CIRCULAR TÉCNICA

ISSN 1413-9545 julho, 1997

Número 7/97

MICROTOMÓGRAFO - METODOLOGIA PARA AJUSTES E CALIBRAÇÃO

Álvaro Macedo da Silva Carlos Monoel Pedro Vaz Silvio Crestana



Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária Centro Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento de Instrumentação Agropecuária Ministério da Agricultura e do Abastecimento Rua XV de Novembro, 1452 - Caixa Postal 741 - CEP 13560-970 - São Carlos - SP Telefone: (016) 274 2477 - Fax: (016) 272 5958

MICROTOMÓGRAFO - METODOLOGIA PARA AJUSTES E CALIBRAÇÃO

Álvaro Macedo da Silva¹ Carlos Manoel Pedro Vaz¹ Silvio Crestana¹

INTRODUÇÃO

A Embrapa Instrumentação Agropecuária, com experiência e pioneirismo internacionais na área de tomografia aplicada a solos, tem desenvolvido diversos trabalhos na investigação das propriedades físicas do solo, numa escala macrométrica (Crestana, 1985; Vaz et al, 1989; Cruvinel, 1990). A necessidade de se investigar o solo em nível de poros e agregados, de forma não invasiva, levou ao desenvolvimento, neste Centro, de um tomógrafo de raios X de resolução submilimétrica, aqui chamado de microtomógrafo. Este equipamento, devido às peculiaridades da sua escala de trabalho, necessita de uma metodologia diferente da utilizada nos tomógrafos com resolução milimétrica. A calibração correlacionando massa específica com coeficiente de atenuação linear, por exemplo, teve que ser reequacionada, uma vez que, no método proposto em Crestana et al (1985 e 1992), ambos os parâmetros são valores médios, englobando, para cada medida, os efeitos dos diversos componentes do solo. Na escala micrométrica, detalhes locais passam a ser visualizados e o coeficiente de atenuação associado a um pixel pode dever-se à presença de um único mineral, com característica bem diferente do valor predominante na amostra, caso as dimensões do grão ou do agregado composto desse mineral seja igual ou superior ao

¹ Pesquisadores da Embrapa Instrumentação Agropecuária, Caixa Postal 741, CEP 13560-970, São Carlos SP.

tamanho do pixel. As Figuras 1 e 2 ilustram esse fato. Na primeira, tem-se uma tomografia milimétrica de uma amostra de solo Podzólico Vermelho Escuro, do município de Mococa / SP, obtida por Silva (1997) com o uso de um tomógrafo portátil desenvolvido por Naime (1994). Essa imagem não apresenta grandes variações. No segundo caso, podem-se ver pontos com coeficientes de atenuação de até 3,2 cm⁻¹, bem maiores do que o valor médio de 0,5 cm⁻¹, obtido ao longo da seção onde foram adquiridos os dados tomográficos. Os alinhamentos do sistema necessitam, também, de cuidados e métodos especiais. Enquanto na tomografia milimétrica o paralelismo entre o feixe de fótons e a mesa é determinado na fase de construção do equipamento, não havendo necessidade de novos ajustes a posteriori, no microtomógrafo, esse ajuste é feito toda vez que o alinhamento entre os colimadores é processado. Este alinhamento, por sua vez, no tomógrafo milimétrico, é feito visualmente, com o auxílio de um feixe de luz laser. No caso do microtomógrafo, isso não é possível, devido às dimensões reduzidas dos colimadores (60m, por exemplo).



Figura 1 - Tomografia milimétrica de uma amostra de solo. A imagem mostra uma distribuição de densidades relativamente homogênea ou, pelo menos, restrita a uma faixa não muito larga. (Fonte: Silva, 1997).



Figura 2 - Tomografia micrométrica de uma amostra de solo, onde são visíveis pontos de alta densidade, diferenciando-se fortemente do restante da imagem.

O público alvo dessa publicação são os usuários do microtomógrafo e o seu objetivo é descrever a metodologia de uso deste equipamento em termos de ajustes e calibração do sistema.

DESENVOLVIMENTO

Alinhamento dos colimadores

Como já citado, devido às dimensões dos colimadores, não é possível a visualização de luz laser através do sistema. A proposta de se colocar um raio laser no colimador da fonte e um foto-transistor em substituição ao detector de raios X também não se mostrou viável, devido a duas dificuldades intrínsecas: (1) alinhar o feixe de laser com o colimador da fonte e (2) retirar o foto-transistor e recolocar o detector de raios X, sem causar movimentos no sistema que resultem no seu desalinhamento. Assim, empregou-se o próprio raio X e o detector como elementos de verificação da posição do colimador do detector.

