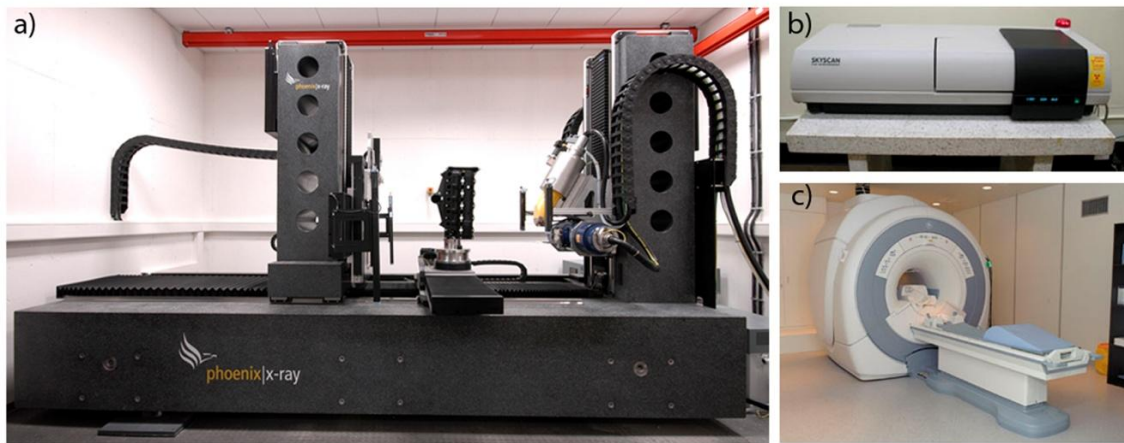


Figura 3. 4: Modelos de sistemas de tomografia: a) Sistema industrial V|tome|x L (GE); b) Sistema de bancada Skyscan 1072 (Skyscab/Brucker; c) Tomógrafo médico Brivo MR 355 1,5t (GE).

3.2.1. Tubos de raios X

Em um tubo de raios X, dois componentes são essenciais para se gerar a radiação: o catodo e o anodo. O catodo é constituído basicamente de um filamento e um copo focalizador. Ao passar uma corrente elétrica pelo filamento, este é aquecido e por efeito termiônico é gerada uma nuvem de elétrons. Ao se aplicar uma diferença de potencial entre catodo e anodo, forma-se uma corrente de elétrons em direção ao anodo.

O papel do copo focalizador é fazer com que com elétrons sejam direcionados ao anodo e não se choquem em outras regiões do tubo. O fluxo de elétrons é controlado pelo grau de aquecimento do filamento, quanto maior o aquecimento maior o fluxo de elétrons. Dessa forma quanto maior a corrente que atravessa o filamento, maior será o fluxo de elétrons entre catodo e anodo. Por outro lado, a tensão aplicada entre o anodo e catodo irá determinar o intervalo de energia dos fótons de raios X gerados. Ao atingir o anodo, que funciona como um alvo, os elétrons são desacelerados até o repouso. No anodo, o feixe de elétrons interage com os elétrons orbitais ou com os próprios núcleos dos átomos do metal, convertendo sua energia cinética em energia térmica e eletromagnética na forma de raios X.

O metal que constitui o anodo deve ser bom condutor elétrico para dissipar os elétrons desacelerados, bom condutor térmico, uma vez que grande parte da energia cinética dos elétrons se perde sob a forma de calor e de alto número atômico para aumentar a probabilidade de interação do feixe com os elétrons orbitais. Normalmente o Tungstênio (W, $Z=74$) é o metal utilizado no anodo por combinar todas essas características (BUZUG, 2008).

O anodo e o catodo estão no interior de uma ampola, normalmente de vidro de alta resistência e mantida em vácuo, que tem a função de promover o isolamento térmico do sistema. A ampola é mantida no interior do cabeçote do tubo de raios X que é revestido por Chumbo (Pb, $Z=82$) para blindagem e produzir um feixe de raios X que saia pela janela radiotransparente. A figura 3.5 apresenta o esquema de um tubo de raios X.

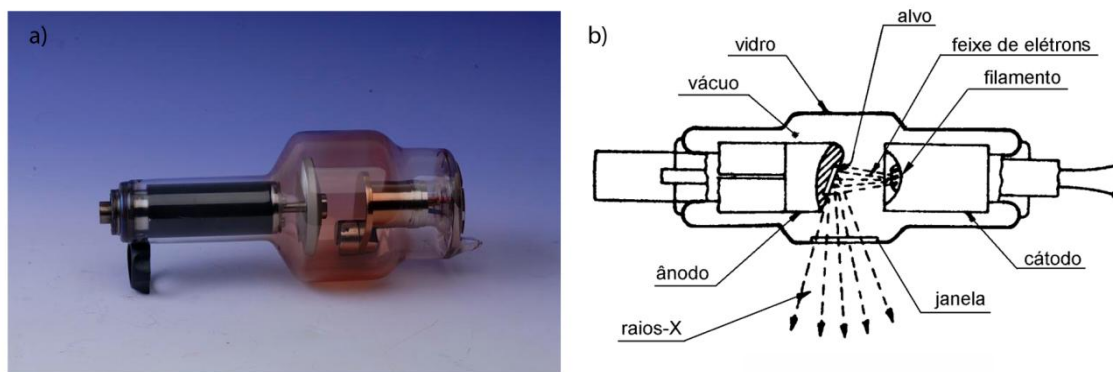


Figura 3. 5: Tubo de raios X: (a) imagem de uma ampola de vidro de um tubo de raios X. (Fonte: <https://sites.google.com/site/atcompbr/home/produto>); (b) esquema ilustrativo do interior de um tubo (Fonte: OLIVEIRA, 2012).

No que diz respeito ao alvo do tubo de raios X, em aplicações de microCT, este pode ser de dois tipos: O tubo de transmissão e o tubo direcional ou de reflexão (X-

RAYS WORX). O esquema ilustrativo dos tubos é apresentado na figura 3.6.

O tubo de raios X de transmissão (figura 3.6-a) é empregado para análises em que é requerida alta resolução espacial (da ordem de $1\mu\text{m}$). Este tubo contém um alvo plano, podendo variar entre 1 e $10\mu\text{m}$ de espessura e, dependendo da aplicação, diferentes materiais podem ser utilizados para compor esta camada. Quando o feixe de elétrons é focalizado em uma pequena área do alvo de transmissão, grande quantidade de calor é produzida. O material que tem melhor capacidade térmica é o Carbono (C, $Z=6$) na forma de diamante, sendo este o melhor material para constituir o alvo, permitindo produzir tubos de raios X com alta potência e menor tamanho de ponto focal (GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGIES, 2010b).

O tubo direcional, ou de reflexão (figura 3.6-b), é composto por um alvo de metal massivo. Por ter um alvo de maior área, a dissipação de calor do tubo é muito mais eficiente do que no tubo de transmissão. Essa característica permite um fluxo maior de elétrons com alta energia, de forma que este tipo de tubo seja aplicado onde são exigidas altas potências, tais como em inspeções de materiais metálicos ou muito densos.

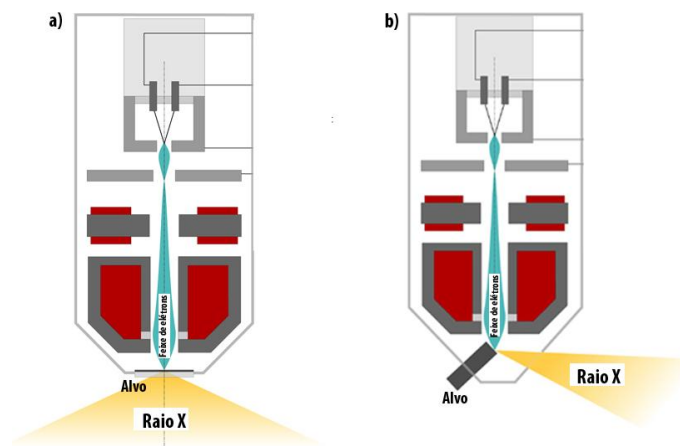


Figura 3. 6: Esquema de um tubo de raios X de transmissão (a); esquema de um tubo de raios X direcional ou de reflexão (b). (Adaptado de: <http://www.phoenix-xray.com>).

Como discutido anteriormente, os elétrons ao alcançar o alvo, interagem com o núcleo ou com os elétrons das camadas eletrônica dos átomos. De acordo com a forma de interação, elétrons-núcleo ou elétrons-elétrons orbitais, pode se gerar dois tipos distintos de espectro de energia dos raios X: o contínuo (bremsstrahlung) ou o característico.

Quando um elétron passa próximo ao núcleo de um átomo do alvo e é atraído,

parte da sua energia cinética é perdida e radiação eletromagnética é emitida sob a forma de fótons de raios X. Dessa forma, a energia cinética é convertida em fótons de altas e baixas energias e frequências diferentes.

Embora a probabilidade de ocorrer seja pequena, alguns elétrons muito energéticos interagem diretamente com o núcleo e toda sua energia é convertida em um único fóton, ou seja, surge um fóton de máxima energia. Dessa forma, o espectro contínuo, ou de Bremsstrahlung, é formado por fótons com energia mínima de zero até fótons com valor máximo igual à energia cinética inicial do elétron, e a sua forma pode ser observado na figura 3.7-a. De um modo geral, a maioria dos fótons gerados é de baixa energia e poucos possuem a energia equivalente a diferença de potencial aplicada ao tubo.

Existem situações em que elétrons do feixe podem interagir com um átomo quebrando sua neutralidade (ionizando-o), ao retirar dele elétrons pertencentes à sua camada mais interna (por exemplo, a camada K). Nesta situação, forma-se uma lacuna, também denominada vacância, que é a ausência de um elétron na camada. A fim de se alcançar o equilíbrio, elétrons de camada superiores (L ou M, por exemplo) migram para camada K emitindo um fóton de raios X. A energia do fóton emitido depende da diferença de energia entre a camada de origem e de destino do elétron. Cada material emite um nível próprio de radiação durante a transição de elétrons entre camadas, sendo assim uma característica do material. O espectro de energia emitido pelo tubo de raios X é assim a sobreposição desses dois efeitos discutidos acima, o espectro contínuo e o espectro característico, como pode ser observado na figura 3.7-b.

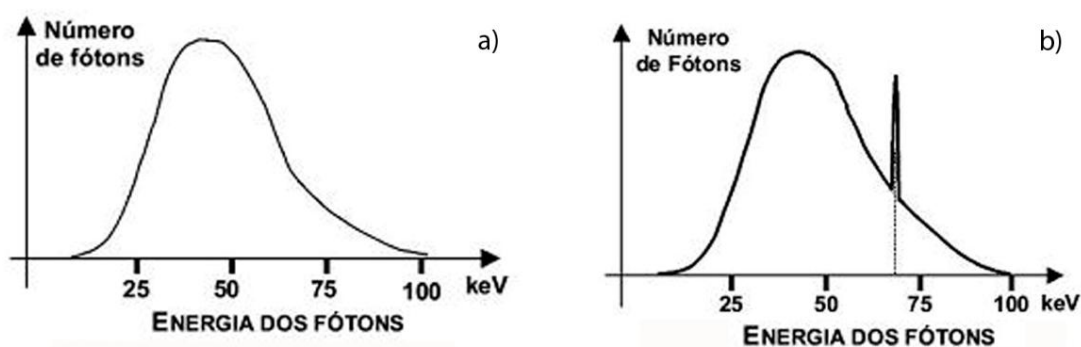


Figura 3. 7: Espectro de raios X emitido por um tubo de raio X: (a) espectro contínuo; (b) sobreposição do espectro contínuo e característico.

3.2.2. Detectores

Os fótons de raios X não são detectados diretamente, mas pelos produtos de sua interação com a matéria (como por exemplo, o efeito fotoelétrico e o espalhamento

Compton, já discutidos anteriormente). A eficiência de um detector é medida por dois fatores: eficiência geométrica e eficiência quântica. A primeira se refere à área do detector sensível aos fótons de raios X em relação à área total. Enquanto a segunda se refere à fração de fótons incidentes que são absorvidos e contribuem para a formação do sinal (BUZUG, 2008). A seguir é discutido o princípio de funcionamento dos principais tipos de detectores utilizados em sistemas de microCT.

Detectores Cintiladores

Grande parte dos sistemas tomográficos utilizados atualmente é equipada com detectores cintiladores. Este tipo de detector consiste basicamente de um meio cintilador e um detector de fótons. Os fótons de raios X, ao entrar no detector, são convertidos no meio cintilador para fótons de maior comprimento de onda (luz visível). Tipicamente, os materiais utilizados como cintiladores, que é o principal responsável pela eficiência quântica do detector, são o Iodeto de Césio (CsI), o Germanato de Bismuto ($\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ ou BGO) e o Tungstato de Cádmio (CdWO_4). Neste tipo de detector, um fóton incidente interage com o cintilador através de efeito fotoelétrico. O elétron, fruto desta interação, “viaja” no interior do cintilador excitando elétrons de outros átomos. Quando estes átomos voltam ao seu estado fundamental, fótons no espectro da luz visível são emitidos. Esses fótons podem se propagar em todas as direções, de forma que para direcioná-los aos fotodiodos na base do detector, o cintilador é revestido por material altamente refletivo (HSIEH, 2009). A figura 3.8 apresenta o princípio de funcionamento de um detector cintilador.

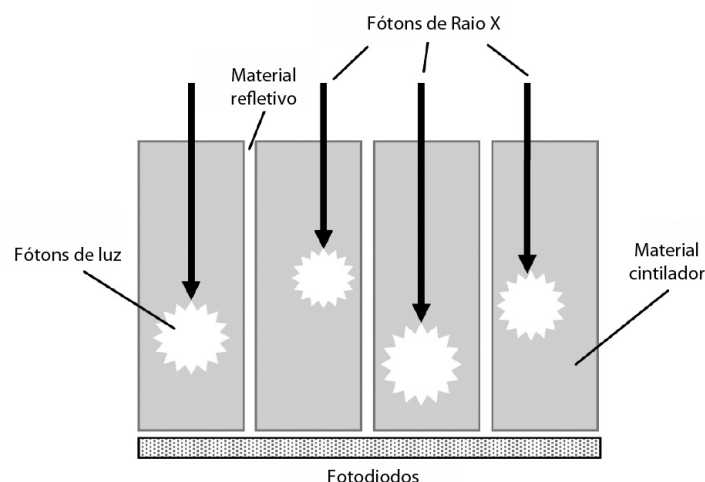


Figura 3. 8: Esquema ilustrativo de células de um detector cintilador (Fonte: HSIEH, 2009).

Flat Panels

Detectores do tipo *Flat Panel* foram originalmente desenvolvidos para atuarem na radiografia convencional, substituindo os filmes radiográficos. Em seguida, a

substituição ocorreu em sistemas de microCT que operam com intensificadores de imagem. Atualmente, esses detectores de estado sólido são largamente empregados nos modernos sistemas de microCT, com a vantagem perante os intensificadores de imagem de não produzirem imagens com distorções. O elemento sensor destes detectores é constituído basicamente por um fotodiodo e um transistor. Este sensor é revestido por uma camada de CsI, que é sensível aos raios X, e na borda existe um *multi-chip* que faz a leitura do sinal. Neste sistema, a radiação, ao penetrar no detector, é convertida em luz visível ao atravessar o cintilador. O fóton de luz é conduzido aos fotodiodos em que é produzida uma carga elétrica proporcional à radiação do fóton de raios X. Neste processo, a carga elétrica é armazenada no detector que funciona como um capacitor. A seguir, a leitura eletrônica do sinal é feita pelo filme transistor. Uma amplificação de sinal e conversão de analógico para digital é realizada nesse mesmo *chip*, que resulta em uma operação veloz e com sinais com baixo ruído (BUZUG, 2008). A figura 3.9 apresenta um diagrama esquemático do processo de conversão dos fótons de raios X em sinal eletrônico.

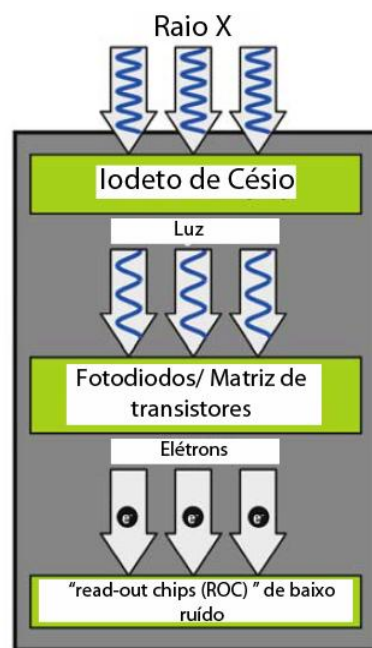


Figura 3. 9 Diagrama ilustrativo da cadeia de conversão de sinal no interior de um detector Flat-Panel (Fonte: BUZUG, 2008).

Uma característica desejável destes detectores é a resposta linear sobre um largo intervalo de iluminação, que em outras palavras quer dizer, doses altas e baixas de radiação absorvida apresentarão uma informação com mesmo contraste, o que significa uma excelente resolução em contraste. Estes detectores apresentam ainda excelente

resolução espacial. Para tal, em sua confecção, o CsI é evaporado no interior da matriz de detectores para se estabelecer contato direto entre o material cintilador e a matriz de fotodiodos. Quando os fótons de raios X são convertidos em luz visível no interior da estrutura de CsI, eles são guiados diretamente na direção dos fotodiodos ou em direção oposta, neste caso são refletidos por um “espelho” localizado na superfície da estrutura de CsI, garantindo que toda a luz visível atinja os fotodiodos e exista uma alta eficiência quântica nesse tipo de detector.

3.3. Princípios físicos e matemáticos da tomografia

Para obtenção de imagens 3D de estruturas internas e cortes, ou seções, de um determinado material através da microCT, dois processos básicos são necessários: a aquisição de projeções radiográficas em vários ângulos pelo sistema fonte-detector e a reconstrução matemática das imagens adquiridas.

Quando fótons de raios X interagem com um material, uma parte destes fótons é absorvida enquanto o restante atravessa o material, seguindo a lei de Beer-Lambert, como apresentado na equação 3.8 (BUZUG, 2008).

$$I = I_0 e^{-\mu\eta}, \quad (3.8)$$

onde, I é a intensidade do feixe de fótons que atravessou o material, I_0 é a intensidade do feixe incidente, η a espessura do material atravessado pelo feixe e μ o coeficiente de atenuação linear.

Contudo, a lei de Beer-Lambert é válida apenas para feixes monocromáticos, ou seja, feixes com fótons com mesma energia. Como discutido anteriormente, o feixe de raios X produzido por tubos utilizados em sistemas de microCT convencionais são policromáticos. Para este tipo de feixe, o coeficiente de atenuação μ varia com a energia do feixe. De modo geral, o coeficiente de atenuação decresce com a energia do feixe, isto é, enquanto feixes de maior energia, chamados de feixes de raios X duros, têm maior poder de penetração, os feixes moles, aqueles de menor energia, são absorvidos pelo material (WILDENSCHILD e SHEPPARD, 2013).

A partir da equação 3.8, observa-se que medindo o valor da energia incidente, I_0 , o feixe de energia transmitida, I , e conhecendo, a princípio, as dimensões do material estudado, é possível calcular o valor médio do coeficiente de atenuação linear de um material homogêneo. Para materiais compostos, aqueles que são constituídos por mais de um elemento químico, e conseqüentemente, possui diferentes coeficientes de

atenuação linear, é possível se obter a atenuação total sobre o objeto “dividindo-o” em segmentos menores. Se esses segmentos são suficientemente pequenos, pode-se considerar cada um deles como um material homogêneo. Nesta condição, a equação 3.8 pode ser aplicada a cada elemento. A energia incidente em um dos segmentos corresponde exatamente à energia que atravessou o segmento anterior, conforme se observa na figura 3.10. Matematicamente a lei de Beer-Lambert para materiais compostos pode ser reescrita como apresentada na equação 3.9, em que $\Delta\eta$ corresponde a cada segmento do material e os μ_n são os valores de coeficiente de atenuação em cada um desses segmentos,

$$I = I_0(e^{-\mu_1\Delta\eta} e^{-\mu_2\Delta\eta} \dots e^{-\mu_N\Delta\eta}) \quad (3.9)$$

Se $\Delta\eta$ é muito pequeno ($\Delta\eta \rightarrow 0$) a equação 3.9 pode ser reescrita como a equação (3.10),

$$I = I_0 e^{-\int_L \mu(\eta) d\eta}. \quad (3.10)$$

A equação 3.10 pode ser reescrita ainda como a equação 3.11, em que P é a projeção radiográfica obtida,

$$P = -\ln\left(\frac{I}{I_0}\right) = \int_L \mu(\eta) d\eta. \quad (3.11)$$

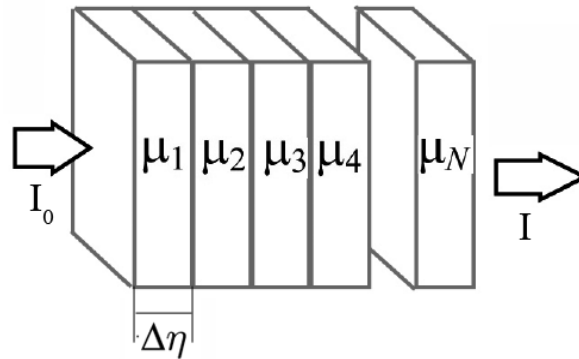


Figura 3. 10: Esquema ilustrativo da atenuação de um feixe de raios X monocromático em um material composto. O objeto pode se subdividido em N segmentos de forma que cada um desses possa ser tratado como um material homogêneo e assim se aplicar a lei de Beer-Lambert.

Como mostrado na equação 3.11, P é a integral de linha do coeficiente de atenuação linear ao longo do caminho percorrido pelo feixe, podendo ser calculada pelo logaritmo natural da razão entre a intensidade do feixe que atravessa o material e o feixe incidente (HSIEH, 2009). A figura 3.11 apresenta o esquema de uma projeção obtida em um ensaio de microCT. Quanto maior a quantidade de informações obtidas, melhor se pode conhecer o objeto estudado. Por essa razão, para se adquirir os dados em 3D do material, o mesmo é rotacionado a passos regulares em frente ao feixe de raios X a fim

de se obter um grande número de radiografias em diferentes ângulos e com isso calcular matematicamente a distribuição 3D do coeficiente de atenuação (CNUdde e BOONE, 2013).

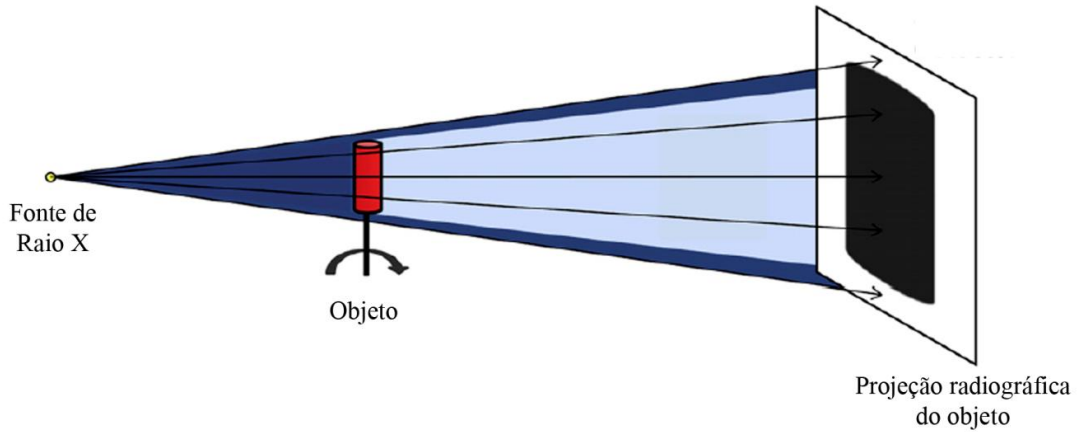


Figura 3. 11: Diagrama básico de um sistema de microtomografia, onde um objeto gira em torno de seu eixo enquanto as radiografias são projetadas no detector em diferentes ângulos (Fonte: CNUdde e BOONE, 2013).

Existem diversas categorias de algoritmos que são utilizados na reconstrução de imagens e, dentre elas, se destacam algoritmos de retroprojeção baseados na transformada de Fourier, algoritmos baseados em métodos estatísticos e algoritmos baseados em métodos aritméticos. Atualmente, os algoritmos de reconstrução mais utilizados são os de retroprojeção filtrada (RPF). Entre estes, se destaca o algoritmo de Feldkamp (FDK) (FELDKAMP *et al.*, 1984), o qual é largamente empregado em reconstruções 3D de sistemas de tomografia de feixe cônico (LI *et al.*, 2007). O texto a seguir irá apresentar a base matemática dos algoritmos de reconstrução para um sistema de feixe paralelo por RPF, devido a sua simplicidade. Para as demais geometrias, feixe em leque e feixe cônico, são apresentados apenas os resultados e referências bibliográficas que descrevem com rigor todo o processo de reconstrução nestas geometrias.

A primeira geração de tomógrafos desenvolvidos utilizava uma geometria de feixes paralelos, ou seja, o feixe de raios X produzido é colimado e o sistema fonte-detector se move de forma sincronizada linearmente. Este processo é repetido em ângulos regulares (γ), havendo diversos caminhos paralelos através da amostra por onde o feixe pode viajar. Nesta geometria se torna mais interessante escrever a equação 3.11 em um novo sistema de coordenadas rotacionais (ξ, η), em que ξ é a posição linear da fonte e γ é o ângulo de projeção, como pode visualizado na equação 3.12,

$$P_{\gamma}(\xi) = \int_L \mu(\xi, \eta) d\eta. \quad (3.12)$$

A partir da observação da figura 3.12 é possível escrever o caminho de projeção em função das coordenadas espaciais fixas (x, y) , apresentadas nas equações 3.13-a e 3.13-b:

$$\xi = x \cdot \cos(\gamma) + y \cdot \text{sen}(\gamma); \quad (3.13-a)$$

$$\eta = -x \cdot \text{sen}(\gamma) + y \cdot \cos(\gamma). \quad (3.13-b)$$

Utilizando as equações 3.13 – a e 3.13 – b, as variáveis do coeficiente de atenuação podem ser substituídas de tal forma que se possa escrever uma equação que expresse o coeficiente de atenuação nas coordenadas (x, y) do sistema. Conforme apresentado na equação 3.14,

$$f(x, y) = \mu(\xi(x, y), \eta(x, y)), \quad (3.14)$$

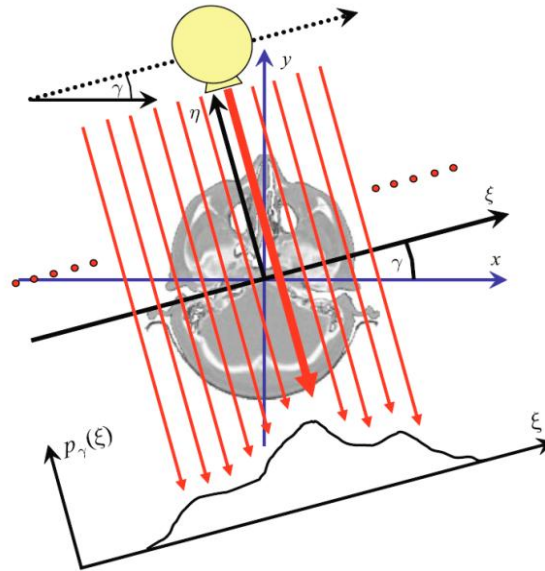


Figura 3. 12: Esquema de um corte transaxial de um crânio gerado em um sistema de tomografia de feixe paralelo. Na figura dois sistemas de coordenadas são destacados: o sistema de coordenadas fixas (x, y) e o sistema de coordenadas rotacionais (ξ, η) (Fonte: BUZUG, 2008).

