

## CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS CERÂMICOS ATRAVÉS DA MICROTOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA 3D

Inayá Lima (\*), Carlos Appoloni (\*\*), Luis de Oliveira (\*\*\*) e Ricardo Tadeu Lopes (\*);  
 (\*) Laboratório de Instrumentação Nuclear – COPPE/UFRJ; (\*\*) Laboratório de Física Nuclear Aplicada –  
 Universidade Estadual de Londrina, (\*\*\*) Instituto de Física – UERJ.

### 1. Introdução

A determinação de defeitos, posições, tamanhos e formas, bem como a caracterização de materiais cerâmicos são objetivos primordiais que procuram ser alcançados no ramo dos ensaios não destrutivos. A utilização dos raios X, nestes métodos, vem sendo realizada constantemente desde a sua descoberta, em 1895, o que nos mostra uma longa tradição de uso dos mesmos para fins de análise de materiais. Com o advento da tomografia computadorizada (TC), foi desenvolvida uma teoria matemática de como múltiplos raios projetados sobre um material, em ângulos diferentes em um único plano, forneciam uma qualidade de imagem superior do que apenas um único raio, como utilizado na radiografia convencional.

O tema desse estudo faz parte de uma continuidade de trabalhos na mesma área de interesse do Laboratório de Instrumentação Nuclear da COPPE/UFRJ, que diz respeito ao estudo de estruturas internamente conexas. Baseado nos fatos descritos anteriormente, este trabalho tem como objetivo principal a aplicação da técnica de Micro-CT na caracterização de materiais porosos, tal como cerâmicas.

### 2. Fundamentos Teóricos

#### 2.1 – Tomografia Computadorizada

A TC é uma técnica não destrutiva que possibilita obter informações sobre o posicionamento e a forma tridimensional (3D) de um detalhe do objeto inspecionado e, entre outros, a estrutura interna do mesmo. Esta análise é realizada obtendo as projeções do corpo de prova a partir de várias direções. Isto pode ocorrer rotacionando o corpo de prova segundo a direção da radiação e com isso é medida, em cada passo, a atenuação da radiação (figura 1). Cada projeção é adquirida com o objeto rotacionado de certo ângulo em relação à posição original, de modo que, se obtém uma projeção para cada ângulo.

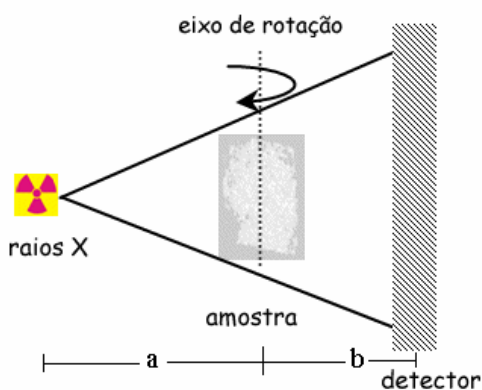


Figura 1 – Esquema do procedimento de TC.

Com respeito à figura 1, através da modificação das distâncias entre a amostra e a fonte de raios X ( $a$ ) e entre a amostra e o detector ( $b$ ), é possível realizar o ensaio tomográfico com diferentes magnificações ( $M$ ). Em outras palavras, modificando as distâncias  $a$  e  $b$  é possível fazer as tomografias com a ampliação que se desejar. Porém, esse fator tem um custo: quanto maior for o valor de  $M$ , menor será a resolução ( $R$ ) do ensaio, mas o efeito de penumbra geométrica será amplificado. Esse último efeito mencionado ocasiona uma sombra nas bordas da imagem, prejudicando a qualidade da mesma. Logo, tem-se que considerar o custo/benefício no momento de escolher qual o fator de magnificação que deverá ser utilizado no ensaio. A relação entre  $M$ ,  $a$ ,  $b$  e  $R$  é dada por [1]:

$$M = (a+b) / b \quad (1)$$

$$R = k / M \quad (2)$$

onde  $k$  representa a dimensão do “pixel” no detector.