Para esse alinhamento, utilizou-se o programa da placa de aquisição do microtomógrafo. Uma descrição das partes constituintes do microtomógrafo pode ser vista em Macedo (1997). Esse programa, quando empregado no modo multicanal, mostra, no monitor de vídeo, a contagem dos fótons em intervalos prédeterminados pelo usuário. O intervalo mais adequado, para se acompanhar, dinamicamente, a variação dos fótons, durante o ajuste, foi de 80 ms. No eixo horizontal são mostradas os momentos consecutivos das aguisições e no eixo vertical o número de fótons de cada aquisição. Enquanto essa contagem desenvolve-se, ajustase o sistema mecânico que suporta o detector. Esse sistema permite quatro movimentações: translação vertical, translação horizontal, perpendicular ao feixe, rotação vertical, no plano do feixe, e rotação horizontal, no plano perpendicular ao plano de rotação vertical. Visualizam-se, na tela, as contagens de fótons, conforme indicado na Figura 3. O alinhamento estará pronto quando se atingir o número máximo de contagens. Como existe uma variação estatística, intrínseca à radiação X, o que se observa é o comportamento do conjunto de fótons.



Figura 3 - Tela do programa da placa multicanal, durante a contagem de fótons, para alinhamento dos colimadores. Quando o ajuste é obtido, o número de fótons é máximo. No eixo horizontal, são apresentados os momentos consecutivos das aquisições e no eixo vertical o número de fótons de cada aquisição. Ajuste do paralelismo entre o feixe de fótons e a mesa posicionadora

Quando o feixe de fótons não está paralelo à mesa posicionadora, ao invés de ser varrida uma fatia plana da amostra, o que se tem é um sólido de revolução, conforme mostrado na Figura 4. Isso causa distorções na geometria da imagem. Para evitar esse efeito, foi construído o dispositivo mostrado na Figura 5. Este dispositivo permite que se coloque uma barreira de chumbo na frente do feixe de fótons e se conheça a sua altura em relação à mesa.



Figura 4 - Efeito produzido quando o feixe não está paralelo ao plano de translação. Em (a) mostra-se que o feixe não corta a amostra em um plano e em (b) vê-se que ao invés de uma fatia tem-se um sólido de revolução.



Figura 5 - Dispositivo para ajuste do paralelismo entre o feixe de fótons e a mesa posicionadora. Vê-se, na ponta do dispositivo, uma lâmina de chumbo, que é utilizada como barreira para verificação da altura do feixe.

Mede-se a altura do feixe próximo ao colimador da fonte e acompanha-se a contagem de fótons no monitor de vídeo (região a, na tela da Figura 6). Faz-se a mesma medida próximo ao colimador do detector (região b). Se a contagem de fótons próximo ao colimador do detector for menor que próximo ao colimador da fonte, levanta-se a mesa próximo ao detector. Se for maior, abaixa-se a mesa. O ajuste estará pronto quando as contagens forem iguais (regiões c e d).



Figura 6 - Tela do programa da placa multicanal, durante a contagem de fótons, para ajuste do paralelismo entre o feixe de fótons e a mesa. Quando o ajuste é obtido, o número de fótons é máximo.

Centralização da mesa

A centralização da mesa é fundamental no processo microtomográfico. Na Figura 7 pode-se ver o efeito causado, em três tomografias, por uma descentralização de 120 m. As amostras, de cima para baixo, são: um fio de cobre de 200 m; um *phantom* de resina epoxy com PbO_2 , com dois orifícios de 200 m e 300 m; um *phantom* de mesma composição, porém com orifícios de 100 m.



Figura 7 - Tomografias de um fio de cobre de 200 m de diâmetro (a e b), de um *phantom* de resina epoxy com PbO_2 com orifícios de 200 m e 300 m (c e d) e de um *phantom* de resina epoxy com PbO2, com orifícios de 100 m (d e f). Na esquerda são apresentadas as imagens originais e na direita as imagens com a matriz centralizada, via *software*.