O caminho L percorrido pelo feixe pode ser representado por um delta de Dirac no plano, $\delta(L)$, que resulta na soma de todos os pontos de f que repousam sobre a linha L . Essa operação pode ser escrita matematicamente pela equação 3.15,

$$f * \delta(L) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \delta(x \cos(\gamma) + y \text{sen}(\gamma) - \xi) dx dy$$

$$f * \delta(L) = P_{\gamma}(\xi). \quad (3.15)$$

Onde $P_{\gamma}(\xi)$ é a transformada bidimensional de Radon do objeto, apresentada na equação 3.16,

$$P_{\gamma}(\xi) = R_2\{f(x, y)\}. \quad (3.16)$$

Tipicamente, os valores das projeções $P_{\gamma}(\xi)$ são arranjados em um diagrama

cartesiano (ξ, η) . Nestes diagramas, os valores de projeção do material que estão fora do centro de rotação da tomografia produzem um “traço” senoidal. Por esta razão, a representação gráfica das projeções recebe o nome de sinograma (figura 3.13).

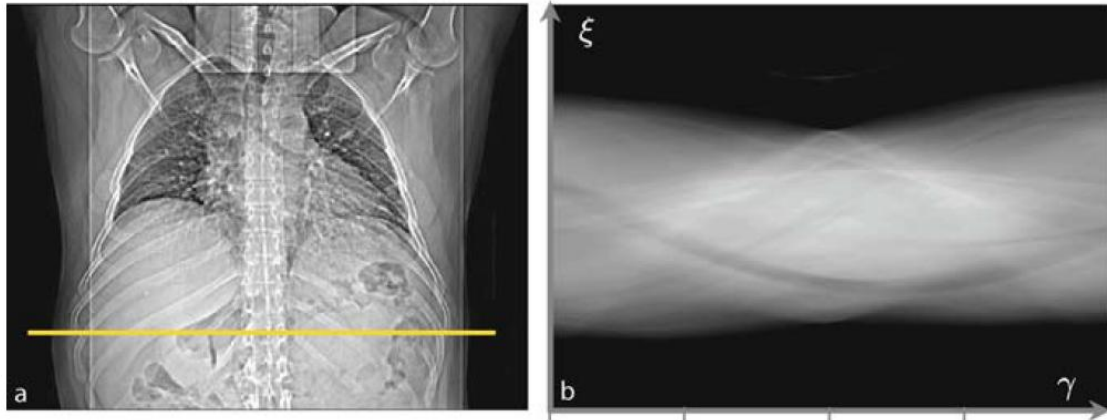


Figura 3. 13: Reconstrução de uma imagem tomográfica abdominal. A imagem a apresenta a posição da seção transaxial do abdômen (a) e seu correspondente sinograma (b) (BUZUG,2008).

O teorema da fatia de Fourier é conhecido como a teoria que governa a reconstrução tomográfica e pode ser descrita como se segue:

A transformada de Fourier de uma projeção paralela de um objeto $f(x,y)$ obtida em um ângulo γ é igual a uma linha em uma transformada de Fourier em duas dimensões tomada no mesmo ângulo γ .

Para provar a validade deste teorema, é considerado o caso onde a projeção de $f(x, y)$ é paralela ao eixo y . A projeção $p(x, 0)$ está relacionado com a função $f(x, y)$ pela equação 3.17,

$$p(x, 0) = \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) dy. \quad (3.17)$$

Calculando a transformada de Fourier com relação à x em ambos os lados da equação 3.17, obtém-se a equação 3.18,

$$P(u) = \int_{-\infty}^{\infty} p(x, 0) e^{-j2\pi x} dx dy. \quad (3.18)$$

Ao se considerar a transformada de Fourier bidimensional da função $f(x, y)$ calculada para $v = 0$, equação 3.19,

$$F(u, v)|_{v=0} = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) e^{-j2\pi(ux+vy)} dx dy |_{v=0}$$

$$F(u, v)|_{v=0} = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) e^{-j2\pi ux} dx dy. \quad (3.19)$$

Comparando o lado direito das equações 3.18 e 3.19, conclui-se que ambas são iguais. Este resultado estabelece que a transformada de Fourier da projeção a zero grau de um objeto é igual à transformada de Fourier bidimensional com $v = 0$ para o mesmo objeto. Uma vez que o sistema de coordenadas pode ser escolhido arbitrariamente, a conclusão acima é válida para qualquer rotação no sistema de coordenadas.

O teorema da fatia de Fourier fornece todo o suporte matemático para a reconstrução de imagens tomográficas, a função $f(x, y)$ da imagem pode ser recuperada a partir de sua transformada de Fourier $F(u, v)$ se aplicando a transformada inversa de Fourier (equação 3.20),

$$f(x, y) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} F(u, v) e^{j2\pi(ux+vy)} dudv. \quad (3.20)$$

Contudo a sua implementação direta apresenta algumas limitações. Uma vez que o teorema da fatia de Fourier estabelece que a transformada de Fourier de uma projeção é uma linha que atravessa a origem no espaço bidimensional de Fourier, as transformadas das diferentes projeções são escritas na forma de coordenadas polares (figura 3.14). De forma que para se aplicar a transformada de Fourier inversa, as projeções devem ser interpoladas para coordenadas cartesianas, porém a interpolação no domínio de frequência não apresenta as mesmas características que a interpolação no espaço real. Neste, erros produzidos pela interpolação se localizam apenas em pequenas regiões onde o pixel está localizado. No domínio de Fourier, porém, cada ponto representa diversas frequências espaciais (nas direções horizontais e verticais) de forma que um erro local no espaço de Fourier afeta toda imagem após se aplicar a transformada inversa de Fourier.

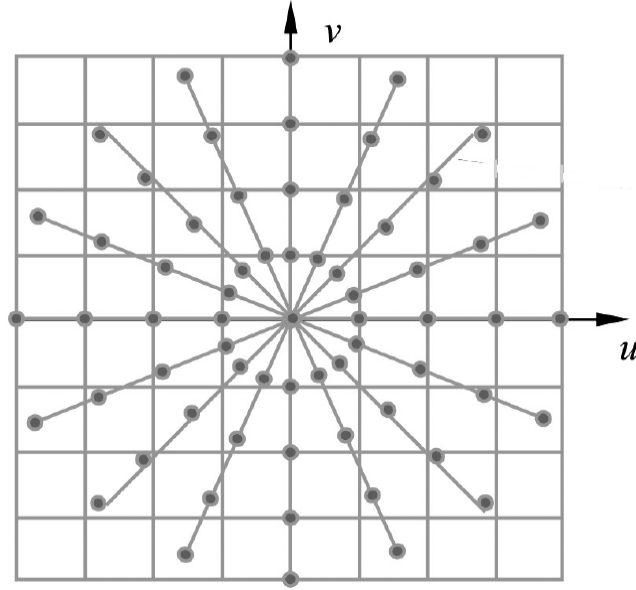


Figura 3. 14: Distribuição das projeções no espaço de Fourier após aplicação da transformada de Fourier bidimensional (HSIEH, 2009).

Para se contornar este e outros problemas da reconstrução por retroprojeção direta, utiliza-se o algoritmo de reconstrução por RPF. Neste algoritmo, o sistema de coordenadas cartesianas (u, v) é mudado para o sistema de coordenadas polares (ω, θ) , a fim de representar $F(u, v)$ de maneira mais adequada a forma como os dados são coletados. As transformações das coordenadas são apresentadas nas equações 3.21-a, 3.21-b e 3.21-c.

$$u = \omega \cos(\theta); \quad (3.21-a)$$

$$v = \omega \sin(\theta); \quad (3.21-b)$$

$$dudv = \omega d\omega d\theta. \quad (3.21-c)$$

Utilizando estas equações, a equação 3.20 pode ser reescrita conforme apresentado na equação 3.22,

$$f(x, y) = \int_0^{2\pi} d\theta \int_0^{\infty} F(\omega \cos \theta, \omega \sin \theta) e^{j2\pi(x \cos \theta + y \sin \theta)} \omega d\omega. \quad (3.22)$$

Utilizando o teorema da fatia de Fourier, $F(\omega \cos \theta, \omega \sin \theta)$ pode ser substituído por $P(\omega, \theta)$, e a equação 3.22 pode ser reescrita como na equação 3.23,

$$\begin{aligned} f(x, y) &= \int_0^{2\pi} d\theta \int_0^{\infty} P(\omega, \theta) e^{j2\pi\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)} \omega d\omega \\ &= \int_0^{\pi} d\theta \int_0^{\infty} P(\omega, \theta) e^{j2\pi\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)} \omega d\omega \\ &+ \int_0^{\pi} d\theta \int_0^{\infty} P(\omega, \theta + \pi) e^{-j2\pi\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)} \omega d\omega. \end{aligned} \quad (3.23)$$

Levando em consideração que na geometria de feixes paralelos, dois feixes antiparalelos representam projeções com o mesmo conjunto de informações. Pode-se escrever a relação apresentada na equação 3.24,

$$P(\omega, \theta + \pi) = P(-\omega, \theta). \quad (3.24)$$

Substituindo esta relação na equação 3.23 e fazendo t como a distância do raio ao centro, pode-se escrever a equação 3.25,

$$f(x, y) = \int_0^\pi d\theta \int_{-\infty}^{\infty} P(\omega, \theta) |\omega| e^{j2\pi\omega t} d\omega, \quad (3.25)$$

Onde $P(\omega, \theta)$ é a transformada de Fourier do ângulo de projeção θ . A integral sobre ω é a transformada inversa de Fourier de $P(\omega, \theta) |\omega|$. No domínio espacial, ela representa a projeção filtrada por uma função cuja resposta no domínio de frequência é $|\omega|$.

Contudo a equação 3.25 na forma que é apresentada (no intervalo de $-\infty$ a ∞) não pode ser diretamente implementada. Para contornar esta limitação, a transformada de Fourier pode ser limitada em um intervalo de frequência $(-\Gamma, \Gamma)$ onde regiões com energia igual a zero não estão contidas. Nestas condições, a função $|\omega|$ deve ser multiplicada pela função $q|\omega|$ que limita $|\omega|$, como evidencia a equação 3.26,

$$H(\omega) = |\omega|q(\omega), \quad (3.26)$$

onde $q(\omega)$ pode ser definido como apresentado na equação 3.27,

$$q(\omega) = \begin{cases} 1, & |\omega| < \Gamma; \\ 0, & |\omega| > \Gamma. \end{cases} \quad (3.27)$$

Ao se impor estes limites, a equação (3.25) pode ser reescrita conforme a equação 3.28.

$$f(x, y) = \int_0^\pi d\theta \int_{-\Gamma}^{\Gamma} P(\omega, \theta) H(\omega) e^{j2\pi\omega t} d\omega, \quad (3.28)$$

Todo formalismo matemático apresentado nesta seção foi capaz de descrever a reconstrução de imagem por RPF na geometria de feixe paralelo. Os algoritmos para reconstrução nas demais geometrias, feixe em leque e feixe cônico, também evoluíram a partir do teorema da fatia de Fourier e da reconstrução por RPF na geometria de feixes paralelos. Os resultados para estas duas geometrias são apresentadas nas equações 3.29 e 3.30, feixe em leque e cônico (através do algoritmo de FDK), respectivamente. O formalismo matemático completo para obtenção destes resultados pode ser encontrado em HSIEH (2009) e BUZUG (2008).

$$f(x, y) = \int_0^{2\pi} L^{-2} d\beta \int_{-\gamma_m}^{\gamma_m} q(\gamma, \beta) h''(\gamma) D \cos(\gamma) d\gamma. \quad (3.29)$$

$$f(x, y, z) = \frac{1}{2} \int_0^{2\pi} \frac{FCD^2}{U^2} \left\{ \left(\varphi_\theta(a, b) \frac{FCD}{\sqrt{FCD^2 + a^2 + b^2}} \right) * g(a) \right\} d\theta. \quad (3.30)$$

3.4. Desempenho de sistemas de microCT

Para se mensurar a acurácia de um sistema de microCT, ou seja, o quanto a medida realizada ou a imagem gerada estão próximas da realidade, pode-se fazer uso de alguns parâmetros que indicam a capacidade do sistema em fornecer resultados confiáveis. Geralmente, ao se investigar o desempenho de um sistema de microCT, são avaliados o tamanho focal do tubo de raios X, o nível de ruído, a resolução espacial e a resolução em densidade do sistema.

3.4.1. Tamanho focal

Uma fonte ideal de raios X seria aquela com tamanho focal pontual, uma vez que qualquer fonte de raios X extensa, por menor que seja seu diâmetro, gera uma penumbra geométrica na imagem de um objeto. O tamanho e a forma do foco contribuem para a determinação da qualidade da imagem resultante, sendo ideal obter o menor tamanho focal possível. A área efetiva do alvo, definida como ponto focal eletrônico, depende da orientação da superfície do anodo, que faz um ângulo com relação ao feixe de elétrons, existindo uma relação entre o tamanho do ponto focal ótico e o seno do ângulo do anodo (MUDRY, 2000), como pode ser observado no esquema da figura 3.15. Dessa forma, uma menor angulação em relação ao feixe é benéfica à qualidade de imagem. Porém, a potência do tubo de raios X limita a diminuição do ângulo, uma vez que feixes de elétrons com maior energia exigem uma área maior para dissipar o calor produzido.

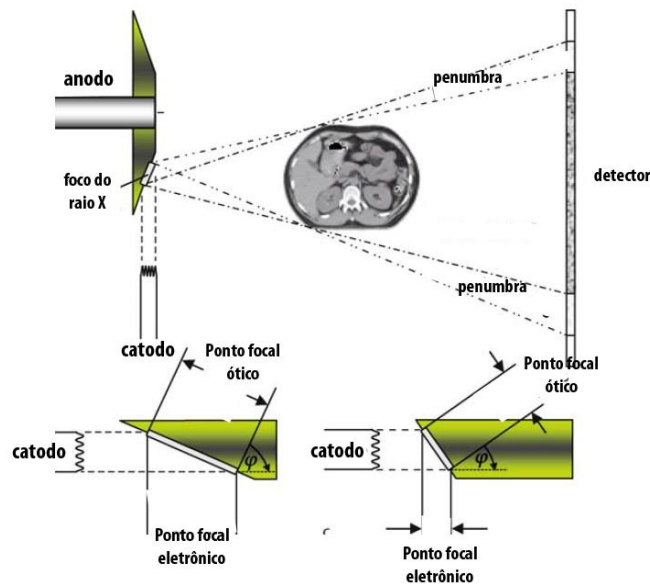


Figura 3. 15: O tamanho focal óptico é definido pela orientação do sentido da superfície do anodo em relação ao feixe de elétrons. Na parte inferior da figura é destacado como o tamanho focal óptico é influenciado pela essa orientação, um maior ponto focal eletrônico maior é a penumbra gerada (BUZUG, 2008).

Para se produzir um pequeno foco de elétrons no anodo, a trajetória desses elétrons deve ser controlada. Para este propósito, um dispositivo (comumente chamado de cilindro *Wehnetlt*) contendo um eletrodo capaz de gerar um campo elétrico, é inserido próximo ao filamento do cátodo, de forma que o feixe de elétrons é direcionado a formar um pequeno foco no anodo (figura 3.16).

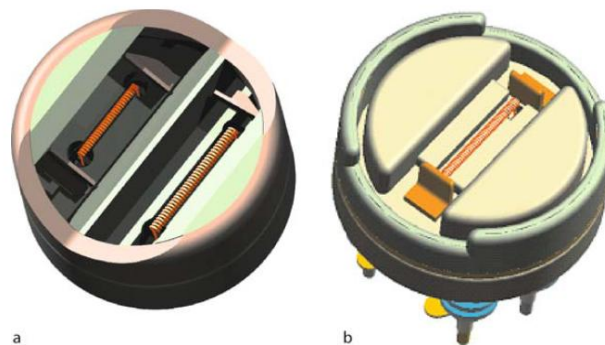


Figura 3. 16: Exemplos de cilindros focalizadores (cilindros *Wehnetlt*): (a) cilindro de filamento duplo; (b) cilindro monofilamento. Ambos são desenvolvidos para produzir focos de 0,5 a 1,5 mm (Fonte: BUZUG, 2008).

3.4.2. Ruído

As imagens adquiridas por sensores de radiação são, em geral, contaminadas por ruídos oriundos de diversas fontes. A seguir serão explicitadas as principais fontes de ruídos que influenciam na qualidade de imagens obtidas a partir de sistemas de microCT.

Ruído devido aos fótons

A natureza estatística da produção de fótons é um dos responsáveis pelo surgimento de ruído da imagem gerada. Se forem feitas duas observações consecutivas

e independentes com mesmo intervalo de tempo, não será contado o mesmo número de fótons nas duas medidas. Esse fenômeno se deve ao fato de que a produção de fótons é governada por leis da física quântica, que permitem apenas a observação de valores médios de uma determinada grandeza. A distribuição de probabilidade para p fótons em um intervalo de tempo T é dada pela distribuição de Poisson, equação 3.31, em que ρ é a taxa de fótons por segundos medida. É importante notar que este tipo de ruído é uma propriedade intrínseca do sistema e ainda que todas as outras fontes de ruído fossem eliminadas as flutuações estatísticas devidas à produção de fótons não permitiriam que o ruído do sistema fosse nulo (YOUNG *et al.*, 1995).

$$P(p|\rho, T) = \frac{(\rho T)^p e^{-\rho T}}{p!}, \quad (3.31)$$

Ruído Térmico

Outra fonte de ruído, de caráter aleatório, é proveniente dos elétrons livres que surgem devido à energia térmica. Esses elétrons produzidos podem ser absorvidos como se fossem fotoelétrons. Uma significativa redução deste ruído é possível ao se refrigerar o sistema de detecção. A distribuição de probabilidade dos elétrons térmicos também segue a forma de uma distribuição de Poisson (YOUNG *et al.*, 1995).

Ruído Eletrônico

O sistema de microCT é sensível a ruídos eletrônicos durante todo o processo, porém ocorre em maior intensidade na leitura do sinal a partir dos sensores. O ruído gerado na leitura é significativo para o desempenho do sistema, porém pode ser reduzido a partir da utilização de taxas apropriadas de leitura de informação pelo sensor e com utilização de sistemas eletrônicos adequados (YOUNG *et al.*, 1995).

Ruído de amplificação

Os estágios de amplificação acoplados aos detectores também são fontes de ruído devido às flutuações aleatórias de corrente elétrica. Os sinais mais influenciados por esse tipo de ruído são em geral aqueles gerados por valores muito baixos de energia, uma vez que esses sinais precisam de uma maior cadeia de pré-amplificadores e amplificadores (CESAREO, 2000).

Ruído de quantização

O chamado ruído de quantização é inerente ao processo de quantização da amplitude na formação da imagem e ocorre durante o processo de conversão do sinal de analógico para digital. Este tipo de ruído é independente da intensidade do sinal quando a quantização ocorre em 16 ou mais níveis (sinais de 4 bits ou valores superiores) e pode

ser considerado desprezível para sistemas de mais de 8 bits (YOUNG *et al.*, 1995).

Relação Sinal-Ruído

Neste contexto, o ruído se trata de qualquer sinal indesejado que pode degradar a qualidade da imagem, sendo uma característica inerente ao sistema de aquisição de imagem de microCT por transmissão de raios X. A forma de se mensurar o quanto a imagem é influenciada pela presença destes sinais indesejados é feita comparando o nível de ruído com a intensidade de sinal através do cálculo da relação sinal-ruído (SNR), como pode ser visualizado na equação 3.32, em que S representa o valor do sinal e σ é o valor do ruído (HASEGAWA, 1991).

$$SNR = \frac{S}{\sigma}. \quad (3.32)$$

Quanto maior o valor desta razão, melhor a qualidade da imagem. Em uma imagem digital, S pode ser considerado como sendo o valor médio do sinal em uma determinada região, enquanto σ é o desvio padrão do sinal nesta mesma região. As equações 3.33-a e 3.33-b e representam o valor do sinal e do ruído em uma imagem digital respectivamente,

$$S = \frac{\sum_{x=1}^m \sum_{y=1}^n s_{i,j}}{m \cdot n} = \bar{s}; \quad (3.33-a)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{x=1}^m \sum_{y=1}^n (s_{i,j} - \bar{s})^2}{m \cdot n}}. \quad (3.33-b)$$

Onde m e n são as representações do número de pixels nas direções x e y da imagem, respectivamente, utilizada para definir a SNR, ao passo que $s_{i,j}$ são os valores de intensidade de sinal no ij -ésimo pixel.

3.4.3. Resolução Espacial

A resolução espacial em microCT pode ser definida como a capacidade de um sistema em distinguir duas estruturas muito próximas (HSIEH, 2009). As propriedades da resolução espacial são comumente descritas pela Função de Transferência de Modulação (MTF). Este parâmetro informa como a modulação do objeto é transferida do objeto para a imagem e pode ser determinada a partir da avaliação das respostas do sistema a padrões periódicos. A forma mais comum de avaliação é a partir das transformadas de Fourier das funções de espalhamento pontual (*point spread function* (PSF)), de espalhamento de borda (*edge spread function* (ESF)) e da função linear de espalhamento (*linear spread function* (LSF)) que são medidas no sistema (SAMEI *et*

al., 1998).

No domínio espacial, a resolução do sistema é caracterizada pela sua PSF, que é a imagem obtida de um ponto infinitesimal, que em 2D, pode ser definida como o produto de dois deltas de Dirac, tal como mostrado na equação 3.34,

$$p(x, y) = \delta(x) \cdot \delta(y). \quad (3.34)$$

Matematicamente, a PSF pode se definida como a equação 3.34, em que S é uma transformação que representa o sistema,

$$PSF(x, y) = S[p(x, y)]. \quad (3.35)$$

A MTF pode ser escrita como a magnitude da transformada de Fourier da PSF, conforme apresentado na equação 3.36,

$$\begin{aligned} STF(u, v) &= F\{PSF(x, y)\} \\ MTF(u, v) &= |STF(u, v)|. \end{aligned} \quad (3.36)$$

Nas equações 3.36, STF é a função de transferência do sistema e (u, v) são as variáveis da frequência espacial conjugadas das variáveis espaciais (x, y) .

Para fins práticos, uma vez que não é possível produzir um objeto infinitesimal perfeitamente, é mais conveniente medir a LSF ou a ESF do sistema para se reduzir as dificuldades técnicas associadas à obtenção da PSF.

A LSF pode ser obtida com uma fenda infinitesimal, ao invés de um ponto. Matematicamente, a fenda (ou linha) é definida como a equação 3.37,

$$l(x) = \delta(x) = \int_{-\infty}^{\infty} \delta(x) \cdot \delta(y) dy = \int_{-\infty}^{\infty} p(x, y) dy. \quad (3.37)$$

Se S é a transformação linear do sistema, pode-se obter a $LSF(x)$ conforme a equação 3.38,

$$LSF(x) = S[l(x)] = \int_{-\infty}^{\infty} S[p(x, y)] dy = \int_{-\infty}^{\infty} PSF(x, y) dy. \quad (3.38)$$

Tomando a transformada de Fourier da LSF, é possível obter a MTF do sistema, conforme equação 3.39,

$$\begin{aligned} MTF &= F\{lsf(x)\} = \int_{-\infty}^{\infty} lsd(x) e^{-2\pi iux} dx \\ MTF &= \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} pxf(x, y) e^{-2\pi iux} dx dy \end{aligned} \quad (3.39)$$

A resolução espacial também pode ser obtida de uma função de resposta a

imagem de uma borda plana. Neste momento, é analisada a imagem de um objeto que transmite radiação em apenas um dos lados da borda. Nestas condições, a transmissão de radiação é definida de acordo com uma função degrau (equação 3.40).

$$\text{degrau}(x, y) = \begin{cases} 1 & \text{se } x \geq 0 \\ 0 & \text{se } x < 0 \end{cases} \quad (3.40)$$

Contudo, a função degrau pode ser reescrita como a integral de um delta de Dirac, e a equação 3.40 pode ser reescrita como uma função unidimensional (HASEGAWA, 1991).

$$\text{degrau}(x, y) = \text{degrau}(x). \quad (3.41)$$

Dessa forma tem-se a equação 3.42,

$$\text{degrau}(x, y) = \int_{-\infty}^x \delta(x') dx' = \int_{-\infty}^x l(x') dx'. \quad (3.42)$$

Considerando S um operador linear, a equação para ESF pode ser escrita como a equação 3.43,

$$ESF(x) = S\{\text{degrau}(x)\} = \int_{-\infty}^x S\{l(x')\} dx' = \int_{-\infty}^x LSF(x') dx'. \quad (3.43)$$

Pela equação anterior, onde a derivada da ESF corresponde a LSF, a MTF do sistema pode ser encontrada pela transformada de Fourier da derivada primeira da ESF, apresentada na equação 3.44,

$$MTF(x) = \frac{d[ESF(x)]}{dx} \quad (3.44)$$

3.4.4. Resolução em densidade

Para se avaliar a qualidade de imagem gerada pelo detector, além da resolução espacial outro importante parâmetro é a resolução em densidade. Este parâmetro define a menor diferença no coeficiente de atenuação de massa que o sistema de microCT é capaz de detectar (CHAOUKI *et. al*, 1997).

Em um detector, se torna difícil distinguir os diferentes coeficientes de atenuação em uma amostra quando a estatística dos fótons fornecida é baixa. Outro fator limitante da resolução em densidade em equipamentos convencionais de microCT é a natureza policromática do tubo de raios X, que dificulta ou impossibilita a segmentação dos diferentes materiais que compõe a amostra (BECKMAN *et. al*, 2008). Neste contexto, a melhoria significativa na qualidade da imagem se dá pelo aumento do tempo de aquisição da imagem, que resulta em maior quantidade de fótons atingindo o detector

durante cada projeção. A diminuição dos efeitos do feixe polienergético pode ser alcançada com aplicação de filtros metálicos entre o tubo de raios X e a amostra. Esses filtros são capazes de absorver os fótons de mais baixa energia, reduzindo o intervalo de energia do feixe (VAN GEET *et al.*, 2001). Além das limitações físicas do sistema, as propriedades das amostras estudadas, tais como suas dimensões, composição e sua densidade, são fatores que influenciam na resolução em densidade de uma imagem.

Embora não exista uma norma para avaliar a resolução densidade, diversos trabalhos publicados avaliam a resolução em densidade a partir das variações de coeficiente de atenuação na amostra (BECKMAN *et al.*, 2008; KEMERINK *et al.*, 1996; KEMERINK *et al.*, 1997; LOPES *et al.*, 2003). Tradicionalmente a resolução em densidade é medida em número de CT, que é utilizado por sua vez para mensurar coeficientes de atenuação. A unidade de medida do número de CT é a unidade de Hounsfield (HU), sendo calculado como apresentado na equação 3.45,

$$\text{número de CT} = \left\{ \frac{(\mu - \mu_a)}{\mu_a} \right\} \cdot 1000. \quad (3.45)$$

Onde μ_a é o coeficiente de atenuação linear da água e μ é o coeficiente de atenuação linear do material avaliado. A partir da equação 3.45, o número de CT da água é zero e o número de CT do ar ($\mu \approx 0$) é de -1000.

3.5. MicroCT-DE

A microCT convencional sofre com algumas limitações, dentre as quais está a capacidade do sistema em caracterizar com precisão objetos compostos de diferentes materiais, quando os mesmos apresentam certas propriedades que, ao interagirem com um feixe de raios X, em determinada energia, apresentam comportamento semelhantes. Para estes casos, contudo, pode-se utilizar a microCT-DE.

A microCT-DE consiste na obtenção de imagens de um mesmo objeto em dois valores de energia diferentes. Mantendo o objeto na mesma posição, é feita a aquisição de imagem com o sistema calibrado em uma baixa energia e posteriormente em uma energia mais alta. Realizando este procedimento, é possível se obter informações sobre as propriedades do objeto a partir das diferentes formas como a radiação interage com a matéria em diferentes energias. Enquanto em baixas energias, a principal forma de interação da radiação com a matéria se dá a partir do efeito Fotoelétrico, em energias mais altas, o espalhamento Compton é predominante (SIDDIQUI e KHAMEES, 2004).

O coeficiente de atenuação linear total de um feixe é dado pela soma de cada

uma das contribuições de interação da radiação com a matéria. Este fato é representado matematicamente pela equação 3.46,

$$\mu_t = \mu_f + \mu_c. \quad (3.46)$$

Onde μ_t corresponde ao coeficiente de atenuação total, μ_f corresponde à contribuição do efeito fotoelétrico e μ_c ao espalhamento Compton (CESAREO, 2000).