Uma vez obtido o conjunto das projeções do sistema TC, dá-se então a necessidade de sua reconstrução. O processo de reconstrução constitui num caminho matemático que envolve a obtenção dos coeficientes de atenuação. A escolha de qual método dever-se-á utilizar depende tanto das limitações do sistema de aquisição de dados quanto do tempo que se possui para o processamento dos mesmos [2]. Foram desenvolvidos vários algoritmos de reconstrução que permitem obter uma imagem e, dentre eles, o utilizado nesse trabalho é o algoritmo baseado no algoritmo de retroprojeção filtrada [3]. O algoritmo de reconstrução tridimensional por retroprojeção filtrada consiste de três passos básicos: rescalonamento, filtragem e retroprojeção das projeções, apresentadas a seguir [4]:

- 1 Reescalonamento: esse efeito é apenas um ajuste das dimensões no espaço de reconstrução;
- 2 Filtragem: essa operação é representada por uma convolução da projeção com um tipo de filtro;
- 3 Retroprojeção: nesta parte do processo tem-se que as projeções já filtradas são agora retroprojetadas no plano da imagem, ocorrendo, portanto a correção nos valores dos coeficientes de absorção.

Uma vez já reconstruída, a imagem é mostrada em forma de uma matriz digital  $N \times M$  “pixels”, onde  $N$  representa o número de “pixels” existentes na vertical e  $M$  os da horizontal (figura 2). Nessa figura tem-se a apresentação do “pixel”, que é a representação básica de um elemento bidimensional de uma imagem digital

e o “voxel”, sendo uma representação tridimensional com a terceira dimensão significando a espessura do corte da imagem. Para cada valor do “pixel” designa-se um valor de cinza que é proporcional aos coeficientes de absorção, ponto a ponto. Assim, tem-se que a região mais densa aparece mais escura e conseqüentemente à região que é menos densa aparece menos escura, ou seja, quanto mais denso mais escuro. Como a maioria dos monitores apresenta 256 níveis de cinza com um byte (1 byte = 8 bits e  $2^8 = 256$ ), a escala é realizada da seguinte forma: 0 para o preto e 255 para o branco e, os valores que são intermediários a estes equivalem aos níveis de cinza propriamente dito.

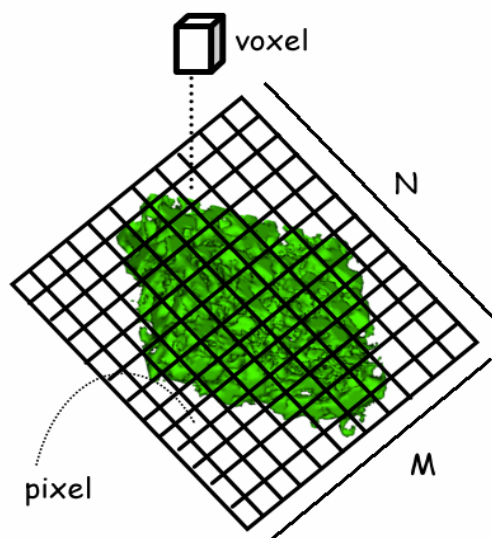


Figura 2 – Representação de um “pixel” e um “voxel” numa imagem digital.

Em suma, o processo tomográfico consiste em rotacionar o corpo de prova em passos de ângulos iguais até completar uma volta de 360°. A cada passo, são adquiridos vários quadros gerando-se, no final, uma imagem. Após a captura das imagens as mesmas são reconstruídas, para que possa ser possível sua visualização tridimensional.

A microtomografia computadorizada tridimensional por transmissão de raios X (Micro-CT), possui os mesmos embasamentos da TC e é um avanço das técnicas de inspeção por raios X por ser um procedimento não invasivo, com um alto poder de resolução (da ordem de microns), apresentando uma alta produção de radiação e uma boa estabilidade da energia máxima do tubo de raios X. O diferencial dessa técnica está relacionado ao tamanho do foco tubo de raios X. Este parâmetro pode variar desde 4 à 1 mm (foco normal) até 100 à 1µm (microfoco), passando pelas dimensões de 1 à 0,1 mm (minifoco) [5]. O pequeno diâmetro do foco do tubo de raios X é um atributo muito importante do ensaio de Micro-CT. Isso ocorre porque quanto menor for esse parâmetro melhor se dará a focalização das estruturas inspecionadas, o

que está intimamente relacionado com a qualidade da imagem adquirida no ensaio microtomográfico.

## 2.1 – Quantificação Tomográfica

A caracterização dos objetos de estudo foi feita através da obtenção de parâmetros morfológicos tais como: fração de volume de material, relação entre superfície e volume do material, quantidade, espessura e separação das traves internas. Todos os parâmetros foram calculados fundamentados em conceitos de estereologia [6].