Como as amostras da Figura 7 possuíam uma simetria na sua geometria, foi possível, via software, corrigir a matriz de dados, de forma a se colocar a amostra, artificialmente, no centro. Esse procedimento foi válido para uma avaliação do que estava ocorrendo com o sistema que não permitia a obtenção de imagens com detalhes abaixo de 200 m. Como se vê na Figura 7c, nesta dimensão, já estava sendo possível visualizar detalhes, mesmo sem uma correção na centralização, seja de software ou de hardware. Um artefato, causado pela descentralização da mesa, é fortemente ilustrado na Figura 7a. Esta descentralização faz com que detalhes de uma imagem apresentem, de um lado, utilizando uma terminologia da área de fotografia, faixas com tons positivos do detalhe (brancas, se o detalhe for preto) e, do outro, faixas com tons negativos (pretas, se o detalhe for branco). Um outro artefato, causado pela presença de uma forte atenuação em algum elemento da amostra, pode ser visto na Figura 7b, onde surgem listras radialmente centradas no ponto de alta atenuação, que nesse caso em particular, é a amostra toda.

O procedimento de centralização utiliza um corpo de prova, no caso uma broca de aço rápido, e o item CENTRALIZAR MESA do programa de controle do microtomógrafo. Translada-se este corpo à frente do feixe de fótons, conforme esquematizado na Figura 8, fazendo-se duas varreduras, sendo a primeira na direção 0 graus e a segunda, na direção 180 graus. Faz-se, então a média de quatro pontos: quando a broca entra no feixe, em 0° (Figura 8a); quando a broca sai do feixe, em 0° (Figura 8b); quando a broca entra no feixe em 180° (Figura 8c) e quando a broca sai do feixe em 180° (Figura 8d). A referência, para centralização é dada, então, por Ref = (Ref1 + Ref2 + Ref3 + Ref4) / 4. Toda essa contabilização e posicionamento são feitos pelo programa.



Figura 8 - Movimentação da broca para centralização da mesa. A marca na broca é fictícia, tendo apenas papel ilustrativo do giro de 180°. Em (a) vê-se a broca no ponto em que entra no feixe, na direção 0°; em (b), vê-se a broca no ponto de saída do feixe, na mesma direção; em (c) e (d) a situação é análoga, porém, na direção 180°.

Calibração da escala de energia da placa multicanal

Para se calibrar a energia da placa multicanal são necessários dois picos conhecidos de energia. Utilizou-se uma fonte de Am²⁴¹ que, ao interagir com o cristal de Nal(TI) do detector, apresenta dois picos: o pico característico do amerício, de 59,5 keV, e o pico de escape do iodo, de 31 keV. Para se

utilizar a placa multicanal, o sistema eletrônico deve estar aquecido há, pelo menos, uma hora. Uma segunda forma de fazer-se tal calibração é utilizar o próprio tubo de raios X, com dois filtros de materiais diferentes. Utilizaram-se, aqui, um filtro composto de resina epoxy com Sn e um filtro de Pb. Para conhecer os picos dos dois filtros, calibra-se, inicialmente a escala conforme já descrito. A seguir medem-se os picos, anotando-se as todas as condições como tensão, corrente, colimadores utilizados e tempo de aquecimento do sistema de raios X. Para uma nova calibração, repetem-se as condições do sistema, porém, não sendo mais necessário o uso da fonte de Am²⁴¹. Os valores das energias características desses dois filtros, respectivamente, foram de 28,3 keV e 79,5 keV. As condições foram as seguintes: ambos os colimadores eram de Pb, tendo o da fonte o diâmetro de 335 m e o do detector diâmetro de 1700 m; a corrente foi de 10 mA; as tensões foram de 50 kV e 100 kV, respectivamente; o tempo de aquecimento da eletrônica e do sistema de raios X, foi de uma hora.

O procedimento de ajuste da escala é detalhado no manual da placa Norland 5000 (Viking Instruments, 1991).

Calibração do microtomógrafo

Verificação da correlação entre unidades tomográficas e coeficiente de atenuação linear

Para que as unidades tomográficas apresentadas na tela do monitor tenham o significado de coeficiente de atenuação linear, fazse necessária a calibração do microtomógrafo. Como o coeficiente de atenuação depende também da energia, deve-se fazer uma calibração para cada energia de interesse.