Como já visto anteriormente, os valores de coeficiente de atenuação são dependentes principalmente da densidade, número atômico efetivo e energia do feixe de raios X, de forma que se pode escrever uma equação para o coeficiente de atenuação linear como apresentado na equação 3.47,

$$\begin{aligned} \mu_E &= \rho \cdot a_E + \rho \cdot Z_e^{3,8} \cdot b_E \\ \mu_{mE} &= \frac{\mu_E}{\rho} = a(E) + Z_e^{3,8} \cdot b(E). \end{aligned} \quad (3.47)$$

Onde ρ é a densidade, Z_e é o número atômico efetivo, E a energia do feixe de raios X, μ_m é o coeficiente de atenuação de massa e os coeficientes a e b são coeficientes dependentes da energia. O primeiro termo do lado direito corresponde à contribuição do espalhamento Compton e o segundo termo corresponde ao efeito Fotoelétrico. Para elementos compostos, o número Z_e pode ser escrito como na equação 3.48,

$$Z_e = \left(\sum f_i Z_i^{3,8} \right)^{1/3,8}. \quad (3.48)$$

Onde f_i é a fração do número total de elétrons contribuídos pelo elemento i com número atômico Z_i (VAN GEET, 2000).

Desta forma, a partir da medida do coeficiente de atenuação de feixes de raios X em duas energias efetivas diferentes atravessando o mesmo material é possível escrever um sistema de duas equações, com uma equação para energias mais baixas e outra para energias mais altas, conforme apresentado nas equações 3.49-a e 3.49-b,

$$\mu_{mE_1} = a_{E_1} + Z_e^{3,8} \cdot b_{E_1}; \quad (3.49-a)$$

$$\mu_{mE_2} = a_{E_2} + Z_e^{3,8} \cdot b_{E_2}, \quad (3.49-b)$$

onde os índices E_1 e E_2 correspondem a baixas e altas energias, respectivamente.

A partir das equações 3.49-a e 3.49-b é possível se escrever uma equação para a densidade (ρ) e para o número atômico efetivo (Z_e), sendo possível, então, extrair informações de densidade e número atômico de um objeto sem, a princípio, conhecer sua estrutura. Contudo, é necessário obter os coeficientes de energia a_{E_1} , a_{E_2} , b_{E_1} e b_{E_2} , conforme apresentado nas equações 3.50 e 3.51,

$$\rho = \frac{b_{E_2} \cdot \mu_{E_1} - b_{E_1} \cdot \mu_{E_2}}{b_{E_2} \cdot a_{E_1} - b_{E_1} \cdot a_{E_2}}; \quad (3.50)$$

$$Z_e = \sqrt[3,8]{\frac{a_{E_1} \cdot \mu_{E_2} - a_{E_2} \cdot \mu_{E_1}}{b_{E_1} \cdot \mu_{E_2} - b_{E_1} \cdot \mu_{E_2}}}. \quad (3.51)$$

Para feixes de raios X monocromáticos, os coeficientes de energia podem ser calculados. No caso de feixes policromáticos, se o espectro de raios X é completamente conhecido também é possível calculá-los. Porém em muitos casos, os sistemas de microCT comerciais não permitem acessar o espectro da fonte de raios X. Nestas situações, o artifício a ser aplicado para se obter os coeficientes é através da aquisição de imagens de objetos homogêneos de características conhecidas, ou seja, densidade e número atômico efetivo definido. Uma vez que se obtêm os valores de coeficiente de atenuação linear desses objetos de referência, pode-se plotar e analisar curva do coeficiente de atenuação de massa em função de $Z_e^{3,8}$ para se obter informações dos coeficientes de energia.

Ao se realizar as aquisições de imagem em microCT-DE, e posteriormente suas reconstruções, alguns cuidados devem ser realizados. A primeira é garantir que cada projeção adquirida nas duas energias seja realizada na mesma posição. Segundo, quanto ao processo de reconstrução, é necessário que os dois conjuntos de dados, que representam as imagens obtidas nas diferentes energias, correspondam à mesma região da amostra. Todo este rigor é exigido tanto na aquisição quanto na reconstrução, pois as imagens em função desses novos parâmetros físicos são obtidas pixel a pixel com base nas imagens originais, como é sugerido pelas equações 3.50 e 3.51.

4. Materiais e Métodos

Neste capítulo serão descritas as metodologias utilizadas na caracterização de dois sistemas de microCT e no desenvolvimento para obtenção de imagem em DE, para um dos sistemas. Os sistemas utilizados são considerados comerciais, sendo um de bancada, com dimensões físicas limitadas, e outro de maiores proporções, com mais versatilidade de utilização. No momento do levantamento dos dados, ambos se encontravam no Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) do Programa de Engenharia Nuclear (PEN) do Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia (COPPE) da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). Os dados aqui presentes foram adquiridos no período de Janeiro a Dezembro de 2014.

4.1 Descrição dos Sistemas de microCT

Os sistemas de microCT foram nomeados de sistemas A e B. O sistema A é um equipamento de microCT considerado de bancada (1070mm de largura, 720mm de profundidade, 625mm de altura e 270Kg), Brucker/Skyscan modelo 1173, apresentando fonte de raios X selada, alvo de tungstênio e detector plano (figura 4.1).

Este sistema permite inspecionar objetos com até 140mm de diâmetro e 200mm de altura. Seu sistema de manipulação é realizado por uma mesa com estágio micrométrico, possuindo quatro graus de liberdade. Além dos 03 movimentos básicos x, y e z, ou seja, movimento horizontal, lateral e vertical, a mesa também faz o movimento de rotação ao longo do seu eixo z. Com o movimento horizontal da mesa e, conseqüentemente do objeto investigado, o tamanho do pixel é modificado, pois o fator magnificação m (que será discutido na próxima seção), é introduzido interferindo diretamente na qualidade da imagem formada.

O tubo de raios X com filamento de Tungstênio (W, $Z=74$) produzido pela Hamamatsu, modelo L9181, opera efetivamente entre as tensões de 40kV e 130kV com 200 μ A de corrente máxima, podendo alcançar uma potência máxima de 8W e tamanho focal máximo de 5 μ m (HAMAMATSU PHOTONICS, 2012a).

O sistema de detecção é composto por um sensor do tipo *Flat-Panel* (Hamamatsu, C7942SK-05). Ele é um detector digital de geometria plana com tamanho de pixel isotrópico de 50 μ m, ou seja, 50 x 50 μ m², operando com uma matriz de pixels máxima de 2240 x 2240. Seu material cintilador é o oxissulfeto de gadolínio (GSO)

sendo responsável por converter fótons de alta energia em fótons de luz e, em seguida, seu registro é realizado por uma matriz de fotodiodos formando então os sinais elétricos e posteriormente os sinais digitais. Com 12 bits, sua resolução espacial é de até 8 pares de linha por milímetro (HAMAMMATSU PHOTONICS, 2012b).



Figura 4. 1: Descrição do sistema A: (a) Microtomógrafo Skyscan 1173 (a); As imagens do tubo de raio X e do detector são apresentadas, respectivamente, nas figuras (b) e (c). Ambos produzidos pelo fabricante Hamammatsu (Iwata, Japão).

O sistema B corresponde ao equipamento de microCT modelo V-tomex-m (General Electric-GE), apresentado na figura 4.2. Este sistema é considerado de grande porte (2620mm de comprimento, 2100mm de altura e 1600mm de largura, e peso total de aproximadamente 7600kg) possuindo duas fontes de raios X: Um tubo direcional aberto microfocado e um tubo de transmissão considerado nanofoco (com tamanho focal inferior a $1\mu\text{m}$ (GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGIES, 2009)) de baixa potência. Neste sistema, amostras de até 20kg com 320mm de diâmetro e 600mm de altura podem ser manipuladas por uma mesa pneumática que também conta com quatro graus de liberdade e é operada por um painel de controle acoplado ao sistema (em destaque na figura 4.2-a).

O tubo de raios X microfoco XS|300d (GE/ Phoenix|X-ray) opera entre as tensões de 10kV a 300kV e corrente entre $5\mu\text{A}$ a $3000\mu\text{A}$, de forma que nessas condições o sistema alcança detectabilidade de $1\mu\text{m}$. O tubo de raios X nanofoco XS|180 hpnf ((GE/ Phoenix|X-ray) opera com tensões no intervalo de 10kV a 180kV e $5\mu\text{A}$ a $880\mu\text{A}$, podendo alcançar detectabilidade de até 200nm (GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGY, 2010a). O tubo nanofoco possui janela de diamante em substituição a de Berílio (Be, $Z=4$), característica do tubo anterior, o que permite que o sistema opere em energias mais altas sem aumentar drasticamente o tamanho focal do tubo (GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGY, 2010b).

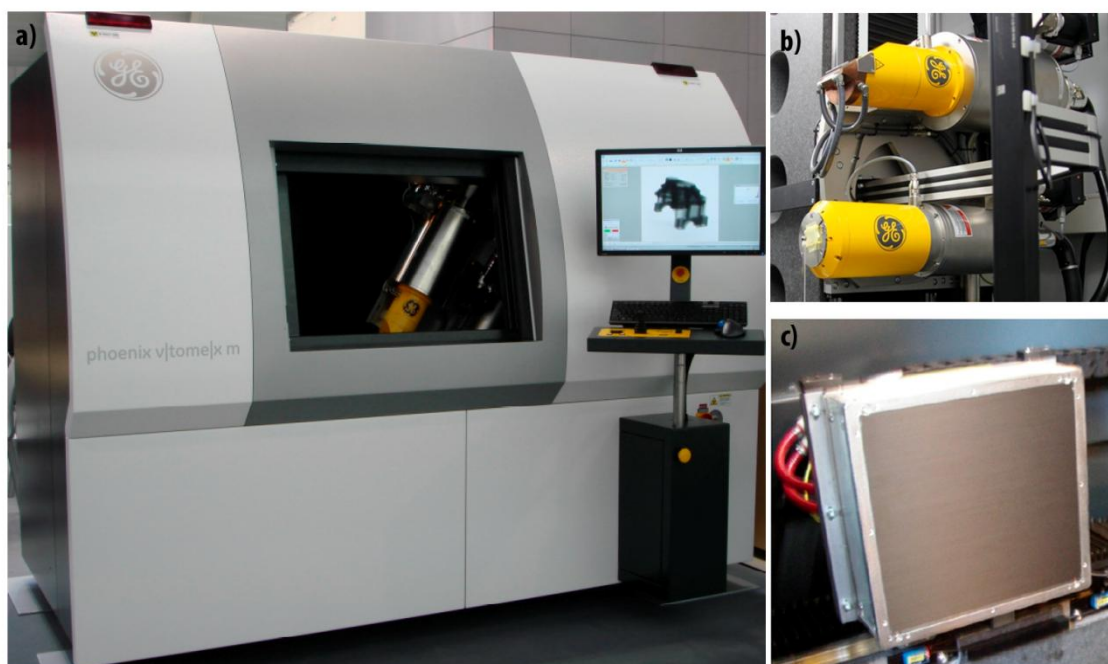


Figura 4. 2: Apresentação do sistema B: (a) Microtomógrafo V|tome|x m, à direita, o painel de controle para manipulação do corpo de prova e o monitor de vídeo. (b) Imagem da disposição dos dois tubos de raio X similares ao utilizados no sistema B, na parte superior o tubo microfoco e abaixo o tubo nanofoco. (c) Imagem do detector Flat Panel no interior do equipamento (Fonte: GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGY, 2010 a).

Para obtenção de imagem, o sistema possui um detector do tipo *Flat-Panel* DXR (GE) (figura 4.2-c) com matriz de 1012 x 1012 pixels com 20 μ m de tamanho de pixel, podendo ser virtualmente convertido em uma matriz de 2024 x 2024 pixels e capacidade de produzir até 30 quadros por segundo (GENERAL ELETRICS MEASUREMENT & CONTROL, 2014).

4.2 Parâmetros físicos de Qualidade de Imagem

Conhecer as características de um sistema de microCT permite utilizá-lo de maneira adequada para um determinado propósito, de forma a obter resultados refinados e confiáveis, uma vez que são previamente conhecidas as melhores condições de operação para a inspeção de um determinado objeto. Nesse contexto, a seguir, serão descritas as metodologias de obtenção de certos parâmetros físicos que influenciam a qualidade da imagem de microCT, tais como tamanho do foco do tubo de raios X, as resoluções espacial e em densidade, bem como a avaliação do ruído.

4.2.1 Determinação do tamanho focal

O tamanho focal do tubo de raios X de um sistema de microCT convencional tem um papel importante na limitação da resolução espacial do arranjo. Quanto menor o tamanho do foco, menor será a penumbra geométrica gerada, o que permite a obtenção

de projeções mais acuradas. Para reduzir os efeitos da penumbra geométrica, os equipamentos de microCT denominados comerciais são desenvolvidos com tamanhos de focos em dimensões da ordem de micrômetros ou ainda algumas centenas de nanômetros (LANDIS & KEAVE, 2010).

Neste trabalho, a obtenção do tamanho do foco foi realizada através do método da desfocagem geométrica com base nas normas EN 12543-5 (BRITISH STANDARD, 1999) e E2903-13 (ASTM INTERNATIONAL, 2013). O sistema de microCT foi ajustado variando-se a corrente e a tensão de operação para se obter diferentes valores de potência, conforme apresentado na tabela 4.1, para o sistema A, e tabela 4.2, para o sistema B. As imagens digitais foram obtidas com auxílio de um corpo de prova constituído de uma esfera de Tungstênio ($\phi=1,0\pm 0,1\text{mm}$) e, para cada valor de potência, uma média de 10 quadros por radiografia foi adquirida. A esfera foi posicionada o mais perto possível da fonte de raios X, de forma a se obter a magnificação máxima (menor penumbra geométrica). A utilização de uma esfera como corpo de prova permite que o tamanho focal seja medido em mais de uma direção com apenas uma tomada de imagem, uma vantagem sobre métodos que utilizam outros corpos de provas tais como arame ou outras estruturas planas (MADSEN, 1989).

A Figura 4.3-a ilustra o esquema da metodologia utilizada neste cálculo. Nota-se que o tamanho de foco é medido através da magnificação (m) e da penumbra geométrica U que, por sua vez é formada devido à natureza do foco não ser pontual. Verifica-se também que a é a distância da fonte ao objeto e b é a distância do objeto ao detector. Observando a geometria do sistema detector, objeto e fonte as relações de m e tamanho focal F podem ser escritas como visualizadas nas equações 4.1 e 4.2,

$$m = \frac{(a + b)}{a}; \quad (4.1)$$

$$F = \frac{U}{(m - 1)}. \quad (4.2)$$

Para se determinar a dimensão da penumbra, traçou-se um perfil sobre a borda da imagem radiográfica da esfera (com o auxílio do programa Isee v. 10.2 (BAM) (figura 4.3-b). Observando os valores inferiores e superiores das curvas, foi possível fazer a estimativa, no eixo das abscissas, da curva a 25% e a 75% do máximo nível de cinza da imagem. Dessa forma se considerou como a largura da penumbra o dobro da diferença entre esses dois referidos pontos.

Tabela 4. 1: Parâmetros utilizados para obtenção da curva de tamanho focal do Sistema A.

| Potência (W) | Tensão (kV) | Corrente (μ A) |
|--------------|-------------|---------------------|
| 1 | 80 | 13 |
| 2 | 80 | 25 |
| 3 | 80 | 38 |
| 4 | 80 | 50 |
| 5 | 130 | 38 |
| 6 | 130 | 46 |
| 7 | 130 | 54 |
| 8 | 130 | 61 |

Tabela 4. 2: Parâmetros utilizados para obtenção da curva de tamanho focal do tubo de raios X microfoco no Sistema B.

| Potência (W) | Tensão (kV) | Corrente (μ A) |
|--------------|-------------|---------------------|
| 5 | 100 | 50 |
| 10 | 100 | 100 |
| 15 | 100 | 150 |
| 20 | 100 | 200 |
| 25 | 100 | 250 |
| 30 | 100 | 300 |
| 35 | 100 | 350 |
| 40 | 200 | 50 |
| 45 | 200 | 100 |
| 50 | 200 | 150 |
| 55 | 200 | 200 |
| 60 | 200 | 250 |
| 65 | 200 | 300 |
| 70 | 200 | 350 |

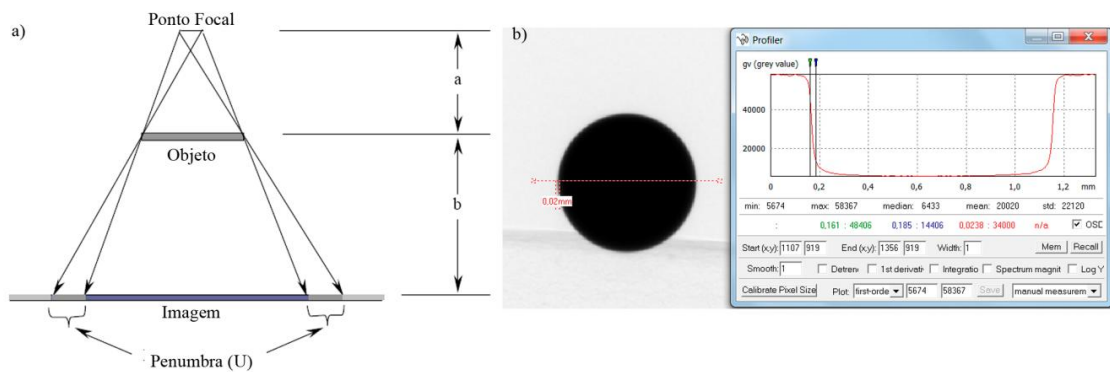


Figura 4. 3: (a) Diagrama esquemático da formação da penumbra geométrica. (b) Visualização de perfil de densidade obtido pelo programa Isee v.10.2 (BAM).

4.2.2. Determinação do nível de ruído

O ruído de um sinal pode ser definido como as variações aleatórias em seu valor devido as mais diversas razões, conforme discutidas no capítulo de fundamentação teórica. Neste estudo, as investigações de SNR foram feitas em dez regiões com área igual a 20x55 pixels conforme sugerido pela norma EN 14784-1 (EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, 2005) com auxílio do programa Isee v.1.10.2 (BAM), como pode ser visualizado na figura 4.4. Este parâmetro foi avaliado com auxílio de projeções radiográficas sob a variação de três quesitos: o número de quadros para cada projeção, a tensão da fonte de raios X e a matriz de pixel do detector.

O número de quadros foi variado em um intervalo de 01 a 40, de forma que todos os outros parâmetros experimentais se mantivessem constantes durante toda essa primeira avaliação de SNR. Em um segundo momento, ou seja, com outra configuração experimental de avaliação de SNR, foram adquiridas projeções com 10 quadros com o sistema de microCT operando no intervalo de potência de 4W - 8W, espaçados igualmente de 1W, mantendo-se a corrente sempre em 100 μ A. Finalmente, a terceira abordagem de avaliação de SNR foi realizada com fundamentação nas diferentes matrizes de pixels do detector de radiação. Para tal, projeções radiográficas com 10 quadros e o sistema configurado a 6W foram utilizadas.

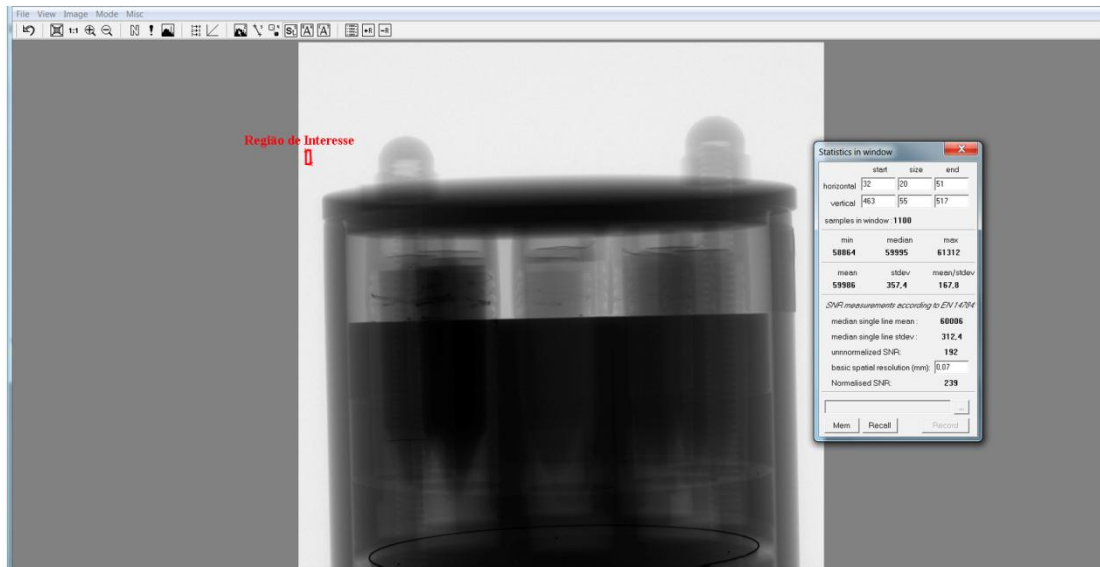


Figura 4. 4: Projeção radiográfica visualizada com o programa ISee 10.2. Na janela a direita se tem o cálculo da relação Sinal-Ruído na região tracejada em vermelho no canto superior esquerdo, uma região de 20x55 pixels.

4.2.3. Determinação da Resolução Espacial

Para obtenção da resolução espacial dos sistemas de microCT foi utilizado o método de borda inclinada (do inglês, *Slanted edge method*) (JUDY, 1976), que consiste em avaliar a (MTF). Explicitando, a MTF foi calculada traçando um perfil de densidade na borda de uma imagem radiográfica de um objeto plano centralizado no topo do sensor de radiação com obtenção da primeira derivada do espectro de magnitude de Fourier deste perfil (EN14784-1, 2005). A relação entre MTF e a resolução espacial utilizada pode ser visualizada na equação 4.3, em que RE é a resolução espacial obtida e $MTF_{20\%}$ é o valor da função de transferência de modulação que corresponde a 20% do valor máximo de níveis de cinza da linha de perfil de densidade traçada (figura 4.5).

$$RE = \frac{1}{2 \cdot MTF_{20\%}} \quad (4.3)$$

No presente trabalho, uma placa de Tungstênio quadrada de bordas finas, $51,1 \pm 0,1$ mm de lado e $2,0 \pm 0,1$ mm de espessura, inclinada a um ângulo de $5,0 \pm 0,5^\circ$ foi radiografada e as imagens geradas foram analisadas no programa Isee v.1.10.2 (BAM). Para se extrair o máximo de informações sobre a resolução espacial do sistema, foram feitas avaliações nas 03 matrizes de pixel disponíveis no sistema A: 560 x 560 pixels, 1120 x 1120 pixels e 2240 x 2240 pixels. No sistema B, foram avaliadas as duas matrizes de pixel disponíveis: 1012 x 1012 pixels e 2024 x 2024 pixels.

Em cada uma das matrizes, foram calculados os valores de RE quando diferentes

valores de tamanho de pixel são empregados na aquisição das imagens de microCT. Todas as projeções foram obtidas com os sistemas calibrados com o mesmo valor de tensão e corrente elétrica. Essa condição teve como objetivo obter um fluxo contínuo de fótons de igual energia em todas as imagens para minimizar as diferenças na qualidade da imagem gerada por ruídos devido à natureza estatística do feixe de fótons e pelas flutuações aleatórias geradas pelo processo de atenuação da radiação com o material da placa (HASEGAWA, 1991). Ainda, as projeções foram geradas com 20 quadros por projeção, ou seja, cada projeção foi obtida através da média de 20 aquisições na mesma posição, o que permite uma redução no ruído da imagem através do aumento da estatística de contagem (VAN GEET *et al.*, 2000).

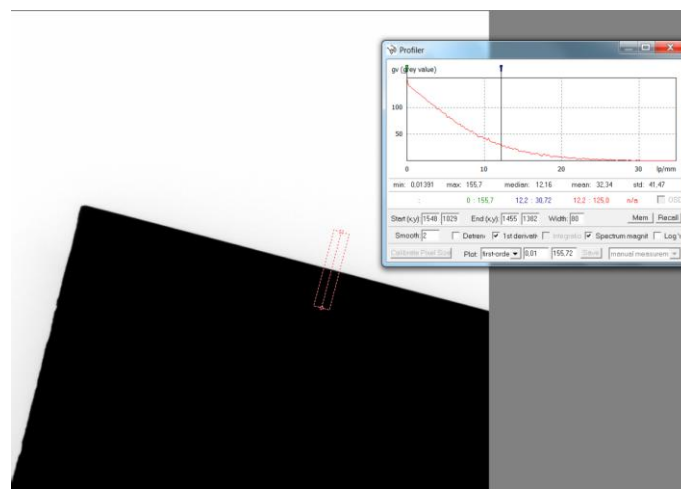


Figura 4. 5: Projeção da placa de tungstênio com perfil traçado na borda. Na janela do programa Isee é possível calcular diretamente a derivada primeira do espectro de magnificação e medir o valor de MTF em 20% do valor máximo do nível de cinza. O valor de MTF é dado em pares de linhas por milímetro.

4.2.4. Determinação da resolução em densidade

Para avaliar a capacidade do sistema em distinguir pequenas variações de densidade, ou seja, pequenas diferenças entre os coeficientes de atenuação, foi usado o *phantom* mCTP 610. Esse *phantom* foi desenvolvido para caracterizar atributos de imagem de modo a assegurar a qualidade de sistemas de microCT (DU *et al.*, 2007). O *phantom* consiste de seis camadas (pratos) fechadas em uma estrutura cilíndrica de policarbonato de 84mm de comprimento e 70mm de diâmetro (figura 4.6-a). O *phantom* contém, em uma de suas camadas, seis frascos contendo soluções de Iodo ($I-53$) em diferentes concentrações (0,9375; 1,875; 3,75; 7,5; 15 e 30 $mg.ml^{-1}$) além de um cilindro contendo água e outro contendo ar (SHELLEY MEDICAL IMAGING TECHNOLOGIES, 2008), como pode ser visualizado na figura 4.6-b.

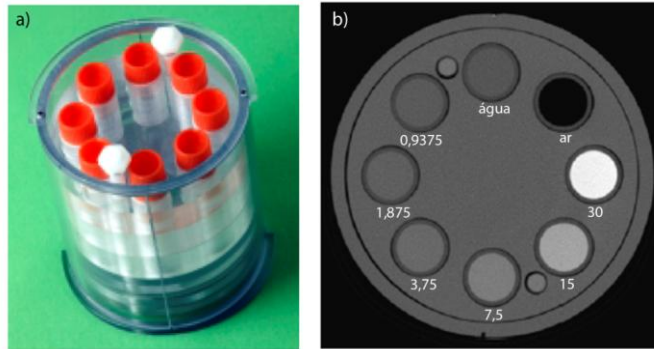


Figura 4. 6: a) phantom modelo MCTP 610 do fabricante Shelley Medical Imaging Technologies; b) Corte transaxial do phantom MCTP 610, em destaque os frascos contendo diferentes concentrações de iodo (0,9375, 1,875, 3,75, 7,5, 15 e 30 mgml^{-1}), água e ar. (Fonte: SHELLEY MEDICAL IMAGING TECHNOLOGIES, 2008).

Os frascos com diferentes concentrações de Iodo são úteis para avaliar a resolução em densidade do sistema (LOPES *et al.*, 2003), tendo sido realizados escaneamentos do *phantom* em diferentes condições experimentais em ambos os sistemas.

Cada um dos sistemas utilizados possui software de reconstrução próprio. As reconstruções das imagens do sistema A foram executadas no programa computacional NRecon (v. 1.6.9.4)/InstaRecon (1.3.9.2) enquanto as imagens obtidas a partir do sistema B foram reconstruídas com o *datos|x reconstruction* (GE, Sensing & Inspection technology). Em ambos os programas de reconstrução é possível fazer uma série de ajustes que permitem corrigir ou amenizar os principais artefatos de imagem gerados devido ao processo de aquisição, tais como o endurecimento de feixe e artefatos em anel.