Os parâmetros levantados neste trabalho se dividem em dois grupos: primários e derivados. Os primários consistem de dois: razão do volume de material sobre o volume total da amostra (BV/TV - %) e o número de traves, sendo também um índice que expressa a densidade (TbN-1/mm). A partir desses parâmetros podem-se obter os derivados, e são eles: a razão da superfície do material contra o volume do mesmo (BS/BV - mm<sup>2</sup>/mm<sup>3</sup>), a espessura das traves (Tb.Th - mm) e a separação das traves (Tb.Sp - mm). Eles podem ser calculados através das seguintes equações [7]:

$$BV/TV = Pp \quad (3),$$

$$TbN = Pl \quad (4),$$

$$BS/BV = 2 Pl / Pp \quad (5),$$

$$TbTh = 2 / (BS/BV) = Pp / Pl \quad (6),$$

$$TbSp = (1/TbN) - (TbTh) = (1-Pl) / Pp \quad (7).$$

Os parâmetros Pp e Pl são obtidos bidimensionalmente através da segmentação das imagens tomográficas (figura 3) da seguinte forma [7]: o total de “pixels” brancos contidos na microestrutura divididos pelo total de “pixels” no volume da imagem é o valor de Pp; o total de “pixels” brancos que compõem a borda da microestrutura dividido pelo total de “pixels” do volume da imagem determina-se Pl. a segmentação é feita com auxílio do histograma da imagem inspecionada. Como pode ser visto na figura 3, o eixo x do gráfico representa a escala de intensidade para uma imagem em tons de cinza (0 a 255), enquanto o eixo y fornece as medidas no número de “pixels” na imagem que processam o valor de “threshold” (TH) escolhido (representado no histograma por uma linha vermelha). Esse último parâmetro tem influência direta no processo de segmentação da imagem e não existe ainda nenhum método padrão para a escolha de seu valor ótimo. Logo, para cada imagem, tem-se um determinado valor de TH. Nesse trabalho, a escolha do nível de TH está baseada no trabalho de Feldkamp *et al* [8].

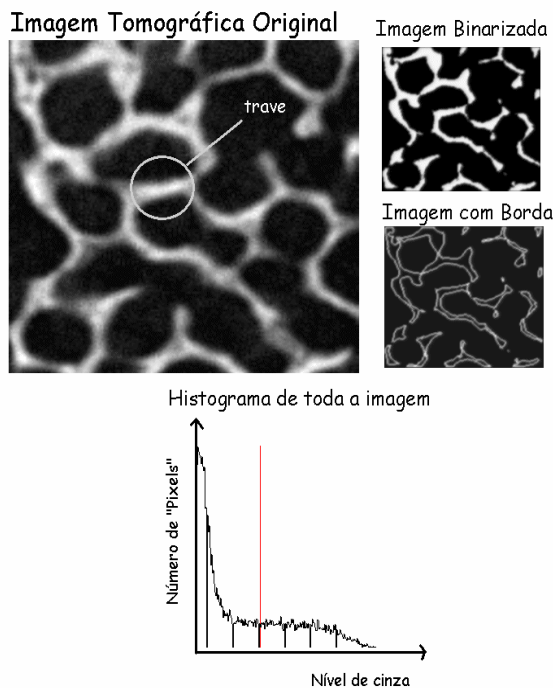


Figura 3 – Representação do processo de segmentação de imagem necessário para a obtenção de Pp e Pl.

Levando-se em consideração que BV/TV representa a porcentagem de material dentro do volume total da amostra, pode-se inferir, a partir desse parâmetro, a porosidade (P) do mesmo. Uma vez que P é a porcentagem de vazios dentro do volume total de material, tem-se então que:

$$P = 100 \% - (BV/TV) \quad (8).$$

### Materiais e Métodos

O equipamento utilizado nesse trabalho é um sistema tomográfico composto por uma fonte de raios X, um sistema de detecção e um sistema de manipulação (figura 4). A fonte é composta por um tubo de raios X microfoco de tamanho focal é de 60µm (±5%) com uma tensão de operação variando de 0 a 200 kV e uma corrente elétrica com valores de 0 a 1 mA. O sistema de detecção possui um tubo intensificador de imagem com tela fluoroscópica, que transforma os fótons de raios X em fótons de luz, acoplado a uma câmara de vídeo tipo CCD obtendo as imagens radiográficas em tempo real. O sistema de manipulação é constituído por um centralizador acoplado a um servo motor sendo possível movimentar a amostra inspecionada verticalmente, horizontalmente e longitudinalmente, proporcionando desta forma o melhor posicionamento possível do objeto, a fim de se obter as melhores definições de imagem. Esse equipamento possui uma distância fixa entre a fonte de raios X e o detector que é igual a 1125 mm.

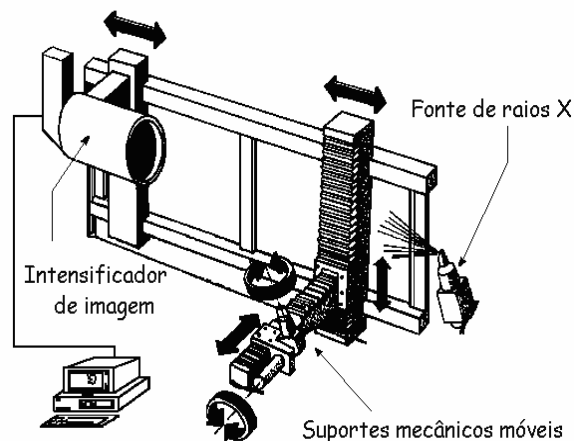


Figura 4 – Esquema do sistema de microtomografia

A tabela 1 apresenta as condições experimentais utilizadas na aquisição dos dados e na quantificação dos mesmos para os grupos 1 (10 ppi, 20 ppi e 30 ppi) e 2 (60 ppi, 75 ppi e 90 ppi). A unidade ppi significa poros por polegada linear e todas as amostras eram de carbo de silício.

Tabela 1 – Condições do Ensaio Tomográfico

Parâmetros	Grupos	
	1	2
Tensão (kV)	50	60
Corrente (mA)	0,3	0,2
M	3	5
k (mm)	0,231	0,166
R (µm)	7,7	3,3
Volume Avaliado (mm <sup>3</sup> )	35	25
TH	105, 95, 90	105, 50, 95

\* Com M representando a magnificação do sistema e R a resolução do ensaio.

### Resultados

As tabelas 2 e 3 apresentam os resultados das quantificações tomográficas dos parâmetros primários e derivados, respectivamente, apresentando todos uma diferença estatística significativa para um intervalo de confiança de 95%, quando aplicado o teste Anova. A tabela 4 ilustra os resultados das avaliações de porosidade, realizadas a partir dos resultados de BV/TV.

Tabela 2 – Resultado das quantificações tomográficas dos parâmetros primários.

Amostras	Parâmetros	
	BV/TV (%)	TbN (mm <sup>-1</sup> )
10 ppi	32,2 ± 4,2	2,1 ± 0,3
20 ppi	41,3 ± 3,4	2,6 ± 0,2
30 ppi	43,1 ± 3,2	2,8 ± 0,2
60 ppi	52,3 ± 2,5	8,2 ± 0,4
75 ppi	48,1 ± 3,7	7,5 ± 0,6
90 ppi	56,1 ± 3,7	8,0 ± 0,5

Os valores estão representados pela média ± desvio padrão.

Tabela 3 – Resultado das quantificações tomográficas dos parâmetros derivados.

Amostras	Parâmetros		
	BS/BV (mm <sup>-1</sup> )	TbTh (mm)	TbSp (mm)
10 ppi	12,7±0,2	0,157±0,002	0,34±0,07
20 ppi	12,8±0,2	0,16±0,02	0,22±0,03
30 ppi	12,91±0,04	0,1550±0,0005	0,21±0,03
60 ppi	31,52±0,05	0,0630±0,0005	0,058±0,006
75 ppi	31,3±0,2	0,064±0,0005	0,07±0,01
90 ppi	28,4±1,3	0,071±0,003	0,056±0,008

Os valores estão representados pela média ± desvio padrão.

Tabela 4 – Resultado das porosidades das amostras cerâmicas.

Amostras	P(%)
10 ppi	67,8 ± 0,7
20 ppi	58,7 ± 0,5
30 ppi	56,9 ± 0,5
60 ppi	47,7 ± 0,4
75 ppi	51,9 ± 0,6
90 ppi	43,9 ± 0,6

Os valores estão representados pela média ± intervalo de confiança de 95%.