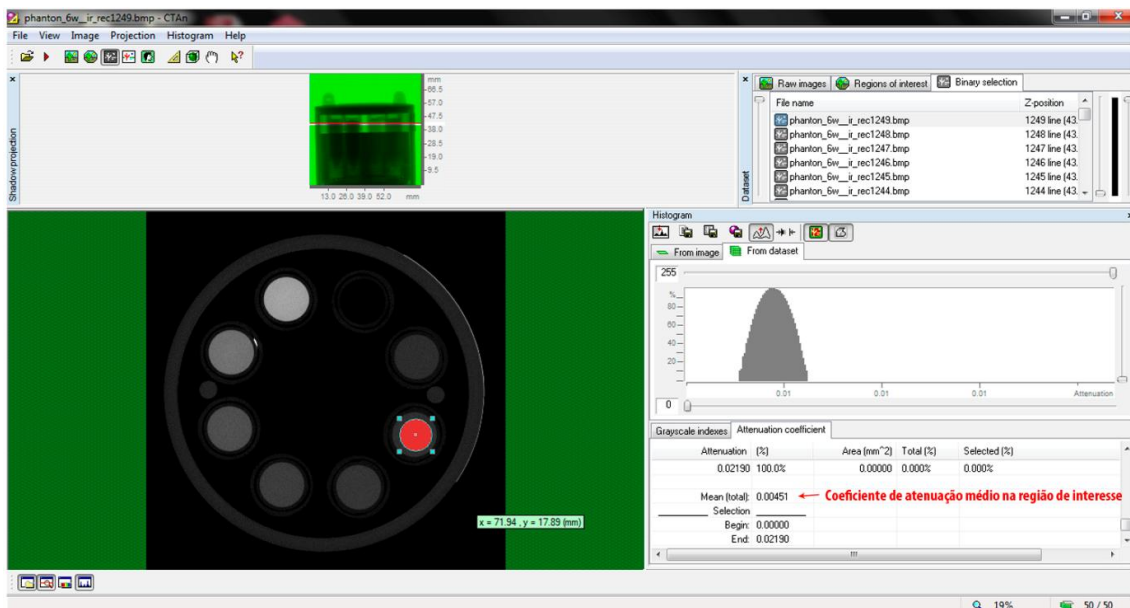


Figura 4. 7: Cálculo coeficiente de atenuação linear nos frascos de solução de Iodo com o programa CTAnalyser (v.1.14.4.1, Skyscan/Brucker). Em destaque na figura, a região de interesse (um cilindro de aproximadamente 7,2 cm) e o valor do coeficiente de atenuação médio em seu interior.

A metodologia para avaliação da resolução em densidade consistiu na escolha de 50 (cinquenta) seções transversais consecutivas reconstruída em cada um dos frascos com diferentes concentrações de Iodo e, com auxílio do CTAnalyser (v.1.14.4.1, Skyscan/Brucker), calculou o coeficiente de atenuação linear no interior de um volume de interesse (VOI) cilíndrico ($\varphi=7,2\text{mm}$). A razão do número de seções escolhido foi aumentar a estatística de análise, não existindo nenhuma norma que indique o valor exato deste número. Uma noção do procedimento pode ser vista figura 4.7. Dessa forma, foi possível comparar o desempenho do sistema de microCT sob diferentes condições de operação, a saber.

- i) **Efeito da energia do feixe da radiação na resolução em densidade:** foram realizados ensaios de microCT dos frascos com as diferentes concentrações de Iodo em três valores diferentes de tensão de aceleração em cada um dos dois sistemas e mantendo a corrente constante para que o fluxo de elétrons se mantivesse invariável ao ser registrado pelo sensor de radiação.
- ii) **Efeito da resolução espacial na resolução em densidade:** imagens de microCT com diferentes valores de tamanhos de pixel foram adquiridas. Nesse caso foi utilizada uma combinação de tensão e corrente constante em ambos os sistemas.

4.3. MicroCT-DE

Nesta seção é apresentada a metodologia desenvolvida utilizando a microCT-DE para caracterização de materiais cuja constituição é indistinguível por técnicas convencionais de microCT, ainda que o sistema esteja calibrado para operar em condição ótima.

4.3.1. Obtenção dos parâmetros físicos

O primeiro passo no desenvolvimento da metodologia de microCT-DE foi a obtenção dos coeficientes de energia a_{E_1} , a_{E_2} , b_{E_1} , b_{E_2} , necessários para resolver as equações 3.50 e 3.51. Conforme discutido na seção 3.5, a forma de se obter estes coeficientes é através de um conjunto de amostras homogêneas previamente conhecidas. O segundo passo é, a partir dos resultados dos coeficientes de energia, avaliar a curva do coeficiente de atenuação de massa em função do número atômico efetivo elevado a potência de 3,8. Para o sistema A de microCT, foi definido como valor de energia mais

baixa E_1 igual a 80kV e o valor de energia mais alta E_2 igual a 130kV. Para obtenção dos coeficientes de energia, primeiramente foi selecionado um conjunto de amostras certificadas de minerais padrões (SPI Supplies[®], apresentados na figura 4.8), cuja densidade e número atômico efetivos são conhecidos e apresentados na tabela 4.3. Para se obter os valores de coeficiente de atenuação, as amostras selecionadas foram analisadas através das imagens de microCT reconstruídas no plano transversal (x,y) sendo extraído os valores de coeficiente de atenuação experimental. Finalmente, avaliando os valores de coeficiente de atenuação de massa em função dos valores de energia efetiva para as duas tensões de aceleração utilizadas, foram obtidas as curvas de calibração de onde se extrai os coeficientes de energia. Os minerais padrões utilizados foram Calcita, Fluorapatita, Hematita, Ortoclase e Quartzo. Esse conjunto de materiais cobre um intervalo de número atômico efetivo de aproximadamente $Z=12$ a $Z=24$ e densidade de $2,56 \text{ g/cm}^3$ a $5,30 \text{ g/cm}^3$, conforme apresentado na tabela 4.3, que abrange grande parte dos intervalos de densidade e número atômico dos materiais que compõem as amostras de rochas a que esse estudo é dedicado, como será discutido posteriormente.

Tabela 4. 3: Valores de densidade e número atômico efetivo das amostras de minerais padrões.

| Mineral | Composição | Densidade (g/cm^3) | Nº atômico efetivo |
|--------------|--------------------------------------|-------------------------------|--------------------|
| Calcita | CaCO_3 | 2,72 | 15,88 |
| Fluorapatita | $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ | 3,12 | 19,89 |
| Hematita | Fe_2O_3 | 5,30 | 23,70 |
| Ortoclase | KAlSi_2O_8 | 2,56 | 14,50 |
| Quartzo | SiO_2 | 2,65 | 11,85 |

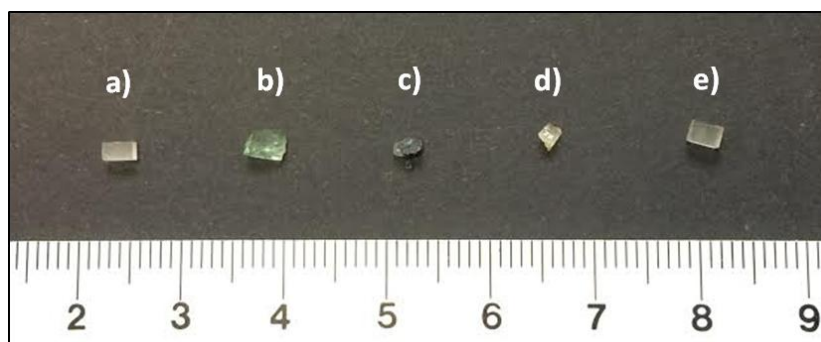


Figura 4. 8: Amostras utilizadas na calibração do sistema de microCT: (a) Calcita; (b) Flurapatita; (c) Hematita; (d) Ortoclase; (e) Quartzo.

4.3.2. Apresentação das imagens

Baseado nas equações de microCT-DE apresentadas no Capítulo 3 (equações

3.50 e 3.51) bem como no cálculo dos coeficientes de energia e das imagens de baixa e alta energias, foi desenvolvida uma rotina computacional capaz de apresentar as imagens de microCT, a princípio de materiais de qualquer natureza, em função da densidade das amostras.

Para o propósito descrito acima, o programa Matlab 2009a foi adotado para a tarefa de se criar uma rotina computacional que execute a tarefa de processar as imagens em DE e gerar um novo conjunto de imagens em função de densidade. O Matlab é um sistema interativo em que os elementos de dados básicos são arranjos numéricos, de forma que esta característica permite a formulação de soluções de muitos problemas computacionais, em especial aqueles que envolvem matriz, como é o caso de imagens de microCT (GONZALEZ *et al.*, 2009). Uma vez que imagens digitais podem ser descritas como matrizes, o Matlab se torna uma ferramenta adequada para a construção de um código para processamento de imagens. Na figura 4.9 estão apresentados esquematicamente os principais passos operacionais executados pela rotina computacional desenvolvida, em que as etapas são as seguintes:

- **Leitura das imagens:** O primeiro passo deste *script* é fazer a leitura e armazenar as informações, ou seja, o valor de tom de cinza de cada pixel das imagens (cada região da amostra de microCT) nas duas diferentes energias e alocando-as devidamente.
- **Checagem das dimensões dos conjuntos de imagens:** Uma vez que as operações exemplificadas pelas equações descritas nas equações de DE são realizadas pixel por pixel, é condição necessária que o conjunto de imagens adquiridas nas diferentes energias tenham a mesma quantidade de pixels e número de imagens.
- **Conversão das imagens:** Originalmente, as imagens estão descritas em tons de cinza. Contudo, as operações matemáticas realizadas para se obter as imagens em função de densidade e número atômico efetivo se baseiam no coeficiente de atenuação. Portanto, é necessário que a conversão das imagens seja realizada para atender esta imposição. A conversão é possível calibrando o sistema de microCT com informações de coeficiente de atenuação disponibilizado pelo programa de reconstrução utilizado.
- **Cálculo dos valores de densidade e número atômico:** A partir dos valores de coeficiente de atenuação de cada pixel, e com o sistema devidamente calibrado com os valores de coeficientes de energia, os valores de densidade são calculados.
- **Criação das novas imagens:** Finalmente, é gerado e armazenado um novo conjunto de imagens, que é a descrição em função da densidade.

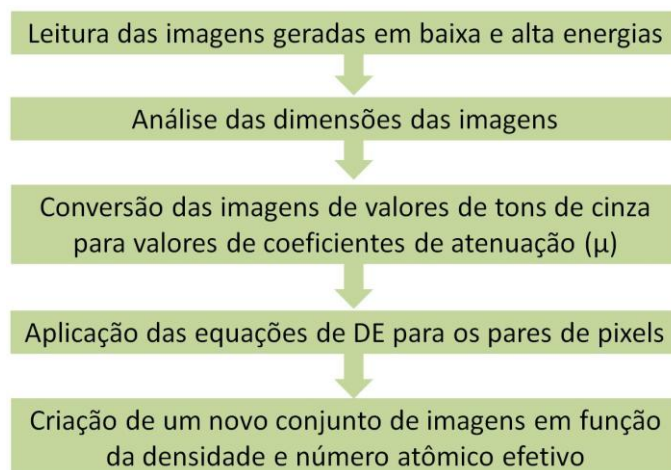


Figura 4. 9: Diagrama esquemático de operação do Script para obtenção de imagens em função da densidade e em função do número atômico.

4.3.3. Determinação do espaço poroso

Para se fazer análise quantitativa do espaço poroso das amostras foi utilizado o software de processamento de imagem Avizo Fire versão 7.1 (VSG). Este software é desenvolvido com objetivo de processar grande quantidade de informações sob a forma de conjunto de dados de imagens tridimensionais voltadas para ciência dos materiais, aplicações de engenharia e geociências.

Nas imagens processadas, o primeiro passo foi aplicação de filtros de realce de borda, que tem como objetivo salientar as variações de densidade na imagem, aumentando a nitidez da mesma. Ao se evidenciar os poros a partir da filtragem, a imagem se torna mais adequada para a etapa de segmentação.

A segmentação subdivide a imagem em regiões que a compõe, onde o número de subdivisões depende do problema a ser resolvido. No caso do estudo do espaço poroso, apenas uma região, a que compreende os espaços vazios, é de interesse.

Para segmentar a imagem foi utilizado o método de *watershed* (bacias hidrográfica). Este método consiste na visualização da imagem em três dimensões: duas coordenadas espaciais e uma terceira que corresponde à intensidade (GONZALEZ e WOODS, 2010). A relação com a topografia permite considerar que os pixels de tons de cinza mais claro correspondem a elevações físicas. Dessa forma, essas regiões aparecem como picos de montanhas e se duas estruturas se tocam, ou se sobrepõem, observa-se dois picos. Como a inclinação da montanha é constante, quanto maior essas regiões, mais alto são os picos. Nesse contexto, em um processo de erosão, o último ponto a ser erodido o correspondente ao pico e as bordas entre essas montanhas são as linhas de fronteiras selecionadas pelo método de segmentação, que é por onde a água corre ao

descer dos picos, e por isso denominadas linhas de *watershed* (RUSS, 2007).

Na prática, o método de *watershed* utilizado consiste em um processo de segmentação semi-automático, onde o operador define como pico as regiões homogêneas da imagem que correspondem a determinados materiais. E baseado no gradiente da imagem a ser segmentada, as linhas de divisão são geradas automaticamente definindo as diversas regiões da imagem (FEI, 2016).

4.3.4. Descrição das amostras

Rochas reservatórios

Plugues de amostras de rochas com sua porosidade previamente caracterizadas através de métodos padrão ouro (injeção de gás Hélio (He, $Z=2$)), realizado pelos laboratórios Weatherford[®], foram empregadas para serem avaliadas de acordo com a rotina de DE, descrita nos subitens 4.3.1 e 4.3.2 deste texto. A figura 4.10 apresenta as três amostras que foram feitas microCT, com valores de tensão iguais a 80kV e 130kV.

Posteriormente a aquisição, ocorreu o processamento de geração de um conjunto de imagem em função da densidade, obtendo, como produto, imagens representadas em níveis de cinza, que antes correspondiam aos coeficientes de atenuação linear. Com esta metodologia é possível a obtenção das imagens em até 256 valores de densidade, em que zero seria a densidade nula (vazio) e 255 o maior valor de densidade mapeado.

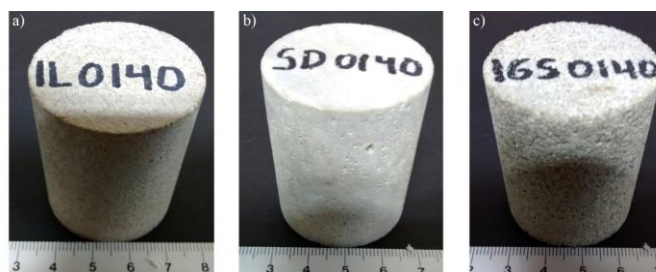


Figura 4. 10: Amostras de rochas padrões: (a) plugue #1; (b) plugue #2; (c) plugue #3.

Cada uma das amostras escolhidas é constituída de materiais de densidades diferentes e podem ser consideradas homogêneas, ou seja, tem as mesmas características ao longo de toda amostra. Estas amostras são descritas na tabela 4.4 e são nomeadas como plugue #01, plugue #02 e plugue #03.

Os plugues #1 e #2 são rochas carbonáticas, onde a composição química é dominada por íons de Cálcio (Ca^{2+}), Magnésio (Mg^{2+}) e carbonato (CO_3^{2-}). O plugue #1 é composta predominantemente por calcita (CaCO_3), acima de 90% de sua composição, e o plugue #2 é composto principalmente por dolomita [$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$] (BOGGS, 2006).

Tabela 4. 4: Descrição das amostras de rochas certificadas (laboratórios Weatherford®).

| Amostras | Litologia | Altura (mm) | Diâmetro (mm) | Densidade (g/cm ³) | Porosidade (%) |
|------------|----------------------|----------------|------------------|-----------------------------------|-------------------|
| Plugue #01 | Indiana Limestone | 46,7±0,1 | 38,4±0,1 | 2,682 | 13,80 |
| Plugue #02 | Silurian Dolomite | 47,1±0,1 | 38,3±0,1 | 2,814 | 16,90 |
| Plugue #03 | Idaho Gray Sandstone | 47,9±0,1 | 38,4±0,1 | 2,598 | 28,15 |

O plugue #3 é um exemplo de Arenito. Esse tipo de rocha consiste principalmente de grãos de Silicatos com tamanhos entre 0,06 a 2,0 mm, podendo conter um cimento muito fino entre estes grãos. Em geral o Quartzo (SiO₂) é o material dominante na maioria das amostras de Arenito, aproximadamente 60%, seguido do Feldspato que corresponde a até 20% de sua composição (BOGGS, 2006).

As rochas carbonáticas apresentam uma grande variedade de partículas de diferentes tamanhos em sua composição, além de uma composição química instável que é responsável por uma complicada diagenesis que dificulta a localização de reservatórios em seu interior. Por outro lado, arenitos possuem uma estratigrafia e características petrofísicas mais uniformes, o que torna a geometria e o desempenho dos reservatórios mais previsíveis (SELLEY, 2000).

Concreto auto-adensável

Além das amostras de rochas estudadas, uma amostra de concreto dita auto-adensável, ou seja, capaz de se adensar sem a necessidade de qualquer vibração mecânica. A alta fluidez deste tipo de concreto é alcançada pela presença de aditivos químicos e uma alta quantidade de finos (aditivos minerais) em sua mistura misturados a pasta de cimento (CAVALCANTI, 2006).

A amostra utilizada apresentada na figura 4.11, se trata de uma mistura endurecida de cimento, Metacaulim, uma mistura constituída basicamente de sílica (SiO) e alumina (Al₂O₃), água e plastificantes. A esta pasta foi acrescentado areia e brita (CALADO, 2015). As dimensões da amostra e os valores de densidade e porosidade são apresentados na tabela 4.5. Os valores de porosidade foram obtidos por intrusão de gás Hélio em um equipamento CoreLab UltraPore-300 realizado pelo laboratório da Solintec Consultoria e Serviços de Geologia na cidade do Rio de Janeiro.



Figura 4. 11: Amostras de concreto auto-adensável.

A metodologia de caracterização utilizada para a amostra de concreto foi a mesma aplicada às rochas, ou seja, as aquisições de imagem foram feitas nas tensões de 80 kV e 130 kV. Foi possível manter os mesmos valores de energia e valores de coeficiente de calibração, uma vez que as amostras possuem valores de densidade e dimensões similares, como é possível observar através das tabelas 4.4 e 4.5.

Tabela 4. 5: Descrição da amostra de concreto.

| Amostra | Altura (mm) | Diâmetro (mm) | Densidade (g/cm ³) | Porosidade (%) |
|----------|----------------|------------------|-----------------------------------|-------------------|
| Concreto | 63,0±0,1 | 34,4±0,1 | 2,62 | 9,74 |

5. Resultados

Neste capítulo são apresentados os resultados da metodologia aplicada para caracterizar o desempenho dos sistemas A e B, descritos no capítulo anterior quanto ao tamanho focal da fonte de raios X, a resolução espacial, SNR e resolução em densidade. Ainda neste capítulo, são apresentados os resultados obtidos com a aplicação da metodologia de microCT-DE.

5.1. Caracterização dos sistemas de microCT

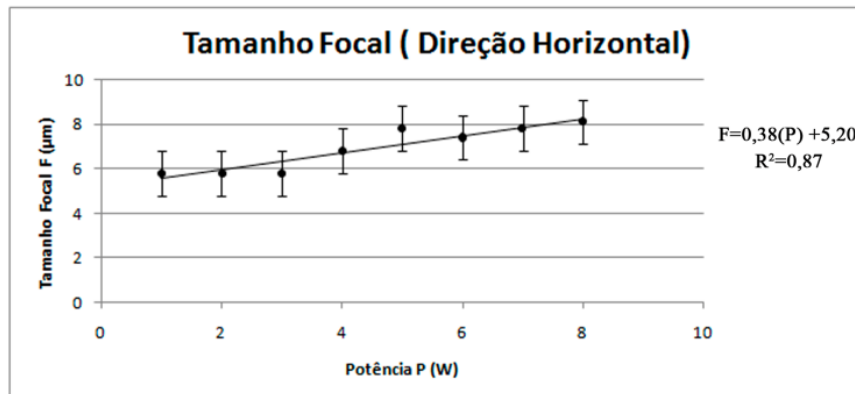
5.1.1. Tamanho focal

Utilizando a metodologia apresentada da seção 4.2.1, primeiramente foram obtidos os valores referentes às penumbras geométrica, em diferentes valores de potência do tubo de raios X, para os sistemas A e B. Os fatores de magnificação m , obtidos a partir da equação 4.1, foram utilizados de forma a serem os máximos valores possíveis nos sistemas e, são eles iguais a 9,26 para o sistema A e 22,01 para o tubo microfoco do sistema B.

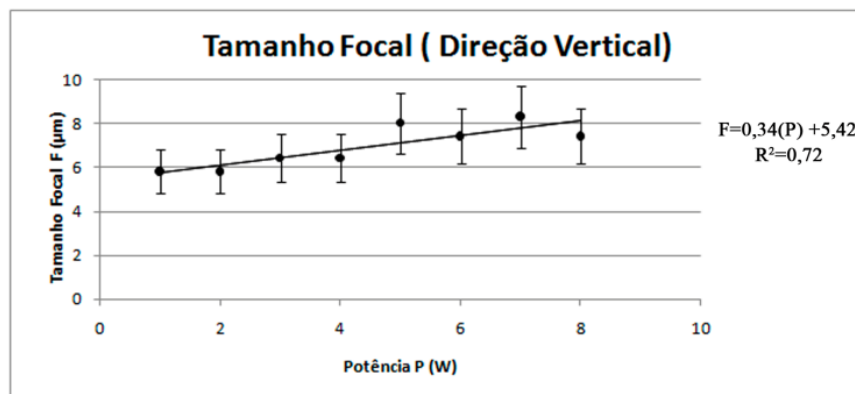
Os resultados de tamanho focal para o sistema A, nas direções horizontal e vertical são apresentados, junto com as incertezas das medidas representadas pelas barras de erro, nas figuras 5.1-a e 5.1-b, respectivamente. A partir desses resultados é possível observar que o tamanho focal no sistema A se comporta de forma isotrópica, uma vez que a curva do aumento do tamanho focal em função da potência é semelhante nas duas direções. Contudo, o coeficiente angular da reta para o tamanho focal na direção horizontal ser maior que o encontrado na outra direção indicando um ligeiro aumento focal nesta direção.

De acordo com dados fornecidos pelo fabricante do tubo de raios X do sistema A, seu tamanho focal, operando neste intervalo de potência (1W-8W), não ultrapassa a $8\mu\text{m}$. Porém, quando uma potência de 4W é empregada, o tamanho focal é igual a $5\mu\text{m}$ (HAMAMMATSU PHOTONICS, 2012a). Neste contexto, os resultados obtidos indicam que o tamanho focal máximo medido foi igual a $(8,24\pm 1,38)\mu\text{m}$ na direção horizontal e igual a $(8,12\pm 1,13)\mu\text{m}$ na direção vertical, apresentando uma boa concordância com os valores fornecidos pelo fabricante. Por outro lado, os resultados experimentais apontam que o menor tamanho focal, para o sistema operando em 4W de

potência é $(6,72 \pm 1,16) \mu\text{m}$ na direção horizontal e $(6,77 \pm 1,09) \mu\text{m}$ na direção vertical. Esta diferença pode estar associada ao desgaste natural do tubo de raios X (instalado no sistema de microCT no ano de 2012). Outro fator a ser considerado nas diferenças dos resultados obtidos com aqueles fornecidos pelo fabricante é o baixo valor de magnificação obtido devido às dimensões do sistema de microCT, que tem uma distância fonte-detector de 364 mm e permitiu, neste experimento, se alcançar uma distância mínima ente fonte-objeto de 39,35mm.



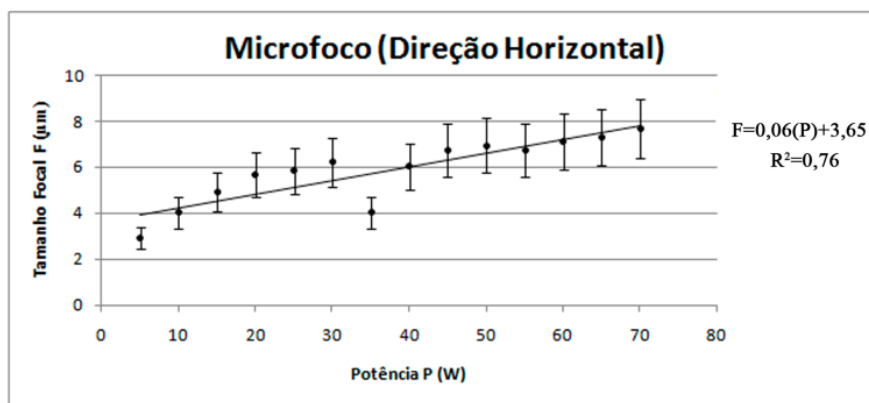
(a)



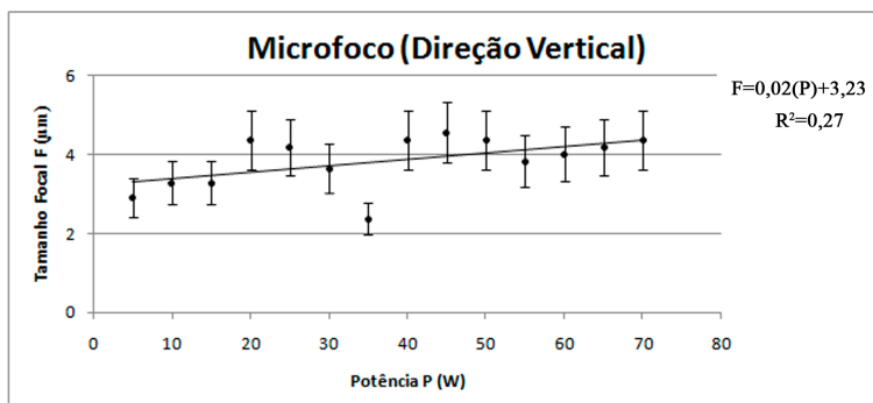
(b)

Figura 5. 1: Gráfico do comportamento do tamanho focal em função da potência do tubo de raio X do sistema A: (a) na direção horizontal; (b) na direção vertical.

Os resultados de tamanho focal para o tubo microfocado no sistema B se encontra nas figuras 5.2. De acordo com estes resultados, o tamanho focal mínimo alcançado é $(3,95 \pm 0,49) \mu\text{m}$ na direção horizontal e $(3,31 \pm 0,49) \mu\text{m}$ na direção vertical, quando o tubo de raios X opera com 5W de potência. Os resultados de tamanho focal estão em acordo com as especificações do fabricante, que é de até $3 \mu\text{m}$ quando o tubo opera em baixa potência. Nestes limite de tamanho focal, o sistema alcança detectabilidade de poucos micrômetros (GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGY, 2009).



(a)



(b)

Figura 5. 2: Gráfico do comportamento do tamanho focal em função da potência do tubo de raio X microfoco para o sistema B: (a) na direção horizontal; (b) na direção vertical.

5.1.2. Razão Sinal-Ruído (SNR)

A SNR equivalente ao sistema A é apresentado nesta seção (a SNR do sistema B não foi avaliada) com relação ao número de quadros se encontra na figura 5.3. É possível observar uma melhora acentuada da SNR em função do aumento do número de quadros n por projeção. Entretanto, este ganho de SNR com relação ao aumento do número de quadros tende a diminuir e se estagnar em determinado ponto da curva: até 10 quadros por projeção, o acréscimo na SNR é bastante acentuado e, a partir desse valor o crescimento continua de forma suave até aproximadamente 30 quadros, a partir do qual ocorre uma estabilização da SNR. Uma vez que cada projeção é obtida a partir de uma média n de quadros feitos seguidamente com o objeto localizado na mesma posição, o ruído de caráter aleatório do sistema de microCT é reduzido. Contudo, o aumento no número de quadros por projeção significa aumento do tempo total de aquisição, o que é um fator a se considerar no momento do ajuste de dados da microCT.