A figura 5 apresenta alguns exemplos das visualizações bidimensionais, enquanto a figura 6 ilustra as imagens

As figuras 7 e 8 mostram o comportamento dos parâmetros primários e derivados respectivamente ao longo de toda a amostra, em que o número de “slice” representa o aprofundamento na amostra.

tridimensionais dos volumes que foram utilizados para a quantificação tomográfica.

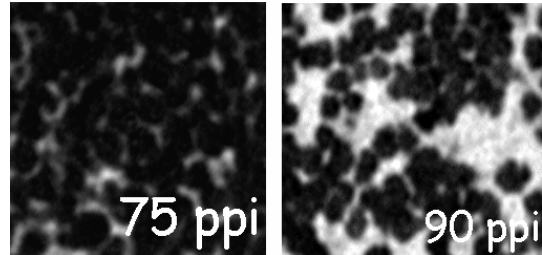
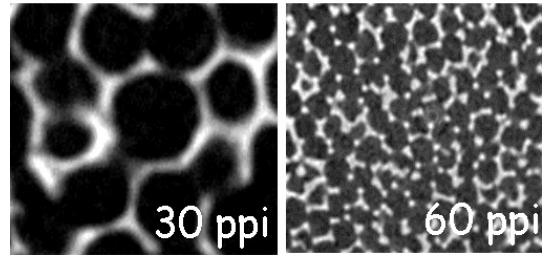
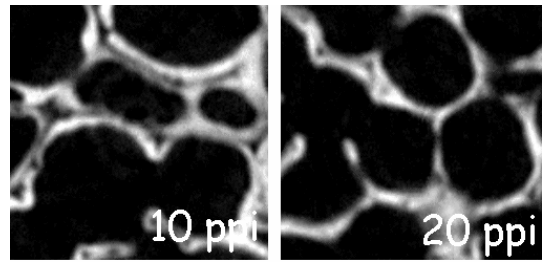


Figura 5 - Exemplos das reconstruções 2D de algumas amostras analisadas.

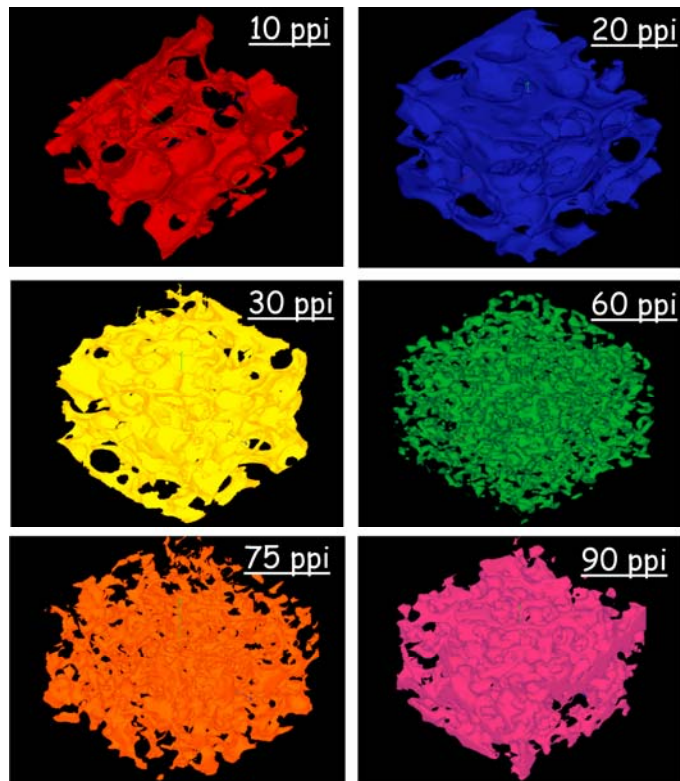


Figura 6 - Imagens 3D das regiões quantificadas.