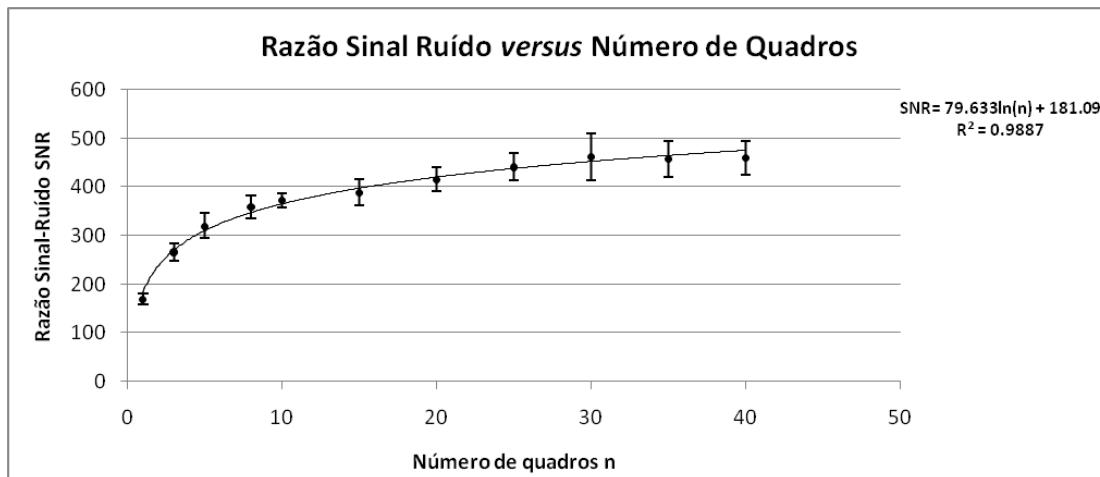


Figura 5. 3: Gráfico da relação Sinal-Ruído para o sistema A em função do número de quadros por projeção.

A figura 5.4 apresenta o comportamento da SNR função da potência fornecida pelo tubo de raios X para o sistema A, onde se observa um comportamento linear. Levando em consideração que a corrente foi mantida constante para todas as medidas, o aumento da SNR é reflexo do aumento da energia média dos fótons que são detectados no sensor de radiação. Fótons com maior energia têm menor probabilidade de interagir com o objeto, resultando em uma maior quantidade fótons atingindo o detector favorecendo assim o aumento da SNR.

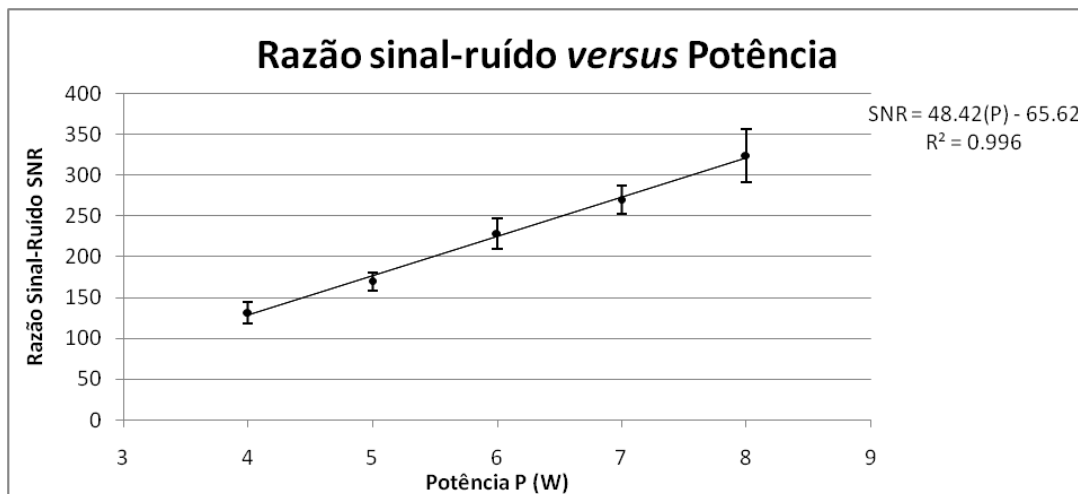


Figura 5. 4: Gráfico da relação Sinal-Ruído para o sistema A em função da potência fornecida pelo tubo de raios X.

Ainda em relação à SNR do sistema, de acordo com as 03 diferentes matrizes do detector (560 x 560 pixels, 1120 x 1120 pixels e 2240 x 2240 pixels), observa-se que na maior matriz, 2240 x 2240 pixels, se tem o melhor resultado de qualidade de imagem, conforme apresentado na tabela 5.1. Nesta tabela são apresentados os valores de SNR obtidos nas diferentes matrizes de pixel. Ao se alterar o tamanho de pixel, a quantidade de fótons interagindo com este também é alterada. De forma que matrizes de pixels

menores têm pior SNR, se a taxa de fótons liberadas pelo tubo de raios X se mantém constante (SIMÕES e CAMPOS, 2013). O custo para se manter ou elevar o nível de SNR, ao se reduzir o tamanho de pixel, é aumentando o tempo de exposição para cada projeção radiográfica (DAVIS, 1997). Para se obter os resultados apresentados na tabela 5.1, onde os níveis SNR são melhores para as matrizes de menor tamanho de pixel, o sistema auto-ajustou o tempo de exposição para 1000, 250 e 125ms para as matrizes 2240 x 2240 pixels, 1120 x 1120 pixels e 560 x 560 pixels, respectivamente.

Tabela 5. 1: SNR obtida em 03 matrizes de pixel do detector do sistema A.

| Matriz de pixel do detector | SNR |
|------------------------------------|------------|
| 560 x 560 | 73±11 |
| 1120 x 1120 | 115±7 |
| 2240 x 2240 | 229±18 |

5.1.3. Resolução espacial

As figuras 5.5, 5.6 e 5.7 apresentam as curvas de MTF obtidas para o sistema A nas matrizes de pixel 2240 x 2240, 1120 x 1120 e 560 x 560, respectivamente. Essas curvas foram obtidas pelo cálculo da derivada primeira da transformada de Fourier da correspondente função de espalhamento de borda representada pela projeção radiográfica do corpo de prova utilizado em diferentes tamanhos de pixel. A partir das curvas de MTF, foi possível avaliar a RE, nas diferentes matrizes de pixels de detecção, de acordo com o tamanho de pixel empregado na aquisição da imagem de microCT (seção 4.2.3).

Os tamanhos de pixel empregados na aquisição de microCT no sistema A foram iguais a 7, 14, 21, 28 e 35µm na matriz de detecção igual a 2240 x 2240 pixels. Tendo esses valores como base, a matriz de pixels de detecção foi modificada para 1120 x 1120 pixels e 560 x 560 pixels, o que equivale a obter um conjunto de tamanhos de pixels diferentes, tal como os apresentados na tabela 5.2.

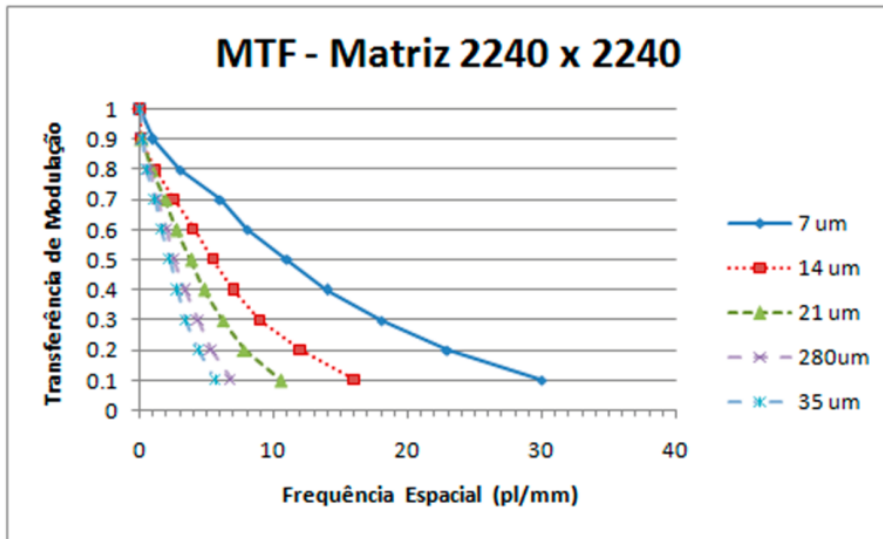


Figura 5. 5: Curva de Transferência de Modulação para a matriz de pixel de 2240x2240 no sistema A.

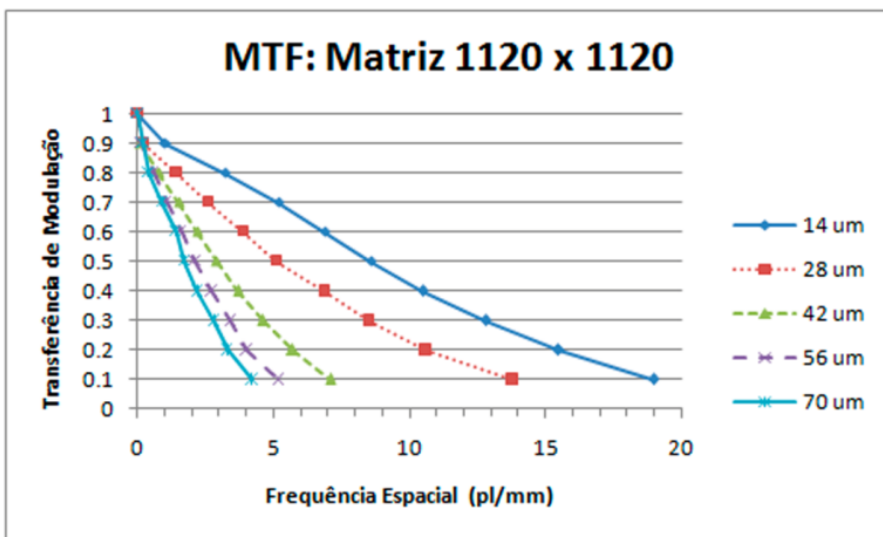


Figura 5. 6: Curva de Transferência de Modulação para a matriz de pixel de 1120x1120 no sistema A.

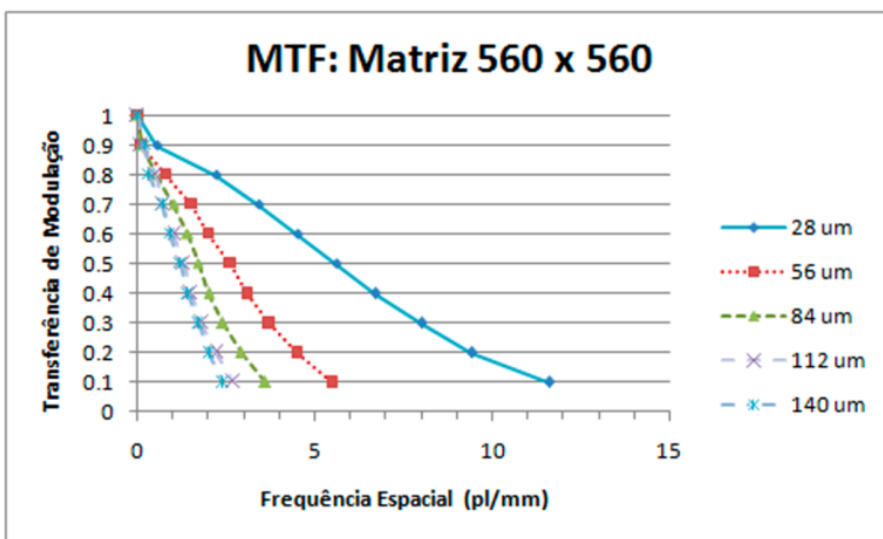


Figura 5. 7: Curva de Transferência de Modulação para a matriz de pixel de 560x560 no sistema A.

Tabela 5. 2: RE para diferentes tamanhos de pixel nas diferentes matrizes de detecção – sistema A.

| 2240 x 2240 | | 1120 x 1120 | | 560 x 560 | |
|-----------------------|-------------------------|-----------------------|-------------------------|-----------------------|-------------------------|
| Tamanho de Pixel (µm) | Resolução Espacial (µm) | Tamanho de Pixel (µm) | Resolução Espacial (µm) | Tamanho de Pixel (µm) | Resolução Espacial (µm) |
| 7 | 19 | 14 | 26 | 28 | 44 |
| 14 | 37 | 28 | 58 | 56 | 92 |
| 21 | 54 | 42 | 79 | 84 | 132 |
| 28 | 74 | 56 | 98 | 112 | 154 |
| 35 | 93 | 70 | 124 | 140 | 210 |

A figura 5.8 apresenta os resultados em forma de gráfico da RE em função do tamanho de pixel empregado na aquisição de imagem de microCT, do sistema A, que por sua vez se modifica devido à magnificação utilizada. No gráfico se percebe, a partir dos coeficientes angulares das curvas, que as razões entre a RE e o tamanho de pixel se tornam maiores quando se trabalha com as maiores matrizes de pixels, em especial na matriz de 2240 x 2240 pixels (que é a melhor matriz de detecção utilizada no sistema A). A RE de estruturas não depende apenas do tamanho de pixel do detector, sendo fortemente influenciada pela desfocagem dos pixels devido às dimensões do ponto focal do tubo de raios X, sendo que os efeitos desta limitação do sistema se tornam mais pronunciadas em estruturas muito próximas comprometendo a detectabilidade do sistema (ENGELHARDT e BAUMANN, 2006).

O menor tamanho de pixel que se pode alcançar neste sistema é de 5µm, com uma resolução espacial máxima entre 5µm e 8µm (SKYSCAN, 2009). Devido às dimensões do corpo de prova utilizado (2mm de espessura), não foi possível utilizar o tamanho de pixel mínimo, porém a partir da curva obtida (figura 5.8) foi possível estimar que a RE máxima para o sistema A é igual a 13µm. Contudo o detector de raios X do sistema A possui um desgaste natural de operação (iniciada em 2012) o que contribui para a diminuição da eficiência do detector. Detectores *Flat Panels* como o utilizado apresentam uma crescente degradação na qualidade de imagem devido ao surgimento de pixels queimados (“pixels mortos”) ou com perda de eficiência em sua matriz que aumentam com o tempo de operação do detector (PADGETT e KOTRE, 2004).

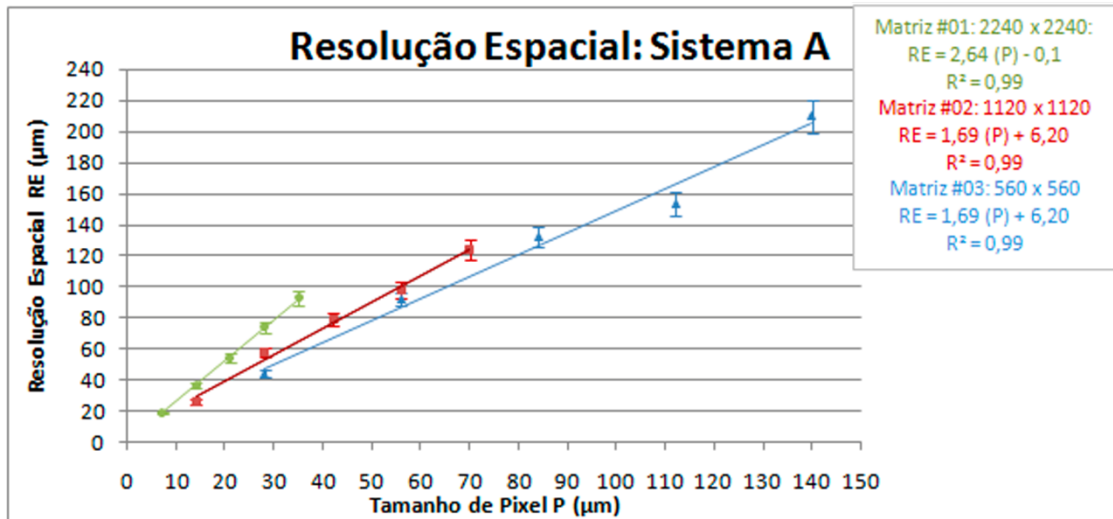


Figura 5. 8: Resolução espacial em função do tamanho de pixel para as três matrizes do detector utilizado no sistema A.

Os valores de MTF obtidos para o sistema B com o tubo de raios X microfocado esta apresentada nas figuras 5.9 e 5.10 para as matrizes de pixels de 1012 x 1012 e 2024 x 2024, respectivamente. O mesmo procedimento realizado para o sistema A foi repetido, onde a derivada primeira da transformada de Fourier da função de espalhamento de borda foi calculada e os resultados de RE nos diferentes tamanhos de pixels empregados na aquisição deste sistema estão na tabela 5.3. A figura 5.11 apresenta as curvas da RE em função do tamanho de pixel para as duas matrizes de detecção do sistema B.

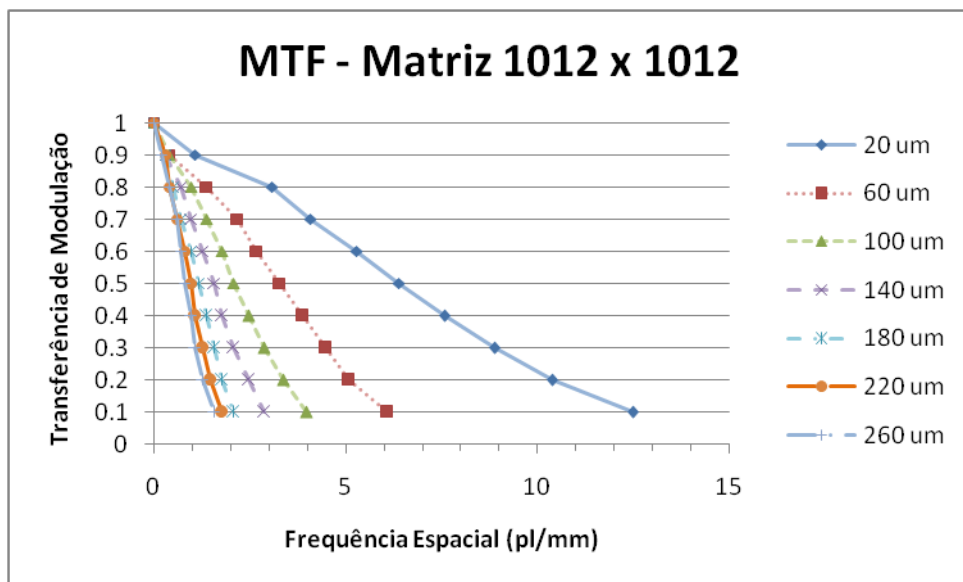


Figura 5. 9: Curva de Transferência de Modulação para a matriz de pixel de 1012x1012 no sistema B.

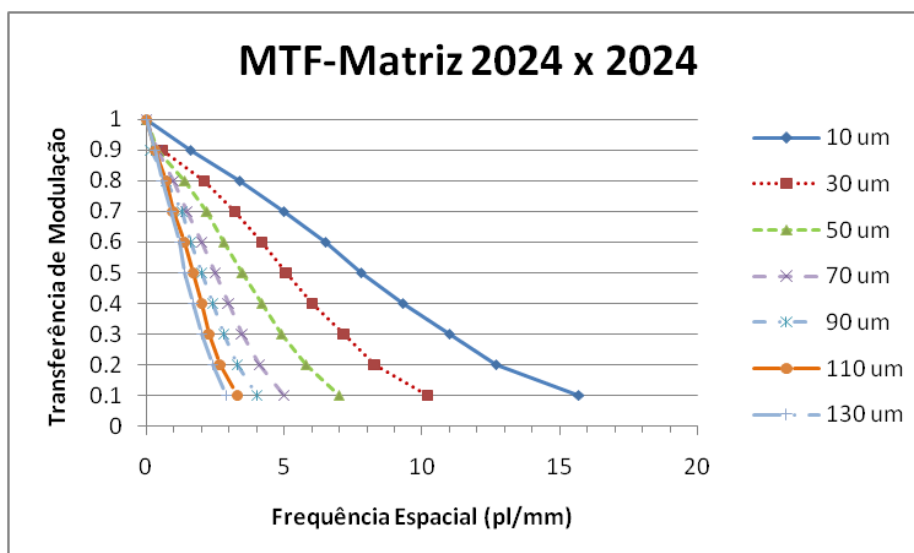


Figura 5. 10: Curva de Transferência de Modulação para a matriz de pixel de 2024x2024 no sistema B.

Tabela 5. 3: RE para diferentes tamanho de pixel nas diferentes matrizes de detecção – sistema B.

| 1012 x 1012 | | 2024 x 2024 | |
|-----------------------|-------------------------|-----------------------|-------------------------|
| Tamanho de Pixel (µm) | Resolução Espacial (µm) | Tamanho de Pixel (µm) | Resolução Espacial (µm) |
| 20 | 48 | 10 | 37 |
| 60 | 76 | 30 | 44 |
| 100 | 121 | 50 | 61 |
| 140 | 164 | 70 | 92 |
| 180 | 256 | 90 | 106 |
| 220 | 264 | 110 | 147 |
| 260 | 273 | 130 | 157 |

Os resultados evidenciam que a estimativa de RE máxima alcançada pelo sistema B ao utilizar o tubo de raios X microfoco, tamanho de voxel mínimo 1µm segundo o fabricante (GENERAL ELETRICS MEASUREMENT & CONTROL., 2014) é de 1µm.

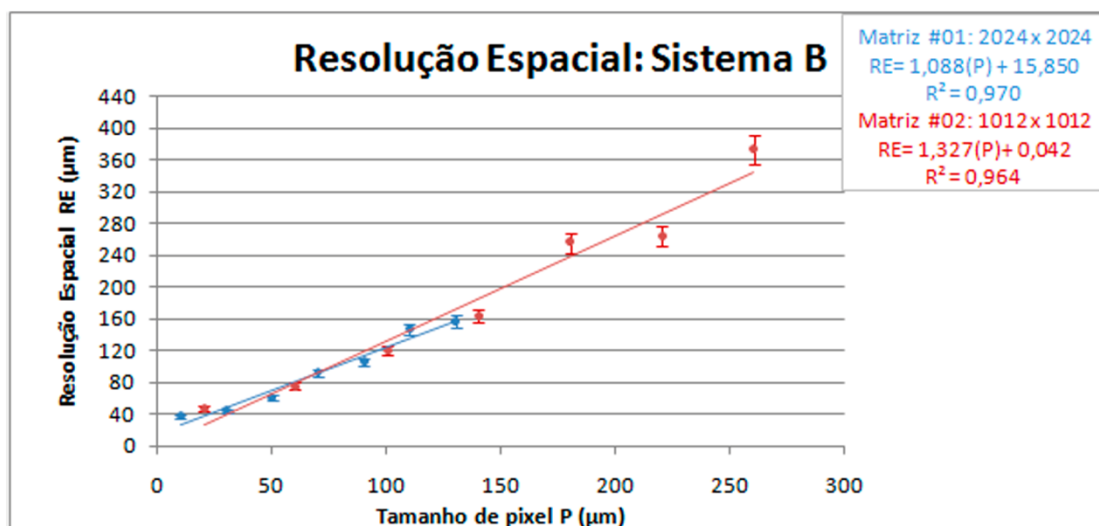


Figura 5. 11. Resolução espacial em função do tamanho de pixel para as duas matrizes do detector utilizado no sistema B, com o tubo de raios X microfocado.

5.1.4. Resolução em densidade

A figura 5.12 apresenta o resultado do estudo da resolução em densidade obtida para o sistema A de microCT, onde é possível observar que a ordenada ilustra os valores de coeficiente de atenuação em Unidade de Hounsfield (HU) enquanto a abscissa apresenta as concentrações de Iodo. Em 5.12-a é estudado o comportamento da resolução em densidade do sistema para diferentes valores de energia. Para tanto, a corrente é mantida constante em 100 µA e tamanho de pixel de 35 µm e a tensão é regulada em 40, 60 e 80 kV. Por outro lado, em 5.12-b, tensão e corrente são mantidas constantes enquanto a matriz de pixel é variada.

Através da figura 5.12, é possível verificar que em um mesmo intervalo de concentração, em diferentes potências e tamanhos de pixels, diferentes valores de coeficiente de atenuação são obtidos. Esta observação é descrita pelos coeficientes angulares das linhas de tendência impostas. Uma curva que tem maior coeficiente angular, ou seja, quando a diferença entre o máximo e o mínimo valor de coeficiente de atenuação é maior, sugere que o sistema está calibrado de forma a ser mais sensível a pequenas variações de densidade.

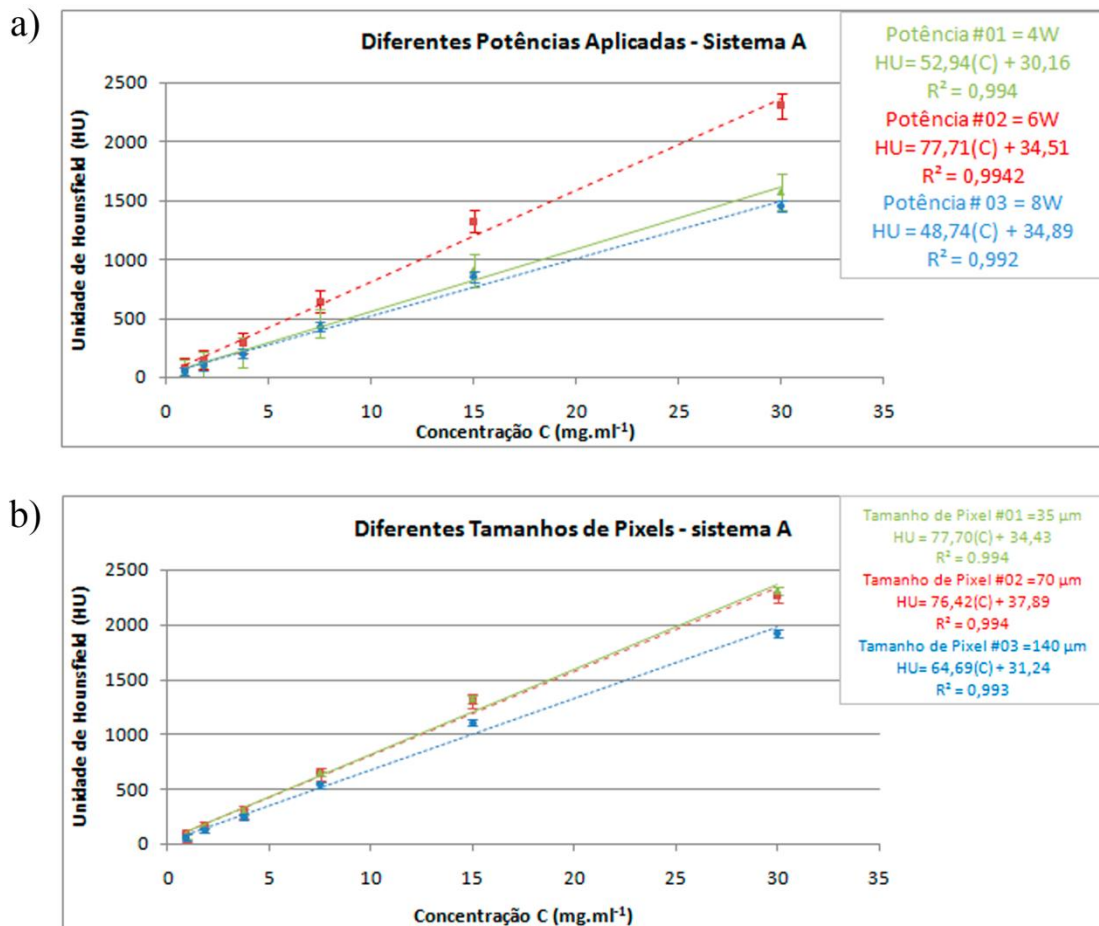


Figura 5. 12: Resolução em densidade para o sistema A de microCT: (a) diferentes potências aplicada e (b) diferentes tamanhos de pixels na aquisição.

Na figura 5.12-a, a linha de tendência aplicada que apresentou o maior coeficiente angular foi aquela obtido quando uma potência igual a 6W foi empregada, sugerindo que para esta potência o sistema tem maior capacidade de resolver pequenas variações de densidade do que para outros valores. Estes resultados foram obtidos mantendo a corrente constante, de forma que o efeito observado pode ser considerado diretamente devido à tensão de aceleração. Avaliando o contraste de imagem em duas regiões onde a diferença de concentração de Iodo é inferior a 1mg.ml^{-1} , obteve uma diferença de intensidade de sinal entre essas duas regiões de 7%, enquanto que para o sistema operando com 4W e 8W, a mesma avaliação indicou uma diferença de intensidade de 4,5%.