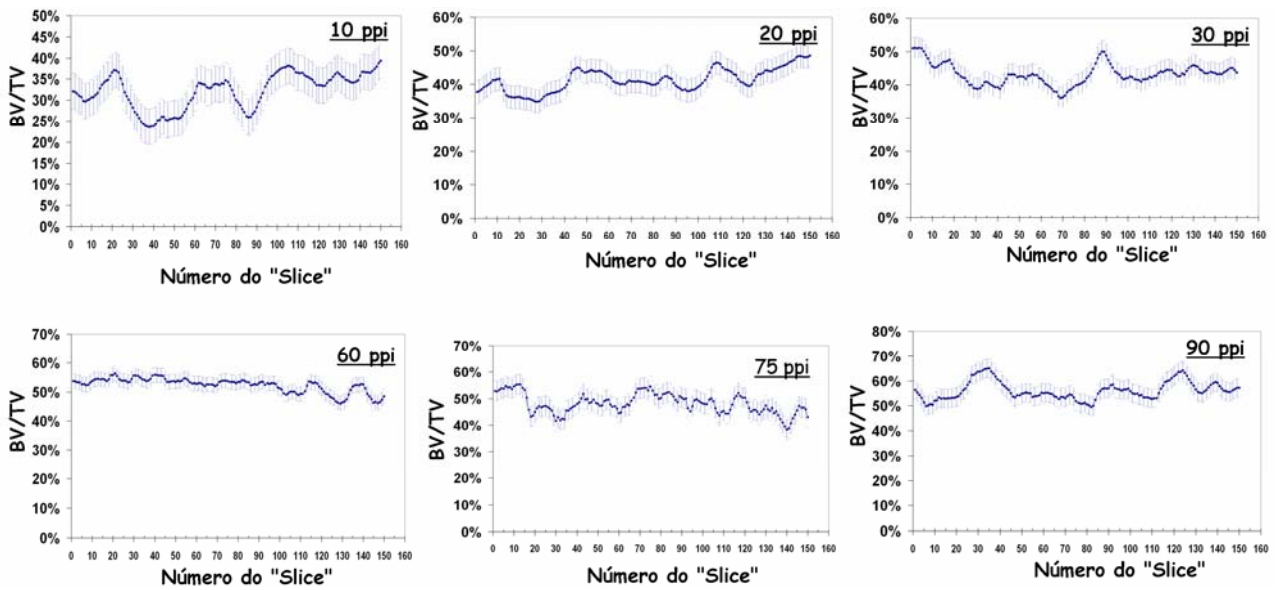


Figura 7 - Comportamento de BV/TV ao longo das amostras.

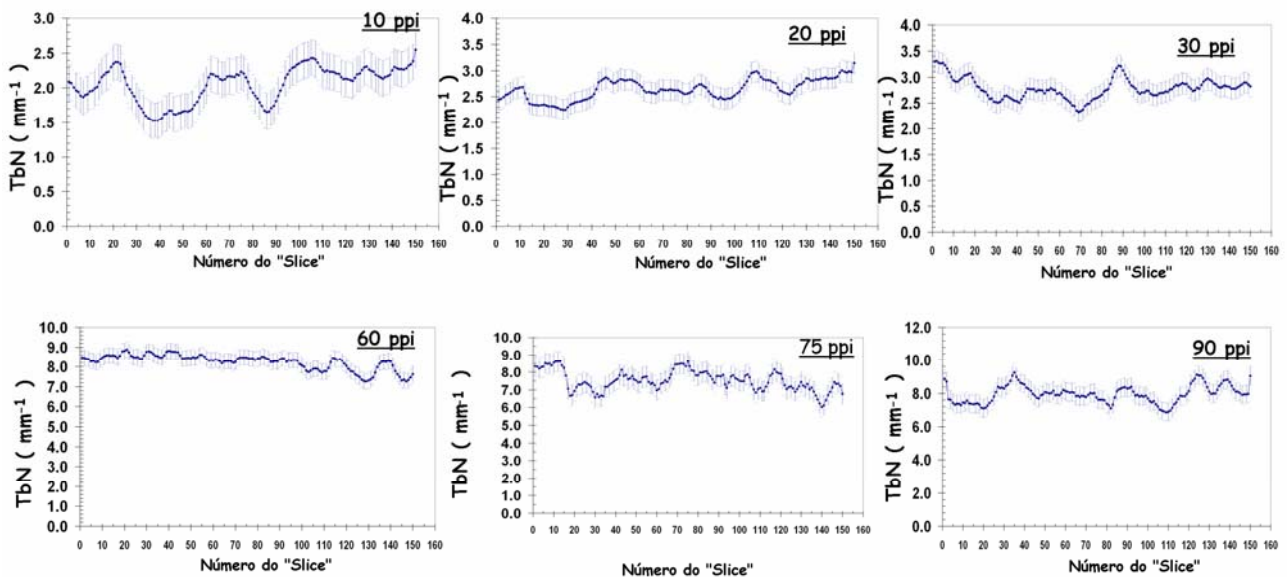


Figura 8 - Comportamento de TbN ao longo das amostras.