Na figura 5.12-b, foi avaliado o comportamento do coeficiente de atenuação linear em função das diferentes concentrações de Iodo encontradas no *phantom* utilizado no ensaio, quando imagens de microCT são adquiridas com diferentes matrizes de pixel de detecção, com a finalidade de observar como essa característica do detector

pode influenciar na resolução em densidade do sistema. É possível notar que existe pouca diferença no coeficiente angular destas retas, para as matrizes de pixels de 35 μ m e 70 μ m (aproximadamente 2%), e a matriz de tamanho de pixel maior (140 μ m) se mostrou menos eficiente do que as de pixels de tamanho menor. Ao se avaliar a diferença de intensidade de sinal entre duas regiões da imagem que correspondem a duas amostras de Iodo com concentrações inferior a 1mg.ml⁻¹, para as três matrizes, a diferença entre os resultados não foram significativas, aproximadamente 6% de variação de intensidade nas três matriz de pixels.

A figura 5.13 ilustra os resultados de resolução em densidade obtidos para o sistema B de microCT. Neste foi observado que a melhor resolução em densidade é alcançada para potências mais baixas figura 5.13-a. O sistema se comporta de forma semelhante quando operado nas potências iguais a 15W e 30W, enquanto que em uma potência de 45 W, ocorre diminuição na resolução em densidade. Ao se comparar as variações na intensidade de sinal nas regiões onde a variação na concentração de Iodo é menor que 1 mg.ml⁻¹(da mesma forma que foi feito para o sistema A), os resultados obtidos indicaram que a variação de intensidade de sinal para o sistema operando em 15W e 30W é de 2% e em 45 W de aproximadamente 0,5%.

Os resultados obtidos para o comportamento do coeficiente de atenuação em diferentes tamanhos de pixels para o sistema B são apresentados na figura 5.13-b. Estes resultados indicam que a variação no tamanho de pixel pouco influencia na resolução em densidade do sistema para os valores medidos, onde nas três curvas apresentadas na figura 5.13-b, os coeficientes angulares das retas variam menos que 1% e as variações de intensidade de sinal é de 2% nas regiões onde a variações de concentração é inferior a 1mg.ml⁻¹.

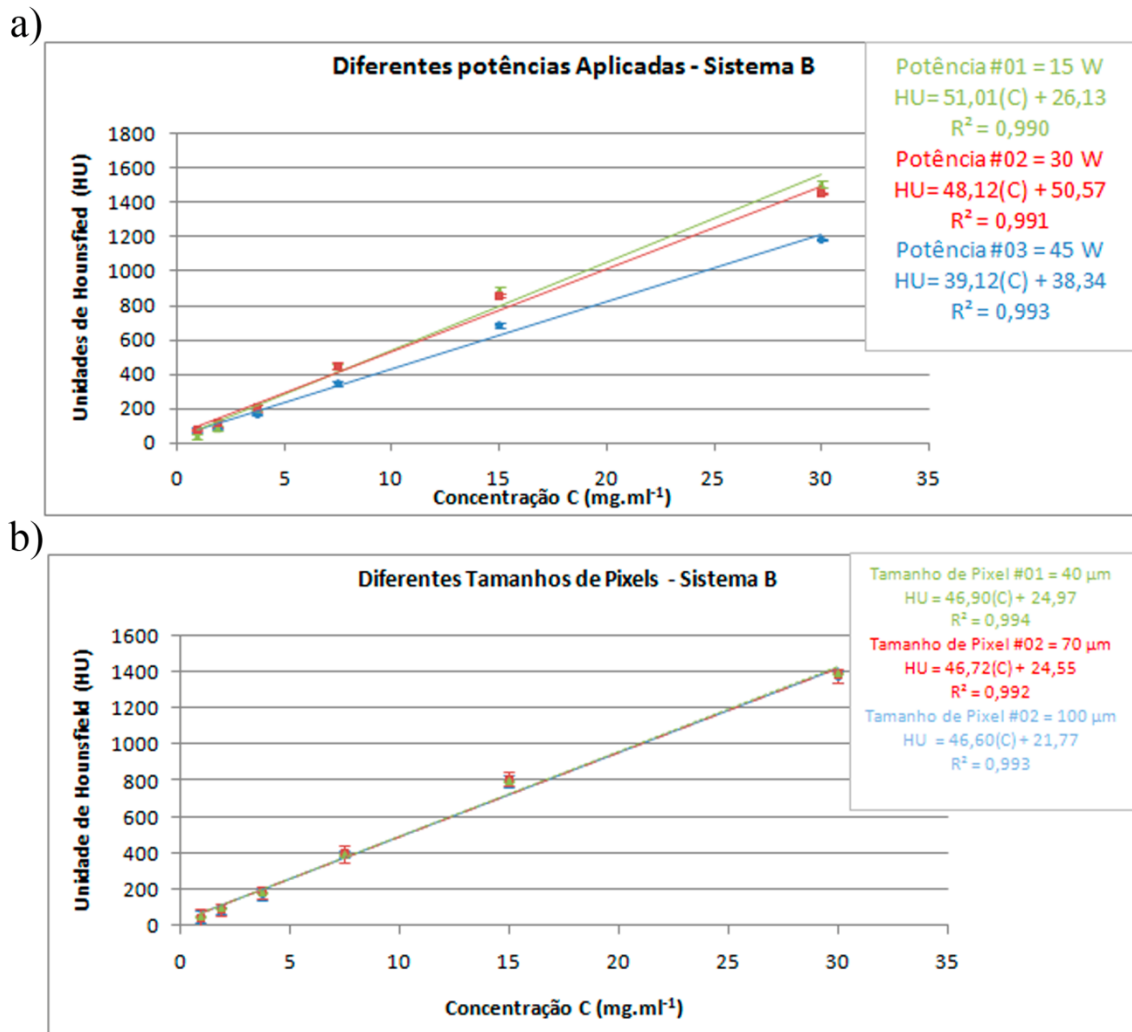


Figura 5. 13: Gráficos do coeficiente de atenuação Linear em função da concentração de diferentes soluções de Iodo para imagens tomográficas obtidos em três diferentes energias do sistema B (a) e três diferentes tamanhos de pixel (b).

5.2. MicroCT-DE

Em geral, ainda que se opere nas melhores condições de qualidade de um sistema de microCT, esses sistemas têm sua detectabilidade limitada e variações muito sensíveis no coeficiente de atenuação μ são imperceptíveis em equipamentos de microCT comerciais, onde as fontes de raios X tem um largo intervalo de energia. Nesta situação, o simples processo de segmentação de materiais que tem valores de densidade muito próximo (baixo contraste em microCT) é difícil ou, muitas vezes, impossível (BECKMANN *et al.*, 2008). Em rochas carbonáticas, por exemplo, existe um particular interesse em diferenciar, de forma não destrutiva, calcita ($\approx 2,7 \text{ g/cm}^3$) e dolomita ($\approx 2,8 \text{ g/cm}^3$) em sua composição, pois esta informação ajuda a definir a melhor estratégia para se explorar as rochas reservatórios (PRANTER *et al.*, 2005). A seguir são apresentados os resultados obtidos para o sistema A, a partir da metodologia apresentada na seção 4.3

sobre microCT-DE.

5.2.1. Parâmetros físicos

A partir da curva de calibração apresentada na figura 5.14, os resultados experimentais dos coeficientes de energia, a_{E_1} , a_{E_2} , b_{E_1} e b_{E_2} foram obtidos. Os coeficientes de energia foram determinados através de uma regressão linear utilizando os dados de coeficiente de atenuação experimental e os números de densidade e número atômico das amostras, o qual fornece o melhor valor de ajuste para interpolação dos dados no gráfico (ALVES *et al.*, 2015). A etapa de calibração é fundamental na metodologia apresentada. Ao contrário de uma fonte de raios X monoenergética que tem a mesma energia $h\nu$, fótons em um feixe heterogêneo formam um espectro de energia entre 0 e $h\nu_{MAX}$, que corresponde a energia cinética do elétron ao colidir com o alvo. Na primeira situação, onde o feixe tem sempre a mesma energia, os coeficientes de energia podem ser estimados de uma maneira simples, pois ao se conhecer a densidade e o número atômico de dois materiais distintos, as equações de DE podem ser resolvidas imediatamente. Porém o mesmo não é possível para fontes polienergéticas, onde a única forma de se alcançar estes coeficientes é através de uma curva de calibração utilizando materiais homogêneos (VAN GEET *et al.*, 2000).

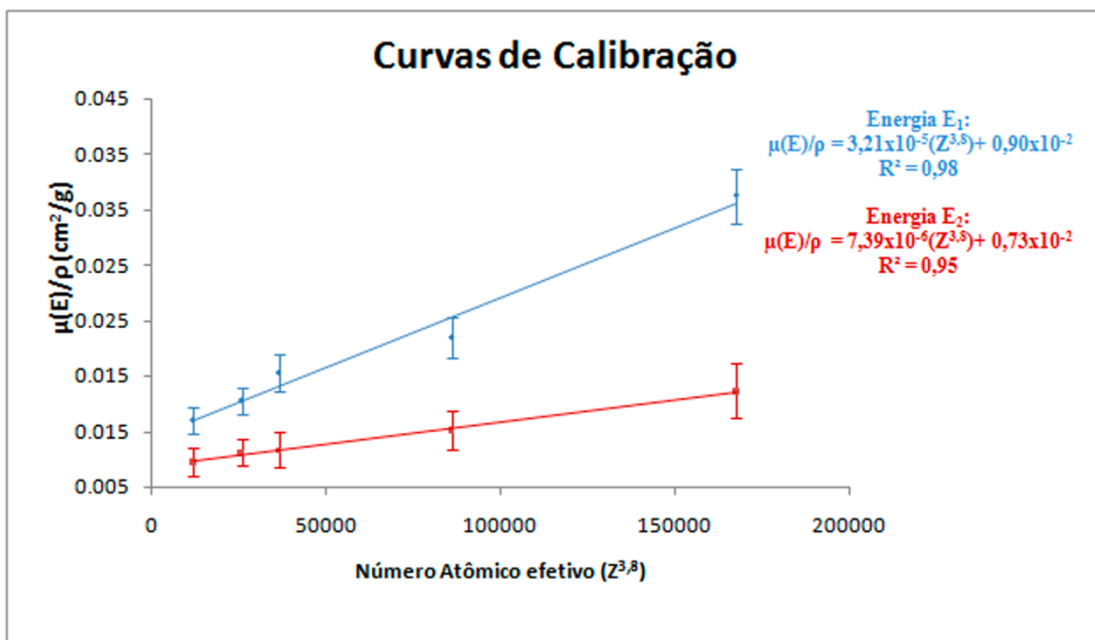


Figura 5. 14: Curva de calibração experimental: Determinação dos coeficientes de energia a partir de regressão linear de uma curva definida pelo conjunto de materiais homogêneos descritos na seção 4.3.1.

Tabela 5. 4: Coeficientes de Energia experimental.

| Coeficiente de Energia | Valor |
|-------------------------------|-----------------------|
| a_{E_1} | $3,21 \times 10^{-5}$ |
| a_{E_2} | $7,39 \times 10^{-6}$ |
| b_{E_1} | $0,90 \times 10^{-2}$ |
| b_{E_2} | $0,73 \times 10^{-2}$ |

5.2. 2. Aplicação: Caracterização de rochas reservatório

Nas figuras 5.15, 5.16 e 5.17 são apresentadas as imagens de cortes das amostras de plugues de rochas analisadas escaneadas com tensão de 80kV (a) e 130kV (b), e os cortes na mesma região obtidas com a rotina desenvolvida para caracterização de materiais a partir de imagens obtidas através de microCT em Dupla-Energia em escala de cinza 256 (c) e em mapa de cores (d). Como se pode observar, as imagens estão escritas em função da densidade, onde as escalas representam o intervalo de densidade. A rotina computacional é capaz de fornecer resultados quantitativos da densidade, densidade média e seu desvio padrão, através da análise das imagens que correspondem ao volume do plugue analisado. Na figura 5.15 é apresentado um corte da amostra de *Indian Limestone*, com densidade teórica $2,68\text{g/cm}^3$ (tabela 4.4). A densidade média experimental dessa amostra obtida utilizando a metodologia de Dupla-Energia foi de $2,64 \pm 0,34\text{g/cm}^3$. A imagem de um corte da amostra de *Silurian Dolomite* é apresentada na figura 5.16. A densidade teórica deste plugue é de $2,81\text{g/cm}^3$, enquanto a densidade experimental obtida foi de $2,93 \pm 0,50\text{g/cm}^3$. Para a amostra de *Idaho Gray Sandstone*, figura 5.17, com densidade teórica de $2,59\text{g/cm}^3$ foi obtido o valor de densidade experimental média de $2,16 \pm 0,53\text{g/cm}^3$.

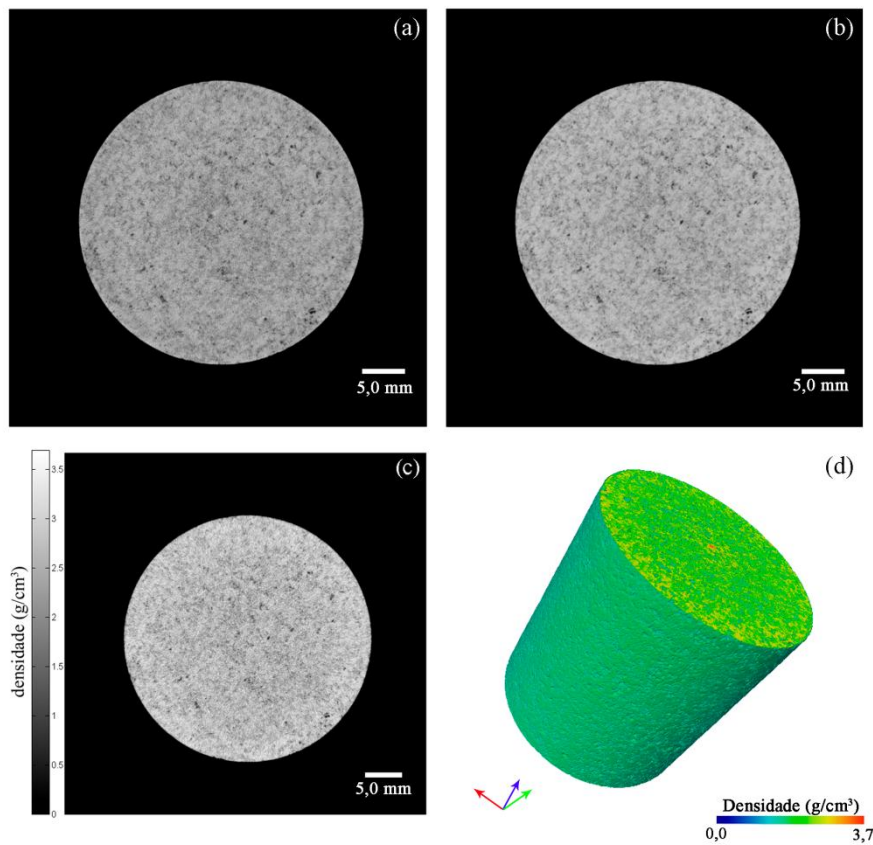


Figura 5. 15: Reconstruções de seções transversais da amostra de *Indiana Limestone* provenientes de microCT-DE para o sistema A, calibrado a operar com 80 kV (a), 130 kV (b). Em (c) observa-se a mesma fatia e em (d) modelo 3D da amostra descrita em função da densidade.

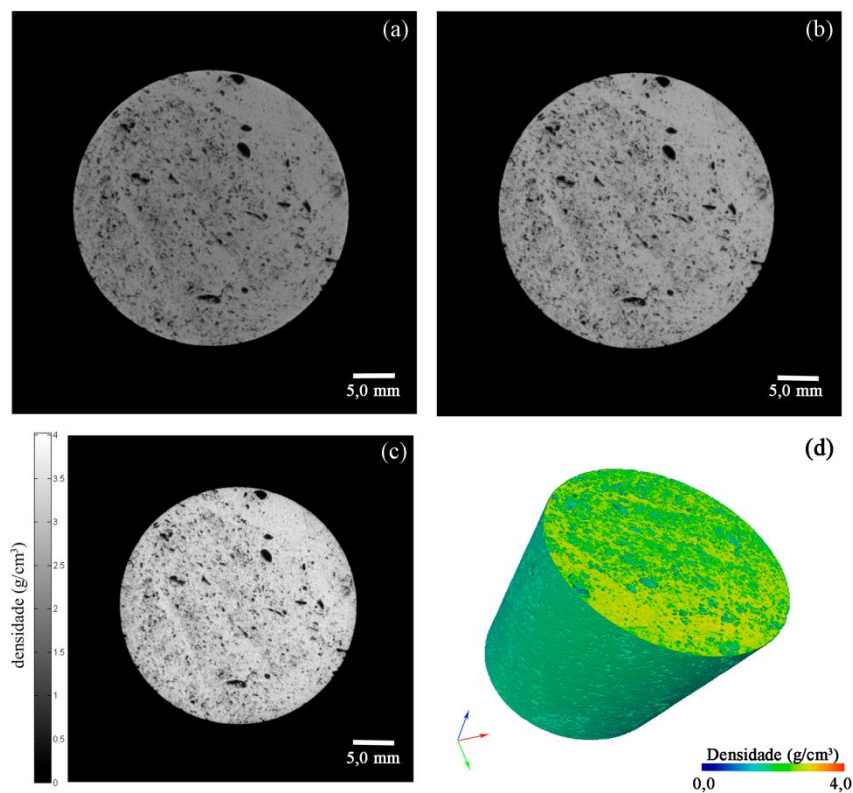


Figura 5. 16: Reconstruções de seções transversais da amostra de *Silurian Dolomite* provenientes de microCT-DE para o sistema A, calibrado a operar com 80 kV (a), 130 kV (b). Em (c) observa-se a mesma fatia e em (d) modelo 3D da amostra descrita em função da densidade.

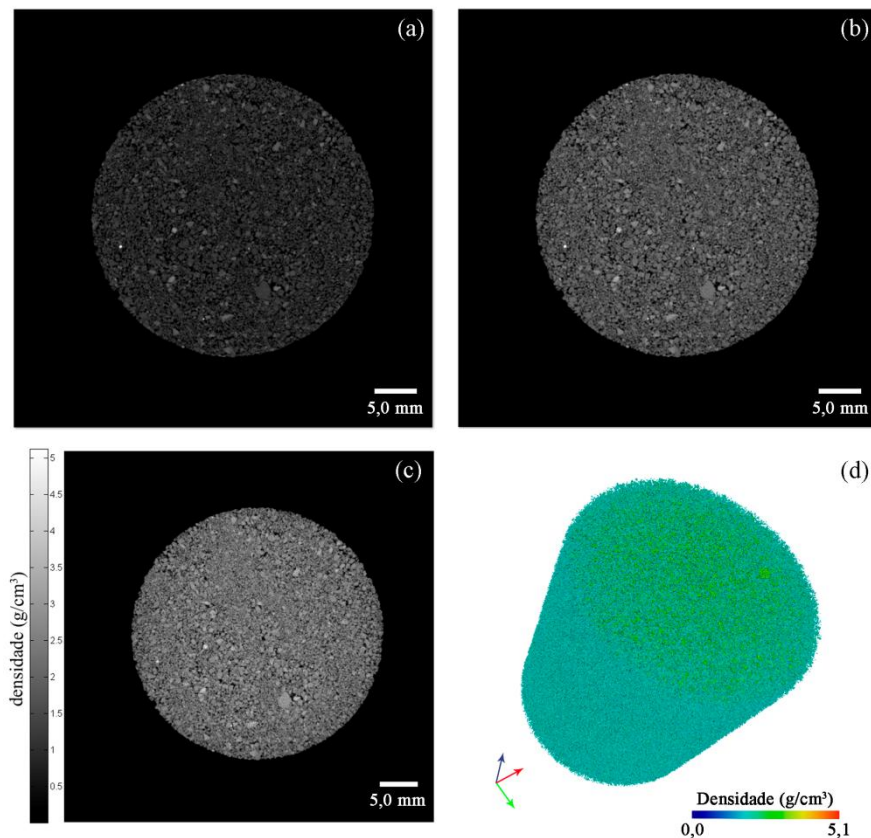


Figura 5. 17: Reconstruções de seções transversais da amostra de *Idaho Gray Sandstone* provenientes de microCT-DE para o sistema A, calibrado a operar com 80 kV (a), 130 kV (b). Em (c) observa-se a mesma fatia e em (d) modelo 3D da amostra descrita em função da densidade.

Dentre as amostras estudadas, o melhor resultado obtido foi para a *Indian Limestone*, com discrepância relativa de apenas 1,5% entre o valor teórico e experimental, seguido pela *Silurian Dolomite*, onde a discrepância é de 4,3% e *Idaho Gray Sandstone*, que apresentou o pior resultado, com discrepância de 16,6%. Melhores resultados são alcançados quando são processadas amostras homogêneas com poucas variações de densidade. A amostra de *Idaho Gray Sandstone*, entre as amostras estudadas, apresentou ser a amostra mais heterogênea com regiões de densidade superior a $5,0\text{g/cm}^3$. Estes resultados sugerem uma boa correlação entre os valores de microCT-DE e a densidade teórica da amostra ($R^2=0.92$), conforme o gráfico da figura 5.18. Neste contexto, os presentes resultados indicam que embora seja necessário se fazer um aprimoramento na calibração do sistema para aumentar a acurácia e precisão dos resultados em densidade de microCT-DE, a diferenciação de materiais podem ser alcançados quando múltiplos materiais de diferentes densidades estão envolvidos.

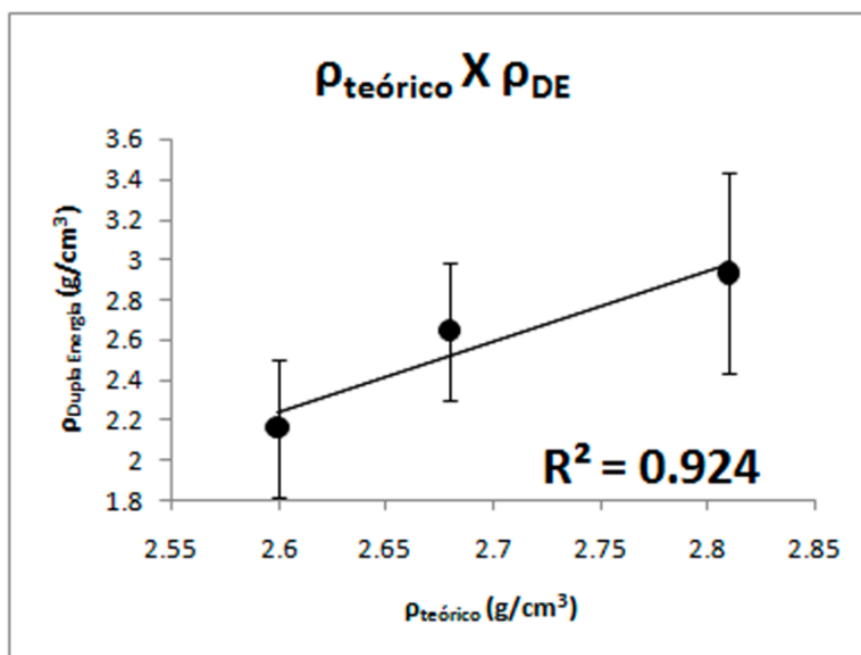


Figura 5. 18: Curva de correlação entre valores de densidade teóricos e obtidos por DE.

Os valores de porosidade total das amostras foram investigados a partir das imagens de microCT-DE e os resultados foram comparados com os resultados obtidos com a microCT convencional (uma única energia) e obtidas com porosimetria de He. Na tabela 5.5 os resultados de porosidades por microCT, e seus respectivos desvios padrões baseados em informações de todas as seções da amostra (ALVES, et al., 2014), são apresentadas e comparados com os resultados obtidos por injeção de He (resultados fornecidos pelo laboratório Weatherford®), onde é apontado que os valores de porosidade total são maiores para a técnica de porosimetria de He do que para as técnicas de microCT. Contudo, quando a metodologia de microCT-DE é implementada, os valores de porosidade total aumentam.

A porosimetria por He é uma técnica válida e tem sido utilizada para avaliar porosidade na indústria petrolífera. Neste trabalho, a avaliação de porosidade por microCT foi realizada em relação a porosidade total tridimensional. Neste contexto, são esperadas algumas diferenças nos resultados quando injeção de He e imagens digitais são usadas. A porosidade total em microCT representa o volume de poros fechados dentro de cada objeto tridimensional discreto como a porcentagem do volume total do objeto, enquanto a porosidade efetiva em porosimetria de He é o volume dos espaços vazios interconectados no interior da amostra. Por outro lado, o He pode penetrar em espaços muito pequenos, o que implica na detecção de poros em uma escala de diâmetro menor do que aquela alcançada pela microCT.

O valor ideal de limiar definido usado para segmentar a rede porosa em microCT é limitada pela resolução espacial do sistema, que neste estudo é de 45 μ m. Este parâmetro pode ser definido como o menor detalhe discernível em uma imagem no sentido de que se o volume de poro é menor que o volume de um *voxel*, o efeito de volume parcial surge, no qual um *voxel* é representado pelo valor de cinza que corresponde à média do coeficiente de atenuação dos materiais que o compõe (BARRET e KEART, 2004), e partes dos poros são mascarados. Contudo, através da informação sobre a densidade da amostra, a influência dos poros em um intervalo de tamanho inferior a resolução espacial do sistema pode ser estimado (REMEYSEN e SWENNEN, 2008).

Na tabela 5.5 é apresentado um aumento na porosidade total 3D quando a metodologia de microCT-DE é utilizada em comparação com a microCT convencional. Embora em microCT-DE a precisão diminua, ela apresenta melhor acurácia para determinar as diferentes fases de um objeto quando comparado com a do que uma aquisição em única energia (GENANT e BOYD, 1977).

Tabela 5. 5: Valores de porosidade obtidos por microCT e porosimetria de He para as amostras de rochas reservatórios.

| Amostra | Porosidade (%) | | | |
|-----------------------------|------------------|------------------|------------------|----------------|
| | 80 kV | 130 kV | Dupla Energia | PorosimetriaHe |
| <i>Indian Limestone</i> | 1,20 \pm 0,03 | 1,63 \pm 0,05 | 4,92 \pm 0,62 | 13,80 |
| <i>Silurian Dolomite</i> | 5,02 \pm 0,24 | 3,91 \pm 0,22 | 7,31 \pm 0,45 | 16,90 |
| <i>Idaho Gray Sandstone</i> | 18,02 \pm 0,20 | 16,64 \pm 0,21 | 21,45 \pm 1,52 | 28,15 |

Poros, em geral, assumem baixos valores de coeficiente de atenuação para ambos valores de energia, os quais combinados, geram regiões de alto gradiente nas imagens em função da densidade, onde esses gradientes nada mais são do que as bordas que separam os poros da matriz rochosa. A porosidade pode ser melhor detectada em microCT-DE porque suas regiões assumem valores muito baixos no intervalo de densidade e a segmentação se tornam mais acuradas. A amostra de *Indian Limestone*, por exemplo, em que a porosidade é fortemente formada por poros no intervalo de tamanho abaixo de 45 μ m (como pode se supor se valores de porosidade por injeção de He e microCT são comparados), a microCT-DE foi capaz de identificar muito destes poros. Os resultados deste estudo sugerem que os custos de se usar a metodologia de Dupla-Energia, tempo de aquisição e processamento, são compensados pela acurácia nos resultados.

MicroCT é capaz de produzir resultados mais acurados de porosidade quando o diâmetro de tamanho dos poros são encontrados em intervalos de tamanhos maiores, uma vez que a resolução espacial é um fator limitante da técnica. Alternativamente, em amostras de dimensões reduzidas é possível se alcançar imagens de melhor resolução, contudo uma informação mais completa das características dos espaços porosos necessita de um volume mais representativo (LIN *et al.*, 2016). A figura 5.19 apresenta a distribuição de tamanho de poro das três amostras obtidas por microCT-DE. Assumindo que os poros têm morfologia esférica, o raio equivalente dos poros foi calculado individualmente para cada um deles. Na amostra de *Indian Limestone* e na amostra de *Silurian Dolomite*, a distribuição de tamanho de poro tem comportamento similar. Na amostra de *Idaho Gray Sandstone*, contudo, os poros detectáveis estão em um intervalo de tamanho de poro que corresponde a poros maiores. Esta característica dos arenitos explica a menor discrepância relativa entre os valores de porosidade na tabela 5.5.

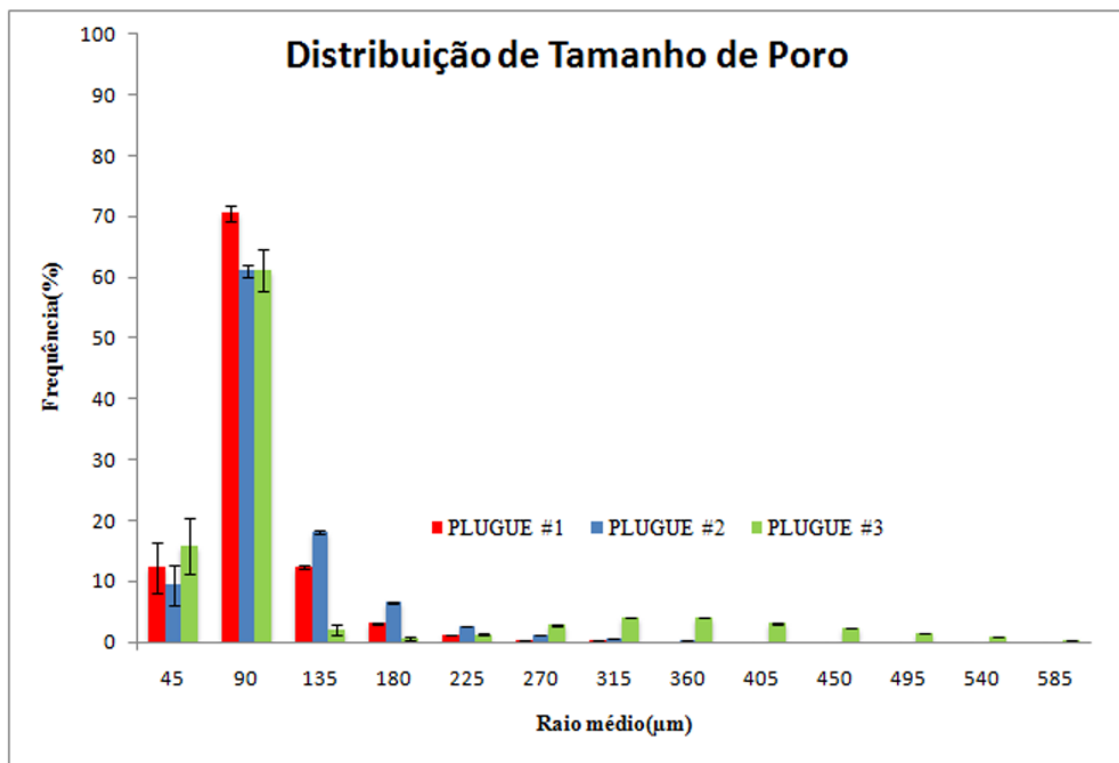


Figura 5.19: Distribuição estatística de tamanho de poro para os três plugues de rochas.

5.2.3. Aplicação: Caracterização de concreto

Na figura 5.20 são apresentadas as imagens de cortes da amostra de concreto auto-adensável escaneadas com tensão de 80kV (a) e 130kV (b), e em função da densidade obtida por DE (c), além do modelo 3D em mapa de cores (d). Da mesma

forma que ocorreu para as amostras de rochas reservatórios, a rotina computacional foi capaz de fornecer informações a respeito da densidade. A amostra de concreto apresentou densidade média de $(2,51 \pm 0,61) \text{g/cm}^3$. A densidade da amostra, conforme apresentado na tabela 4.5, é de $2,62 \text{g/cm}^3$ (discrepância relativa entre o valor teórico e experimental de 4,2%). A exemplo do que se observou nas amostras de rochas *Indiana Limestone* e *Silurian Dolomite*, onde é observado menores variações nos valores de densidade, também se observou uma menor discrepância entre o valor medido e o esperado de densidade na amostra de concreto.

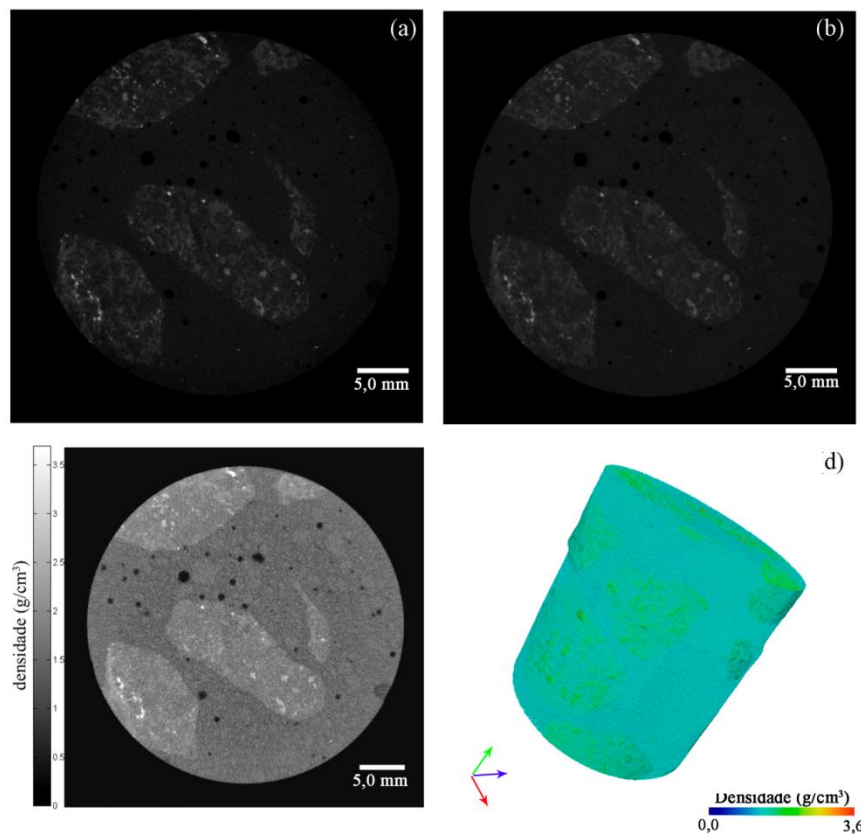


Figura 5. 20:Reconstruções de seções transversais da amostra de concreto provenientes de microCT-DE para o sistema A, calibrado a operar com 80 kV (a), 130 kV (b). Em (c) observa-se a mesma fatia e em (d) modelo 3D da amostra descrita em função da densidade.

A estrutura porosa é uma característica de extrema importância em materiais cimentícios, pois influenciam diretamente nas propriedades mecânicas e durabilidade desses materiais, de forma que o estudo desses materiais é de grande interesse, embora caracterizar a porosidade corretamente seja ainda seja um grande desafio (BERNADES *et al.*, 2015). As técnicas mais empregadas para se calcular a porosidade de concreto, assim como para outros materiais porosos, são por intrusão de Hélio, intrusão de mercúrio e por métodos de saturação. Onde a técnica usando He permite se alcançar microporos que não podem ser infiltrados por moléculas maiores (TAUBERT *et al.*, 2014), de forma que a porosimetria por He é uma técnica eficiente no estudo de porosidade de materiais tais como o concreto servindo de parâmetro para

avaliar qualidade dos resultados de microCT.

Na tabela 5.6 são apresentados os valores de porosidade obtidos na amostra estudada. Pode-se observar que os valores de porosidade obtidos por microCT em uma única energia, tanto utilizando tensões de 80 kV ou 130 KV, e em DE são muito próximos, embora utilizando a metodologia DE a porosidade é ligeiramente mais próximo do resultado utilizando porosimetria por He.

Tabela 5. 6: Valores de porosidade obtidos por microCT e porosimetria He para amostra de concreto.

| Amostra | Porosidade (%) | | | Porosimetria He |
|----------|----------------|-----------|---------------|-----------------|
| | 80 Kv | 130 kV | Dupla Energia | |
| Concreto | 8,33±0,45 | 7,79±0,67 | 8,91±0,58 | 9,74 |

Por possuir baixa microporosidade, uma região de tamanho de poro onde a microCT é limitada pela resolução espacial do sistema, os resultados de microCT se mostraram de acordo com os resultados fornecidos pela técnica considerada mais eficiente na quantificação de porosidade. A distribuição de tamanho de poro apresentada na figura 5.21 demonstra que existe um grande percentual de poros com o raio médio superior a resolução espacial superior a 45µm. Como aconteceu para amostra de rocha *Idaho Gray Sandstone*, os ensaios de microCT apresentaram resultados bastante acurados, o que sugere que a técnica é eficiente no cálculo de porosidade total, porém deve-se considerar as características de tamanho de poro da amostra.

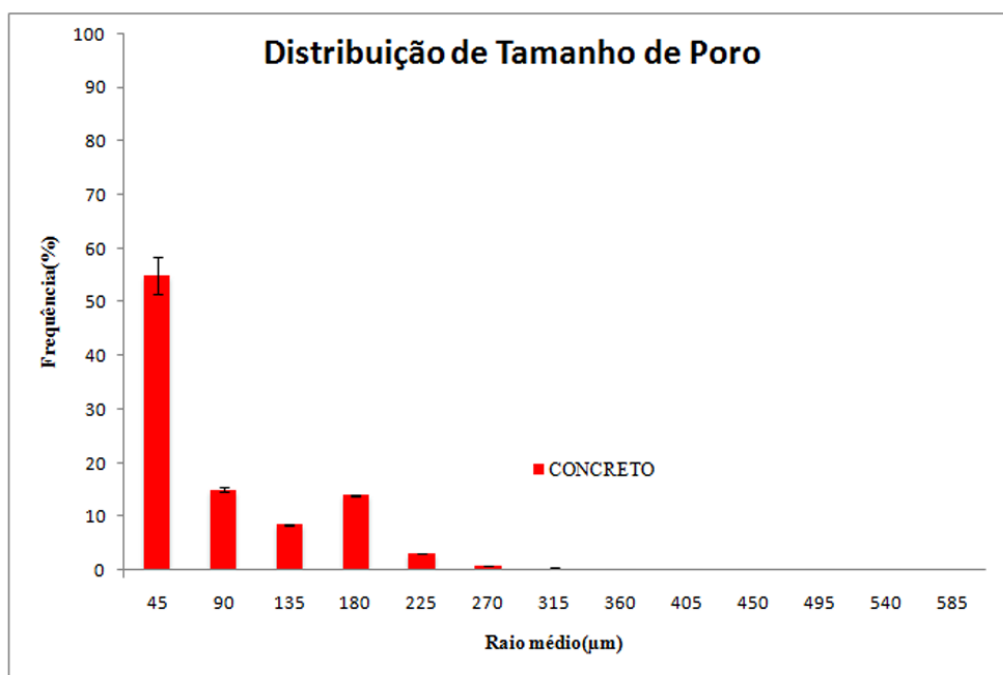


Figura 5. 21: Distribuição estatística de tamanho de poro para a amostra de concreto.

6. Conclusões e Sugestões

O estudo dos parâmetros de qualidade de imagem realizado neste trabalho teve por objetivo prover um melhor conhecimento dos sistemas de microCT para utilizá-los de forma mais eficiente nas diversas aplicações a que eles são submetidos, uma vez que os equipamentos em questão vêm sendo empregado para ensaios em materiais de diversas áreas: Industrial, biológica, geológica e arqueológica.

Para cada tipo de material e problema que se busca resolver, um parâmetro de qualidade pode sobressair em relação aos demais, sendo assim, as melhores condições de operação do sistema não podem ser completamente definidas de uma forma geral, sendo necessário levar em consideração qual será a sua aplicação. De forma semelhante, a definição de qual sistema é mais adequado fica por conta de características particulares destes, enquanto o sistema A é um sistema de bancada capaz de manipular objetos de pequenas dimensões e que demandam baixa energia, o sistema B pode ser utilizados em maior número de aplicações, desde materiais de grandes dimensões e de alta densidade, devido ao tubo de raios X de alta potência, até aplicações com intuito de investigar estruturas da ordem de nanômetros, devido ao tubo de raios X de baixa potência.

Os estudos para obtenção de imagens em Dupla-Energia, com objetivo de se aplicar uma metodologia eficiente na caracterização de objetos homogêneos, onde métodos convencionais não são capazes de distinguir pequenas variações no coeficiente de atenuação do objeto avaliado, se mostraram promissores. Ao se calibrar o sistema de microCT A com materiais homogêneos de características bem conhecidas, foi possível obter os coeficientes de energia necessários para utilização das equações de Dupla-Energia quando se tem uma fonte raios X policromática. Para processar as imagens obtidas nas duas energias distintas e gerar o novo conjunto de imagens em função da densidade, uma rotina computacional em MATLAB foi desenvolvida. Essa rotina atendeu a tarefa de geração e armazenamento das novas imagens, contudo ela pode ser aprimorada a fim de se reduzir o tempo de processamento, além da possibilidade de se desenvolver uma interface gráfica para o usuário.

Foram estudadas quatro amostras, três amostras de rochas reservatórios e uma amostra de concreto auto-adensável. A partir da metodologia DE os valores de densidade média dessas amostras foram obtidas. Quando comparadas com os valores

teóricos de densidade, o desvio relativo dessas medidas variaram entre 1,5% a 16,6%, onde foi possível observar que este desvio se relaciona a homogeneidade da amostra que se observa pelos modelos 3D e descrevem a densidade da amostra.

Os resultados obtidos apontaram a possibilidade de se obter imagens de qualidade em função da densidade do objeto escaneado. O conjunto de imagens geradas foi escrito em tons de cinza, formato BMP, e foram processada no software comercial de processamento de imagem AVIZO sob as mesmas condições que as imagens originais fornecendo informações quantitativas e qualitativas das amostras estudadas.

Os resultados de porosidade por porosimetria por intrusão de gás Hélio serviram de parâmetro para se avaliar a qualidade dos resultados de porosidade avaliados por microCT. Nestes ensaios se observou que a microCT-DE fornece resultados melhores de porosidade total quando comparados com a microCT convencional. Contudo, o maior limitante da qualidade dos resultados de porosidade utilizando a microCT é a resolução espacial do sistema. Amostras com a forte presença de microporosidade, que são dificilmente detectados pela microCT, apresentam valores de porosidade bem inferior aos resultados de porosimetria de He, porém essa diferença diminui para amostras que tem como característica um espaço poroso com a presença de poros de maiores dimensões (*voids*). A vantagem da microCT sobre outras técnicas é a possibilidade de se investigar a estrutura interna do objeto, a distribuição e forma do espaço poroso por exemplo, de maneira que essas técnicas se tornam complementares.

A partir do estudo desenvolvido na presente tese, a perspectiva para o desenvolvimento de trabalhos futuros pode seguir nas seguintes direções:

- Como discutido, ao se escanear um objeto em duas energias distintas é possível adquirir informações sobre sua densidade e o número atômico efetivo, com a combinação destes resultados, a princípio, é possível avaliar a composição da amostra estudada. De forma que a implementação desta metodologia para obtenção de imagens em função do número atômico efetivo combinado com um banco de dados contendo informações sobre densidade e número atômico de diversos materiais para finalmente uma completa caracterização de materiais homogêneos.
- A partir de curvas de calibrações adequadas, em intervalos de densidade diferentes, aplicar a metodologia de Dupla-Energia desenvolvida na caracterização de espaços porosos de materiais de natureza diferentes das estudadas neste trabalho, tais como, materiais industriais e/ou biológicos.

Referências Bibliográficas

- AIVAREZ R. E., MACOVSKI, A., 1976, “Energy-selective Reconstruction in X-ray Computerized Tomography”, *Phys. Med. Biol.*, v. 21, n. 5, pp. 733-744.
- ALVES, H., LIMA, I., ASSIS, J. T., GERALDES, M., LOPES, R. T., 2014. “Comparison of pore space features by thin sections and X-ray microtomography”, *Applied Radiation and Isotopes*, 94, pp. 182-190.
- ALVES, H., LIMA, I., LOPES, R. T., 2014, “Methodology for attainment of density and effective atomic number through dual energy technique using microtomographic images”, *Applied Radiation and Isotopes*, v. 89, pp. 6-12.
- ALVES, H., LIMA, I., ASSIS, J. T., NEVES. A. A., LOPES. R. T., 2015. “Mineralogy evaluation and segmentation using dual-energy microtomography”, *X-ray Spectrometry*, v. 44, pp. 99-104.
- ASTM INTERNATIONAL, 2013, E2903-13, “Standard Test Method for Measurement of the Effective Focal Spot Size of Mini and Micro Focus X-ray Tubes”.
- BARRET, J. F., KEART, N., 2004, “Artifacts in CT: Recognition and Avoidance”, *Radiographics*, v. 24, n. 6, pp. 1679-1691.
- BAUER, R. F., KERL, J. M., WEBER *et al.*, 2011, “Lung perfusion analysis with dual energy CT in patients with suspected pulmonary embolism – Influences of window settings on the diagnosis of underlying pathologies of perfusion defects”, *European Journal of Radiology*, v.80, pp. e476-e482.
- BECKMANN, F., HERZEN, J., HAIBEL *et al.*, 2008, “High density resolution in synchrotron-radiation-based attenuation-contrast microtomography”. In: *Proc. SPIE 7078, Developments in X-Ray Tomography VI*, 70781D, pp. 1-13, San Diego, Ago.
- BERNARDES, E. E., CARRASCO, E. V. M., VASCONCELOS, W. L., MAGALHÃES, A. G., 2015, “X-ray microtomography (μ -CT) to analyze pore structure of a Portland cement composite based on the selection of different regions of interest”. *Construction and Building Materials*, v. 95, pp. 703-709.
- BOGGS Jr., S. *Principles of Sedimentology and Stratigraphy*, 4. Ed. Pearson Prentice Hall, New Jersey, U. S. A., 2006.
- BORD, S., CLEMENT, A., LECOMTE, J. C. *et al.*, 2002, “An X-ray tomography facility for I.C. industry at STMicroelectronics Grenoble”, *Microeletronic Engineering*, v. 61-62, pp. 1069-1075.

- BREEN, C., CLEGG, F., HERRON, M. M. *et al.*, 2008, “Bulk mineralogical characterization of oilfield reservoir rocks and sandstones using Diffuse Reflectance Infrared Fourier Transform Spectroscopy and Partial Least Squares analysis”, *Journal of Petroleum Science and Engineering*, v. 60, pp. 1-17.
- BRITISH STANDARD, EN 12543-5:1999, “Measurement of the effective focal spot size of mini and micro focus X-ray tubes”. *Non-destructive testing – Characteristics of focal spots in industrial X-ray systems for use in non-destructive testing*, Part 5, Londres, Inglaterra, BSI, 1999.
- BUSHBERG, J. T., SEIBERT, J. A., LEIDHOLDT, E. M., BOONE, J. M., “Computed Tomography”. In: John, J, Snyder, A., George, T. (eds), *The Essential Physics of Medical Imaging*. 2. ed., Chapter 13, Philadelphia, USA, Lippincott Williams & Wilkins, 2002.
- BUZUG, T. M., 2008. *Computed Tomography: From Photon Statistics to Modern Cone-Beam CT*. Verlag Berlin Heidelberg, Springer.
- CALADO, C. F. A., 2015. *Concreto auto-adensável: alternativa ao concreto convencional em climas quentes*. Tese de D. Sc., Universidade do Minho, Braga, Portugal. Disponível em: <http://repositorium.sdum.uminho.pt/handle/1822/3>. Acessado em: 08 de Agosto de 2016.
- CAVALCANTI, D. J. H., *Contribuição ao estudo propriedades do concreto auto-adensável visando suas aplicações em elementos estruturais*. Dissertação de M. sc., Universidade Federal de Alagoas, Maceió, Alagoas, Brasil. Disponível em: http://www.ctec.ufal.br/posgraduacao/ppgec/dissertacoes_arquivos/Dissertacoes/Diogo%20Jatoba%20de%20Holanda%20Cavalcanti.pdf. Acessado em: 02 de Setembro de 2016.
- CESAREO, R., 2000. *X-ray physics: Interaction with matter, production, detection*. La Rivista del Nuovo Cimento, v. 23, pp. 1-231.
- CHAOUKI, J., LARACHI, F., DUDUKOVIC, M. P, 1997, “Noninvasive Tomographic and Velocimetric Monitoring of Multiphase Flows”, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v.36, pp. 4476-4503.
- CNUUDE, V., BOONE, M. N., 2013, “High-resolution X-ray computed tomography in geosciences: A review of the current technology and applications”, *Earth-Science Review*, v. 123, pp. 1-17.
- DAVIS, G. R., 1997, “Image Quality in X-Ray microtomography”. In: *Proc. SPIE 3149, Developments in X-Ray Tomography VI*, 70781D, pp. 213-221, San Diego, Out.

DE CHIFFRE, L., CARMIGNATO, S., KRUT, J. –P. *et al.*, 2014, “ Industrial applications of computed tomography”. *CIRP annals – manufacturing Technology*, v. 63, pp. 655-677.

DOYUM, A. B., NABEL, E., 1991, “A practical and convenient method for the measurement of focal spots of industrial X-ray tubes”. *NDT&E International*, v. 24, n. 3, pp. 145-149.

DUDAK, J., ZEMLICKA, J., KREJCI, F. *et al.*, 2015, “X-ray micro-CT scanner for small animal imaging based on timepix detector technology”, *Nuclear Instruments Methods in Physics Research A*, v. 773, pp. 81-86.

DU, L. Y., UMOH, J., NIKOLOV, H. N. *et al.*, 2007, “A quality assurance phantom for the performance evaluation of volumetric micro-CT systems”, *Physics in Medicine and Biology*, v. 52, pp. 7087-7108.

DYSON, N. A., “The absorption and scattering of X-rays”. *X-rays in atomic and nuclear physics*. 2. ed., Chapter 5, Londres, Inglaterra, Longman, 1990.

ENGELHARDT, M., BAUMANN, J., 2006, “Determination of size and intensity distribution of the focal spot of a microfocus X-ray tube using image processing”. In: *Proc. ECNDT 2006*, Th.2.5.4., pp. 1-13, Berlin, Set.

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, EN 14784-1, “Classification of systems”. Non-destructive testing – Industrial computed radiography with storage phosphor imaging plates, Part 1, 2005.

FEI, 2016. “Avizo user’s guide”, Disponível em: <<https://www.fei.com/software/avizo-3d-user-guide.pdf>>. Acessado em: 06 de Agosto de 2016.

FELDKAMP, L. A., DAVIS, L. C., KRESS, W., 1984, “Practical cone-beam algorithm”, *Jornal Optical Society of America*, v. 1, n. 6, pp. 612-619.

FESER, M., GELB, J., CHANG, H. *et al.*, 2008, “Sub-micron resolution CT for failure analysis and process development”, *Measurement Science Technology*, v. 19, pp. 1-8.

FUSI, N., MARTINEZ-MARTINEZ, J., 2013, “Mercury porosimetry as a tool for improving quality of micro-CT images in low porosity carbonate rocks”, *Engineering Geology*, v. 166, pp. 272-282.

GENANT, H. K., BOYD, D., 1977. “Quantitative Bone Mineral Analysis Using Dual Energy Computed Tomography”, *Investigative Radiology*, v. 12, pp. 545-551.

GENERAL ELECTRICS MEASUREMENT & CONTROL. “Phoenix V|tome|x m, Powerful versatile X-ray microfocus CTR system for 3D metrology and analysis with up to 300 kV/500 W”. Wunstorf, Alemanha: 2014, pp. 1-4.

GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGIES. “A guide to the inspection and analysis of electronic packages”. Wunstorf, Alemanha: 2009, pp. 1-8.

GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGIES. “Operating Instructions, X-ray inspection system v|tome|x m”. Wunstorf, Alemanha: 2010a, pp. 1-165.

GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGIES. “Phoenix diamond window”. Wunstorf, Alemanha: 2010b, pp. 1-2.

GONZALEZ, R. C., WOODS, R. E., EDDINS, S. L., “Introduction”. *Digital Imaging Processing Using MATLAB*, 2. ed, Chapter 1, Knoxville, USA, Gatesmark Publishing, 2009.

GONZALEZ, R. C., WOODS, R. E., “Image Segmentation”. *Digital Image Processing*, 3, chapter 10, New Jersey, USA, Prentice Hall, 2010.

HAMAMMATSU PHOTONICS. “130 kV Microfocus X-Ray Source L9181-2”. Iwata, Japão: 2012a, pp. 1-4.

HAMAMMATSU PHOTONICS. “Flat Panel Sensor Hamamatsu C7942SK-05”. Hamamatsu, Japão: 2012b, pp. 1-6.

HAMES, M. H., FLYNN, M. J., REIMANN, D. A., 1993. “Measurement of very small (1-10 micron) X-ray Focal Spot Intensity Distributions”. In: *Nuclear Science Symposium and Medical Imaging Conference*, pp. 1331-1333, Orlando, Out.

HASEGAWA, B. H., 1991. *The physics of X-ray imaging*. Madison, Medical Physics Publishing.

HSIEH, J., 2009. *Computed Tomography: Principles, Design, Artifacts, and Recent Advances*. 2 ed. New York, John Wiley & Sons.

HOUNSFIELD, G. N., 1973, “Computerized transverse axial scanning (tomography): Part I. Description of system”, *British Journal of Radiology*, v.46, pp. 1016-1022.

JUDY, P. F., 1976, “The line spread function and modulation transfer of a computed tomographic scanner”, *Medical Physics*, v. 3, n. 4, pp. 233-236.

JUSTICE, I., DERBY, B., DAVIS, G., *et. al.*, 2003, “Characterisation of void and reinforcement distributions in a metal matrix composite by X-ray edge-contrast microtomography”, *Scripta Materialia*, v. 48, pp. 1259-1264.

KEMERINK, G. J., KRUIZE, H. ., LAMERS, R. J. S., 1996, “Density resolution in quantitative computed tomography of foam and lung”, *Medical Physics*, v. 23, n. 10 , pp. 1697-1708.

KEMERINK, G. J., KRUIZE, H. ., LAMERS, R. J. S., 1997, “The CT’s sample volume

- as an approximate, instrumental measure for density resolution in densitometry of the lung”, *Medical Physics*, v. 24, n. 10, pp. 1615-1620.
- KIM, K. Y., YUN, T. S., PARK, K. P., 2013, “Evaluation of pore structure and cracking in cement paste exposed to elevated temperatures by X-ray computed tomography”, *Cement and Concret Research*, v. 50, pp. 34-40.
- KNOLL, G. F., 2000. *Radiation Detection and Measurement*. 3 ed. New York, Jonh Wiley & Sons.
- KRUTH, J. P., BARTSCHER, M., CARMIGNATO *et al.*, 2011, “Computed tomography for dimensional metrology”, *CIRP Annals – Manufacturing Technology*, v. 60, pp. 821-842.
- LANDIS, E. N., KEAVE, D. T., 2010, “X-ray microtomography”, *Material Characterization*, v. 61, pp. 1305-1316.
- LIN, Q., Al-Khulaifi, BLUNT, M. J., BIJELJIC, B., 2016, “Quantification of sub-resolution porosity in carbonate rock by applying high-salinity contrast brine usin X-ray microtomography differential imaging”, *Advances in Water Resources*, v. 96, pp. 306-322.
- LI, H., ZHANG, H., TANG, Z. *et al.*, 2007, “Micro-computed tomography for small animal imaging: Technological details”, *Progress in Natural Science*, v. 18, pp. 513-521.
- LONG, H., SWENNEN, R., FOUBERT, A. *et al.*, 2009, “3D quantification of mineral components and porosity distribution in Westphalian C sandstone by microfocus X-ray computed tomography”, *Sedimentary Geology*, v. 220, pp. 116-125.
- LOPES, R. T., ROCHA, H. S., DE JESUS, E. F. O. *et al.*, 2003, “X-ray transmission microtomography using synchrotron radiation”, *Nuclear Instruments and Methods In Physics Research A*, v. 505, pp. 604-607.
- LOVEA, M., OAIE, G., RICMAN, C. *et al.*, 2009, “Dual-energy X-ray computer axial tomography and digital radiography investigation of cores and other objects of geological interest”, *Engineering Geology*, v. 103, pp. 119-126.
- MACHADO, A. C., OLIVEIRA, T. J. L., CRUZ, F. B. *et al.*, 2015, “X-ray microtomography of hydrochloric acid propagation in carbonate rocks”, *Applied Radiation and Isotopes*, v. 96, pp. 129-134.
- MADSEN, J., U., 1989, “Focal spot size measurements for microfocus X-ray sets ”, *NDT International*, v.22, n. 5, pp. 292-296.
- METSCHER, D. B., 2009, “MicroCT for comparative morphology: simple staining

methods allow high-contrast 3D imaging of diverse non-mineralized animal tissues”, *BMC Physiology*, v. 9, pp. 1-14.