### Análise dos Resultados

Através da tabela 4 nota-se que a cerâmica que possui maior porosidade é a de 10 ppi, ocorrendo o inverso para a de 60 ppi. Esse fato pode ser corroborado pelas imagens bidimensionais apresentadas na figura 5. Observa-se também que mesmo apresentando um grau de porosidade próximo, a inspeção das amostras feita através da técnica de Micro-CT faz com que se conheça a morfologia interna das mesmas, auxiliando na interpretação dos dados tomográficos quantificados. Ainda em relação a figura 5, nota-se que o radiograma referente a amostra de 75 ppi não possui uma boa qualidade (baixo contraste), o que interferiu na quantificação tomográfica da mesma (vide tabelas 2 e 3), evidenciando que os resultados dos parâmetros que caracterizam as cerâmicas são fortemente dependentes

da qualidade das imagens tomográficas adquiridas, evidenciando talvez que uma repetição tomográfica seja necessária para uma melhor análise.

Os gráficos apresentados na figura 7 mostram que a porcentagem de volume de material ao longo da amostra não é uniforme, apontando que os interiores dos materiais possuem uma maior porosidade, o que mais uma vez evidencia o potencial da técnica utilizada. Já os gráficos da figura 8 exibem o comportamento da densidade das traves ao longo da altura das amostras. Esses dados podem ser corroborados novamente com os exemplos bidimensionais da figura 5, revelando realmente que a amostra de 90 ppi possui um maior número de traves enquanto que o material de 10 ppi possui uma densidade de traves menor.

Os gráficos das figuras 7 e 8 servem para ilustrar que embora cada amostra tenha um valor fixo de ppi, ou seja, 10, 20, 30, 60, 75 e 90 ppi, as distribuições dos poros variam ao longo das mesmas, evidenciando a importância da investigação de suas estruturas internas para uma real avaliação.

### **Conclusões**

Os resultados mostram que o uso das imagens microtomográficas para caracterização de estruturas complexas é um método não destrutivo muito vantajoso e eficaz. A visualização tridimensional auxilia no entendimento da morfologia das amostras uma vez que nela tem-se a noção espacial de como as conexões internas estão dispostas e interligadas. Quantificando as imagens tomográficas através da estereologia quantitativa é possível estudar características internas de materiais cerâmicos com resoluções da ordem de microns de uma forma não invasiva, ou seja, sem haver a destruição da amostra.

### **Agradecimentos**

Os autores agradecem aos órgãos de fomento, CNPq e FAPERJ, pelos auxílios parciais recebidos.

### **Referências**

- [1] BALL, J., PRICE, T. "Chesneys' Radiographic Imaging". Blackwell Publishing. USA, 1995.
- [2] RADON *et al.* "On the functions from their integrals along certain manifolds". Ber. Searchs. Akad. Wies. Liepzing, Math. Phys. Klars. 69: 262-277, 1971.
- [3] FELDKAMP L. A., DAVIS L. C., KRESS J. W., "Practical cone beam algorithm". Journal of Optical Society of America. 1(6): 612-619, 1984.
- [4] HERMAN G. T., "Image reconstruction from projections", Real-time Imaging. 1: 3-18, 1995.
- [5] NABEL *et al.* "Comparison of microfocus x-rays units". The British Journal NDT. 28(03):133-153, 1986.
- [6] UNDERWOOD *et al.* "Quantitative Stereology". Assison-Wesley Publishing Company, USA, 1970.
- [7] PARFITT *et al.* "Bone Histomorphometry: Standardization of nomenclature, Symbols, and Unit". Journal of Bone and Mineral Research. 2(6): 595-610, 1987.
- [8] FELDKAMP *et al.* "The Direct Examination of Three-Dimensional Bone Architecture In vitro by Computed Tomography". Journal of bone and Mineral Research. 4(1):3-10, 1989.