MUDRY, K. M., PLONSEY, R., BRONZINO, J. D., “Computed Tomography”. *Principles and Applications in Engineering Series Biomedical Imaging*. 2, Chapter 9, Boca Raton, USA, CRC press LLC, 2003.

NACHTRAB, F., WEIS, S., KEBLING, P. *et. al.*, 2011, “Quantitative material analysis by dual-energy computed tomography for industrial NDT applications”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, v. 663, S159-S162.

OLIVEIRA, J., “Física das Radiações”, *OdontoUP*, 2012. Disponível em: <http://odontoup.com.br/fisica-das-radiacoes/>, Acesso em: 14 out. 2015, 14:30:00.

PADGETT, R., KOTRE. C. J., 2004, “Assessment of the effects of pixel loss on image quality in direct digital radiography”, *Physics In Medicine and Biology*, v. 49, pp. 977-986.

PRANTER, M. J., HIRSTIUS, B., BUDD, D. A., 2005, “Scales of lateral petrophysical heterogeneity in dolomite lithofacies as determined from outcrop analogs: Implications for 3-D reservoir modeling”, *AAPG Bulletin*, 89, pp. 645-662.

REMEYSEN, K., SWENNEN, R., 2007, “Application on microfocus computed tomography in carbonate reservoir characterization: Possibilities and limitations”, *Marine and Petroleum Geology*, v. 25, pp. 486-499.

RIQUE, A. M., MACHADO, A. C., OLIVEIRA, D. F. *et. al.*, 2015, “X-ray imaging inspection of fiberglass reinforced by epoxy composite”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, v. 349, pp. 184-191.

RUECKEL, J., STOCKMAR, M., PFEIFFER, F. *et. al.*, 2014, “Spatial resolution characterization of a X-ray micro-CT system”, *Applied Radiation and Isotopes*, v. 94, pp. 230-234.

RUTHERFORD, R. A., PULLAN, B. R., ISHERWOOD, I., 1976, “Measurement of Effective Atomic Number and Electron Density Using EMI Scanner”, *Neuroradiology*, v.11, pp. 15-21.

SALAMON, M., HANKE, R., KRÜGER, R., *et. al.*, 2008, “Comparison of different methods for determining the size of a focal spot of microfocus X-ray tubes”, *Nuclear Instruments and Methods In Physics Research A*, v. 591, pp. 54-58.

SAMEI, E., FLYNN, M. J., REIMANN, D. A., 1998, “A method for measuring the presampled MTF of digital radiographic systems using an edge test device”, *Medical Physics*, v.25, n.1, pp. 102-113.

- SCHWARZ, F., RUZSICS, B., SCHOEPF, U. J. *et. al.*, 2008, ‘‘Dual-energy CT of the heart – Principles and protocols’’, *European Journal Radiology*, v.68, pp. 423-433.
- SELLEY, R. C., *Applied Sedimentology* 2. Ed., Academic Press, San Diego, U. S. A., 2000.
- SHELLEY MEDICAL IMAGING TECHNOLOGIES. ‘‘Micro-CT performance Phantom User`s Manual’’. Ontario, Canada, 2008, pp. 1-29.
- SIDDIQUI, S., KHAMEES, A. A., 2004. ‘‘Dual-Energy CT-Scanning Applications in Rock Characterization’’. In: *Proceedings of the SPE Annual Technical Conference and Exhibition*, pp. 1-9, Houston, Set.
- SIMÕES, C.C., CAMPOS, P. S. P., 2013. ‘‘Influência do tamanho do voxel na qualidade da imagem tomográfica; Revisão de literatura.’’, RFO, v. 18, n. 3, pp. 361-364.
- SINHA, P. K., HALLECK, P., WANG, C. H., 2006, ‘‘Quantification of Liquid Water Saturation in a PEM fuel cell diffusion medium using x-ray microtomography’’, *Electrochemical and Solid-State Letters*, v. 9, pp. A344-A348.
- SKYSCAN: Skyscan 1173 – User Guide, 2009. Disponível em: <http://bruker-microct.com/products/downloads.htm>. Acesso em: 16 de Junho de 2015, 16:00:00.
- STOCK, S. R., 1999, ‘‘X-ray microtomography of materials’’, *International Materials Reviews*, v. 44, n. 4, pp. 141-164.
- TAHUATA, L., SALATI, I. P. A., Di PRINZIO, R., *et. al.* *Radioproteção e Dosimetria: Fundamentos*. Instituto de Radioproteção e Dosimetria-CNEM, 1999. Disponível em: http://www.ird.gov.br/index.php?option=com_docman&task=cat_view&gid=60&Itemid=49. Acesso em: 5 de Março de 2015, 12:13:30.
- TAUBERT, M., BECKMANN, J., LANGE, A., ENKE, D., KLEPEL, O., 2014, ‘‘Attempts to design porous carbon monoliths using porous concrete as a tamplate’’, *Microporous and Mesoporous Materials*, v. 197, pp. 58-62.
- TSUCHIYAMA, A., NAKANO, T., UESUGI, K. *et. al.*, 2013, ‘‘Analytical dual-energy microtomography: A new method for obtaining three-dimensional mineral phase images and its application to Hayabusa samples’’, *Geochimica et Cosmochimica Acta.*, v. 116, pp. 5-16.
- VAN GEET, M., SWENNEN, R., WEVERS, M., 2000, ‘‘Quantitative analysis of reservoir rocks by microfocus X-ray computerized tomography’’, *Sedimentary Geology*, v. 132, pp. 25-36.
- VAN GEET, M., SWENNEN, R., WEVERS, M., 2001, ‘‘Toward 3-D petrography:

application of microfocus computer tomography in geological science”, *Computers & Geoscience*, v. 27, pp. 1091-1099.

VESTER-CHISTENSEN, M., ERBOU, S. G. H., HANSEN, M. F. *et. al.*, 2009, “Virtual dissection of pig carcasses”, *Meat Science*, v. 81, pp. 699-704.

WATTS, J. F., 2010, “The potential for the application of X-ray photoelectron spectroscopy in forensic science”, *Surface and Interface Analysis*, v. 42, pp. 358-362.

WILDENSCHILD, D., SHEPPARD, A. P., 2013, “X-ray imaging and analysis techniques for quantifying pore-scale structure and processes in subsurface porous medium systems ”, *Advances in Water Resources*, v.51, pp. 217-246.

X-RAYS WORX, Superior Microfocus Technology, Microfocus X-Rays Tubes from X-Ray Worx. Disponível em: <http://www.x-ray-worx.com/joomla/index.php/en/component/content/article/112-kategorie-alle/produkte/111-types-of-microfocus-x-ray-tubes.html?showall=1&limitstart=>. Acesso em: 15 out. 2015, 13:12:00.

YING, Z., NAIDU, R., CRAWFORD, C. R., 2006, “Dual energy computed tomography for explosive detection”, *Journal of X-ray Science and Technology*, v. 14, pp. 235-256.

YOUNG, I. T., GERBRANDS, J. J., VAN VLIET, L. J “Noise”. *Fundamentals of Image Processing*, Chapter 6, Delft, Holanda, Delft University of Technology, 1995.

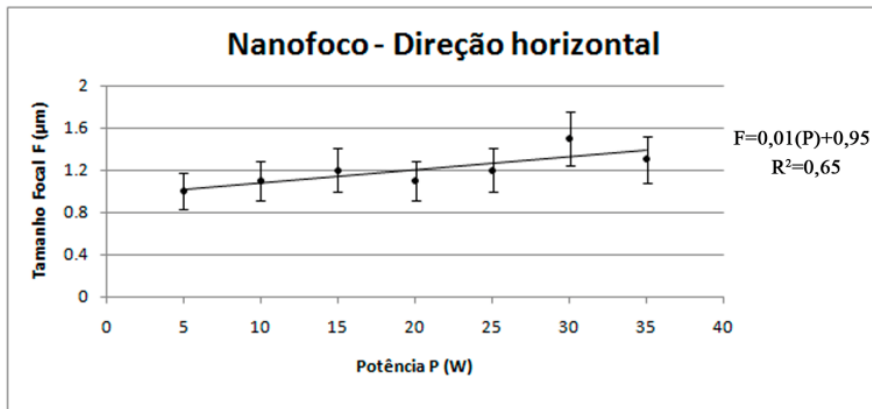
Anexo A

Neste anexo é apresentado os resultados experimentais de tamanho focal para o tubo de raios X nanofoco do sistema B (descrito no capítulo 4). A metodologia aplicada para obtenção desses resultados é a mesma aplicada para o tubo de raios X do sistema A e o tubo de raios X microfoco do sistema B. Na tabela A.1. é apresentado os valores de potência para os quais o tubo foi ajustado para a realização deste estudo.

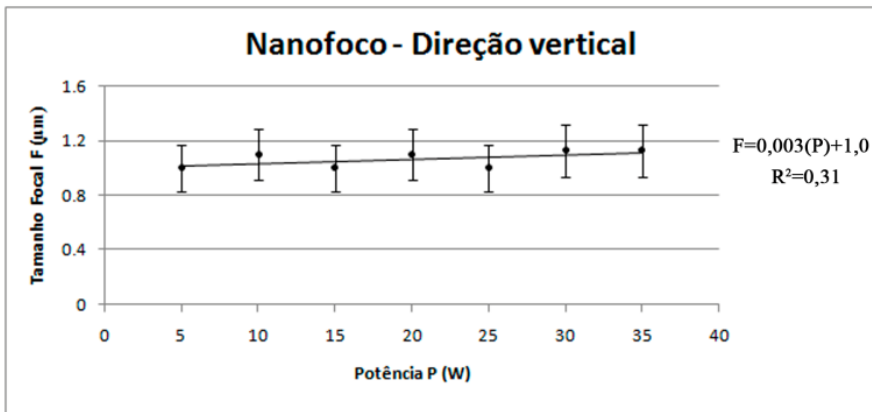
Tabela A. 1: Parâmetros utilizados para obtenção da curva de tamanho focal do tubo de raios X nanofoco no Sistema B.

| Potência (W) | Tensão (kV) | Corrente (μ A) |
|--------------|-------------|---------------------|
| 5 | 125 | 40 |
| 10 | 125 | 80 |
| 15 | 125 | 120 |
| 20 | 125 | 160 |
| 25 | 125 | 200 |
| 30 | 125 | 240 |
| 35 | 125 | 280 |

Os resultados de tamanho focal para o tubo nanofoco se encontra nas figura A.1. De acordo com estes resultados, o tamanho focal mínimo obtido para o tubo nanofoco foi igual a $(1,10\pm 0,17)\mu\text{m}$ tanto na direção horizontal quanto vertical. O valor esperado para este resultados, a partir de dados do fabricante, é da ordem de $1\mu\text{m}$. A significativa redução da penumbra geométrica que ocorre devido a dimensão do tamanho do ponto focal alcançada permite que o sistema opere com detectabilidade de até $0,2\mu\text{m}$ (GENERAL ELETRICS SENSING & INSPECTION TECHNOLOGY, 2009).



(a)



(b)

Figura A. 1: Gráfico do comportamento do tamanho focal em função da potência do tubo de raio X nanofoco: (a) na direção horizontal; (b) na direção vertical.

Anexo B

Neste anexo é apresentado o código desenvolvido em Matlab utilizado na tese:

```
%Arquivo de programa para gerar imagens em funcao da densidade
%Avaliando dois conjuntos de imagens de uma mesma amostra rochosa para
%fornecer informações mineralógicas.
%=====
%%%%%%%%%% PRE PROCESSAMENTO %%%%%%%%%%%
%=====
%Limpar janela de comandos e remover figuras, variáveis e funções:
close all; clear all; clc;

%=====
%Armazenar as constantes de energia fornecidas pelo usuário:

A_LE=Informação fornecido pelo usuário (I.F.U.)%constante A para baixa energia.
A_ME=I.F.U.%constante A para média energia.
B_LE=I.F.U.%Constante B para baixa energia.
B_ME=I.F.U.%Constante A para média energia.

%=====
% Armazena informações do intervalo dinâmico (mínimos e máximos do intervalo dinâmico):

m_LE=I.F.U.%Mínimo de intervalo dinâmico em baixa energia.
M_LE=I.F.U.%Máximo de intervalo dinâmico em baixa energia.
m_ME=I.F.U.%Mínimo de intervalo dinâmico em média energia.
M_ME=I.F.U..%Máximo de intervalo dinâmico em média energia.

%=====
%Seleciona as imagens a serem processados no diretório informado pelo
%usuário:

LE_list=dir(I.F.U.);
ME_list=dir(I.F.U.);

%=====
%Checagem do numero de imagens de cada um dos conjuntos, em caso de
%divergência o programa informa a ocorrência de erro:

size_LE_list=size (LE_list,1);%número de imagens em baixa energia.
size_ME_list=size (ME_list,1);%número de imagens em alta energia.

if (size_LE_list ~= size_ME_list)
    fprintf('ERROR: STACKS com diferente número de imagens.\n')
    break
else
end

%=====
% células criadas para armazenamento das imagens em densidade.

densidade_cell=cell(size_LE_list, 1);

%=====
%Definicao do nome raiz das imagens:

nome_le=LE_list(1).name;
nome_me=ME_list(1).name;
```

```

character =1;
while nome_le(character)==nome_me(character);
nome_base(character)=nome_le(character); %variável que armazena o...
character=character+1; %nome das imagens.
end
%=====
%PROCESSAMENTO %
%=====
%"Loop" que processa os pares de imagens obtidas em baixa e média energia

for z=1:size_LE_list
%le e me são as imagens obtidas em baixa e média energia escritas em
%função do coeficiente de atenuação.

le=(double(imread(LE_list(z).name))/255*(M_LE-m_LE))+m_LE;
me=(double(imread(ME_list(z).name))/255*(M_ME-m_ME))+m_ME;
%=====

%Checagem das dimensões de cada uma das imagens, em caso de
%divergência o programa informa a ocorrência de erro:
X_LE=size (le,1);
Y_LE=size (le,2);
X_ME=size (me,1);
Y_ME=size (me,2);

if (X_LE ~= X_ME) || (Y_LE ~= Y_ME)
fprintf('ERROR: IMAGES WITH DIFFERENT DIMENSIONS');
break
else
end

%=====
%Loops que operam pixels das imagens:
%definição da matriz utilizada no processamento das imagens:
dens=zeros(X_LE); %densidade

for x=1:X_LE
for y=1:Y_LE

%calculo dos valores em densidade:
dens(x,y)=abs(((B_ME*le(x,y))-(B_LE*me(x,y)))...
/( (B_ME*A_LE)-(B_LE*A_ME)));
end
end

%definição da densidade máxima e mínima da imagem:

if z ==1
valor_minimo=min(min(dens)');%menor valor de densidade.
valor_maximo=max(max(dens)');%maior valor de densidade.
elseif z~=1

if valor_minimo>=min(min(dens)');
valor_minimo=min(min(dens)');
else
end
if valor_maximo>=max(max(dens)');
valor_maximo=max(max(dens)');
else
end
end
densidade_cell{z,1}=dens;
end

```

```
bin_dens=(valor_maximo-valor_minimo)/255;%valor de densidade por nível de cinza.
```

```
%=====
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%PÓS PROCESSAMENTO%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%=====
%Armazenamento das imagens geradas:
%células que armazenam o nome das imagens geradas.
    nome=cell(size_LE_list, 1);

%endereço do diretório onde as novas imagens são armazenadas:
endereço= I.F.U.;

%=====
%Loop que armazena as imagens:

for z=1:size_LE_list
    densidade_cell{z,1}=uint8((densidade_cell{z,1}-valor_minimo)/bin_dens);
    %string que define o numero da imagem:
    numero_imagem=int2str(z);
    %nome
    nome{z,1}=strcat(endereço, nome_base, '_densidade_', numero_imagem, '.bmp');
    %Armazenamento das imagens
    imwrite(densidade_cell{z,1}, nome{z,1})
end
```

Anexo C

Neste anexo são apresentados os resumos de trabalhos científicos desenvolvidos o curso de doutorado, entre o primeiro semestre de 2013 e a presente data.

Pre-Salt Carbonate Reservoir Analog Selection for Stimulation Optimization

A. Pepin, N. Bize-Forest, S.J. Montoya Padilla, C. Abad, and P. Schlicht, Schlumberger; A. de Castro Machado,
Lima, A. de Paiva Teles, and R. Tadeu Lopes, UFRJ

Copyright 2014, International Petroleum Technology Conference

This paper was prepared for presentation at the International Petroleum Technology Conference held in Kuala Lumpur, Malaysia, 10–12 December 2014.

This paper was selected for presentation by an IPTC Programme Committee following review of information contained in an abstract submitted by the author(s). Contents of the paper, as presented, have not been reviewed by the International Petroleum Technology Conference and are subject to correction by the author(s). The material, as presented, does not necessarily reflect any position of the International Petroleum Technology Conference, its officers, or members. Papers presented at IPTC are subject to publication review by Sponsor Society Committees of IPTC. Electronic reproduction, distribution, or storage of any part of this paper for commercial purposes without the written consent of the International Petroleum Technology Conference is prohibited. Permission to reproduce in print is restricted to an abstract of not more than 300 words; illustrations may not be copied. The abstract must contain conspicuous acknowledgment of where and by whom the paper was presented. Write Librarian, IPTC, P.O. Box 833836, Richardson, TX 75083-3836, U.S.A., fax +1-972-952-9435

Abstract

Hydrocarbon production optimization in Pre-Salt carbonate reservoirs is a main focus for oil and gas research in Brazil. Stimulation treatment design optimization requires good knowledge of the reservoir properties and excellent understanding of the interaction between rock formation and treating fluid. This paper investigates these interactions through laboratory tests determining the compatibility of fluids used in matrix stimulation with different Pre-Salt carbonate rock types. The objective of this work is to relate the geology, petrophysics, and geomechanics of the Pre-Salt reservoirs to their expected stimulation response.

Because of the difficulty in obtaining downhole cores and the destructive nature of most tests, the study focused on samples collected from a Pre-Salt carbonate analog: the Coquinas formation (Schafer 1973) from the Sao Miguel quarry, northeast Brazil (Chagas de Azambuja Filho et al. 1998). A thorough geology-based study of the Coquinas formation, including routine core analysis (FZI) microtomography, and thin section study was conducted. Usually these grain-supported carbonates show different amounts and types of primary porosity, closed and reopened by multiple diagenetic phases.

Throughout the 25-m thick Coquinas reservoir, five rock types in 13 layers with permeability ranging from microdarcy to almost 1 darcy were identified. All rock types were subjected to routine mineralogy evaluation and various petrophysical, geomechanical, and spectroscopic measurements. Six of the thirteen layers were selected to perform core flow tests with a viscoelastic surfactant technology based diverting acid fluid (Al-Mutawa et al. 2005; Chang et al. 2001; Samuel et al. 1997). This is the first extensive study reporting the efficiency of a viscoelastic diverting acid system in the Pre-Salt analogue Coquinas carbonate formation outcrop cores. Spectroscopic measurement showed wormhole creation and, in some cases, rock texture alteration or fine migration. Through the study we identified the flow units and characterized the rock behavior when chemically stimulated. The conclusions from this study will enable us to tailor and optimize stimulation treatments of Pre-Salt carbonate reservoirs.

Microtomografia computadorizada para avaliação de microfissuras em pastas para cimentação de poços de petróleo

Computed microtomography to microcracks assessment in oil well cementing pastes

Camila Aparecida Abelha Rocha (1), Átila de Paiva Teles (2), Guilherme Chagas Cordeiro (3), Ricardo Tadeu Lopes (4), Inayá Lima (4), Romildo Dias Toledo Filho (5)

Pós-Doutorado, LECIV, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro

Aluno de Doutorado, LIN, PEN/COPPE/Universidade Federal do Rio de Janeiro

Professor Doutor, LECIV, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro

Professor Doutor, LIN, PEN/COPPE/Universidade Federal do Rio de Janeiro

Professor Doutor, LabEst, PEC/COPPE/Universidade Federal do Rio de Janeiro

Resumo

Em um poço de petróleo, com o objetivo de fornecer suporte mecânico e promover a vedação hidráulica das diversas zonas permeáveis, o espaço anular entre o tubo de aço e a parede do poço é preenchido com pasta de cimento. No cenário de exploração de petróleo na camada pré sal, estas pastas estão submetidas a um ambiente de alta pressão e temperatura, devido à grande profundidade dos poços. Para simular em laboratório o comportamento do material cimentício em sua condição de serviço, as pastas são curadas em câmaras especiais que reproduzem alta pressão e temperatura. Porém, após a cura, para se caracterizar as pastas quanto as suas propriedades físicas e mecânicas é necessário despressurizar a câmara, podendo surgir microfissuras na pasta durante este processo. Neste trabalho, a microtomografia computadorizada por raios X, que é um ensaio não destrutivo capaz de caracterizar estruturas internas do material inspecionado por meio da reconstrução matemática das projeções radiográficas, foi utilizada para avaliar as microfissuras na pasta cimentícia, assim como a presença de poros, quando diferentes taxas de despressurização foram empregadas. A análise e classificação das estruturas internas foram obtidas baseadas em sua intensidade de imagem e morfologia. As projeções foram obtidas com um sistema microtomográfico operando com tensão de 130 kV e 60 μ A e tamanho de pixel de 15 μ m. Os resultados indicaram que o método na análise das imagens adotado foi capaz de detectar e caracterizar microfissuras e poros apontando para uma distribuição não uniforme nas microfissuras formadas ao longo das amostras.

Palavra-Chave: Pastas para poços de petróleo, cura sob alta pressão, fissuras, microtomografia de raios X.

Abstract

In an oil well, in order to provide mechanical support and promote the hydraulic seal of various permeable zones, the annular space between the steel pipe and the well wall is filled with cement paste. In the scenario of oil exploration in the pre-salt layer, these pastes are subjected to high pressure and temperature environment, due to the ultra-depth of the wells. To simulate in the laboratory the behavior of cementitious material, in its service condition, the pastes are cured in special chambers that reproduce high pressure and temperature. However, after curing, to characterize the pastes, as the physical and mechanical properties, is required depressurize the chamber, which may lead the appearing of microcracks in the pastes during this process. In this work, computed X-ray microtomography, which is a nondestructive test capable of characterizing the internal structures of the material inspected by means of mathematical reconstruction of radiographic projections, was used to evaluate the microcracks in the cementitious paste, as well as the presence of pores, where different rates of depressurization were employed. The analysis and classification of internal structures were obtained based on their image intensity and morphology. The projections were obtained with a microtomography system operating at 130 kV and 60 μ A and 15 microns pixel size. The results indicated that the method adopted in the image analysis was able to detect and characterize microcracks and pores pointing to a non-uniform distribution along the microcracks formed in the samples.



Contents lists available at [ScienceDirect](#)
Applied Radiation and Isotopes
journal homepage:
www.elsevier.com/locate/apradiso



Porous media investigation before and after hydrochloric acid injection on a carbonate coquinas sample

A.C. Machado ^a, A.P. Teles ^a, A. Pepin ^b, N. Bize-Forest ^c, I. Lima ^a, R.T. Lopes ^{a,n}

^a Nuclear Engineering Program, Federal University of Rio de Janeiro, P.O. Box 68509, 21941-972 Rio de Janeiro, Brazil

^b Naurex, Rio de Janeiro, Brazil

^c Schlumberger BRGC, Rio de Janeiro, Brazil

HIGHLIGHTS

Porous space characterization is an important data of the carbonate reservoir.
Microtomography provides quantitative information about rock porous network.
Characterization of internal rock structures as wormhole formation.
Different image processing programs can be used to quantify the porous space.

article info

Article history:

Received 18 May 2015 Received in revised

form 18 December 2015

Accepted 5 January 2016

Available online 6 January 2016

Keywords:

X-ray Microtomography Coquina Carbonate
Pre-salt Porosity

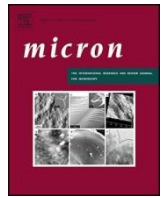
abstract

Porous space characterization of carbonate rocks is an important aid in petroleum exploration from carbonate reservoir. In this study, X-ray microtomography technique was applied to evaluate total porosity of a coquina sample extracted from pre-salt reservoir, in Brazil, before and after acid injection. Two image processing program were used in order to assess performance. The results showed that micro-tomography has potential to compute porosity of coquina samples and provides information about rock porous network.

© 2016 Elsevier Ltd. All rights reserved.



Contents lists available at
 ScienceDirect
 Micron
 journal homepage:
www.elsevier.com/locate/micron



Rock porosity quantification by dual-energy X-ray computed microtomography

A.P. Teles*, I. Lima, R.T. Lopes

Nuclear Engineering Program, Federal University of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brazil



article info

Article history:

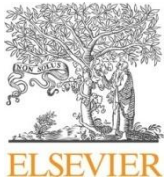
Received 10 November 2015
 Received in revised form 5 February 2016
 Accepted 5 February 2016
 Available online 8 February 2016

Keywords:

X-ray microtomography Dual-energy
 Porosity Rocks Density

abstract

Porous media investigation by X-ray microtomography allows obtaining valuable quantitative and qualitative information, while preserving sample integrity. Modern X-ray nanotomography or Synchrotron radiation systems may distinguish structures sized only hundreds of nanometers. However, pores sized less than a few microns (microporosity) may be undetectable due to the system's spatial resolution and noise in microfocus sources, compromising the quality of the measurement. In this study a dual-energy methodology was developed to generate density-based images from two scans made at two different voltages (80 kV and 130 kV) with a microfocus bench-top microtomography system. The images obtained were quantized in 256 gray levels, where the lowest value (zero) corresponded to voids and the highest value (255) corresponded to the densest regions mapped. From density images and single energy images, porosity was evaluated and compared. Results indicate that density images present better results than single energy images when both are compared with porosity obtained by the helium injection method. In addition, images acquired in dual-energy show good agreement with the sample's real density values.
 © 2016 Elsevier Ltd. All rights reserved.



Contents lists available at [ScienceDirect](#)

Journal of Petroleum Science and Engineering



Analysis of subterranean Pre-salt carbonate reservoir by X-ray computed microtomography



A.P. Teles.C. Machado ^a, A. Pepin ^c, N. Bize-Forest ^b, R.T. Lopes ^a, I. Lima ^{a,n}

^a Nuclear Engineering Program, Federal University of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, P.O. Box 68.509, 21941-972, Brazil

^b Schlumberger BRGC, Rio de Janeiro, Brazil

^c Naurex, Rio de Janeiro, Brazil

article info

Article history:

Received 5 March 2015

Received in revised form 4 August 2015

Accepted 14 March 2016

Available online 16 March 2016

Keywords: X-ray Microfocus Tomography
Carbonate Pre-Salt Porosity

abstract

The purpose of this study is to evaluate the pore space evolution of a rock sample from the coquina region of the subterranean Pre-Salt carbonate reservoir formation (later referred simply as coquina sample) subjected to hydrochloric acid flow through the whole sample. For that purpose, X-ray computed tomography with a microfocus source was used in order to evaluate the porous media space. The results show that the branches of the wormhole divert away from the areas near the main channel and the quartz volume decreases after acidification. From the porous space 3D model it could be verified that, although the acid reacts with the most porous part of the medium, the wormhole also crosses regions of lower porosity. Such a process leads to an increase in the total porosity of the carbonate rock.

© 2016 Elsevier B.V. All rights reserved.