Essa calibração seguiu o procedimento desenvolvido por Crestana et al (1985), constituindo-se do seguinte: Para cada material foi feita uma tomografia de uma amostra homogênea e calculado o valor médio das unidades tomográficas de uma região central com uma distância de pelo menos quatro passos lineares das bordas. Para a mesma amostra, calculou-se o coeficiente de atenuação linear, utilizando-se o método da transmissão direta, onde medem-se o número de fótons do feixe livre e o número de fótons que atravessam uma espessura conhecida da amostra. Os valores de unidades tomográficas e coeficientes de atenuação () são colocados em um gráfico, obtendo-se a calibração. A Tabela 1 mostra os valores obtidos para os diversos materiais, na energia de 58,5 keV. Foram utilizados acrílico, água, álcool etílico, latossolo roxo distrófico (LRd), nylon, podzólico vermelho (PV), PVC, teflon e microesferas de vidro com diâmetros de 106 m a 149 m. A curva de calibração pode ser vista na Figura 9.



Figura 9 - Curva de calibração do microtomógrafo para a energia de 58,5 keV.

Material	μ(cm ⁻¹)	Desvio Padrão	Unid.	Desvio Padrão
	• • • •	de μ (cm ⁻¹)	Tom.	das Unid. Tom.
álcool	0,167	0,021	0,160	0,040
água	0,208	0,014	0,206	0,039
acrílico	0,233	0,017	0,186	0,046
nylon	0,228	0,018	0,204	0,045
teflon	0,400	0,018	0,394	0,044
PV	0,344	0,012	0,359	0,046
vidro	0,417	0,012	0,380	0,049
LRd	0,397	0,013	0,322	0,045
PVC	0,732	0,016	0,618	0,047

Tabela 1 - Valores de unidades tomográficas e coeficientes de atenuação para calibração do tomógrafo micrométrico, na energia de 58,5 keV.

Verificação da correlação entre coeficiente de atenuação linear e massa específica

Uma guantificação importante que se pode extrair da imagem tomográfica é a distribuição da massa específica da amostra na secção avaliada. Na tomografia milimétrica, obtêm-se, a partir das imagens, os valores das unidades tomográficas de amostras de solo com massa específicas conhecidas. Produz-se, assim, um da massa específica funcão das gráfico em unidades tomográficas, em termos de valores médios (Crestana et al, 1985 e 1992). Na resolução apresentada neste trabalho, entretanto, alguns detalhes dos minerais constituintes do solo, conforme citado no item 1 e visualizado na Figura 2, podem ser vistos. Fazem-se necessárias, então, duas calibrações: uma para valores globais, seguindo o mesmo procedimento desenvolvido por Crestana et al (1985 e 1992) e outra calibração em nível das partículas ou dos cristais dos minerais. Para se fazer tal calibração, são escolhidos alguns minerais mais comuns aos solos que se pretenda estudar. Podem ser utilizadas, também, algumas

misturas desse minerais, para permitir-se a obtenção de um maior número de pontos na curva.

Para determinação do coeficiente de atenuação linear dos minerais ($_{cristal}$), mede-se a atenuação da radiação X pelas amostras, que se apresentam na forma de pó, e calcula-se o coeficiente de atenuação em massa das amostras ($_{m}$), conforme indicado na Equação 1. Obtém $_{cristal}$, através da Equação 3.

$$\mu_{\rm m} = \frac{\mu}{\rho_{\rm g}} \tag{1}$$

onde $_{g}$ é a massa específica global da amostra e $\,$ é o coeficiente de atenuação linear da amostra na forma de pó, dado por :

$$\mu = \frac{1}{x} \cdot \ln\left(\frac{I_o}{I}\right) \tag{2}$$

sendo x a espessura da amostra, I_{o} a intensidade do feixe de fótons que atravessa o recipiente vazio e I a intensidade do feixe de fótons que atravessa o recipiente com a amostra.

$$\mu_{cristal} = \mu.\rho_s \tag{3}$$

onde $_{\rm s}$ é a massa específica real da amostra, ou seja, da parte sólida sem considerar os vazios.

A energia utilizada dever ser a mesma empregada nas microtomografias. Para o caso apresentado abaixo, trabalhou-se com uma energia de 58,5 keV. A Tabela 2 mostra os valores das massas específicas reais ($_{s}$) e dos coeficientes de atenuação linear das amostras utilizadas ($_{cristal}$).

MINERAL ou MISTURA	μ (cm ⁻¹)	$^{1}\rho_{s}(\mathbf{g.cm}^{-3})$
hematita	5,341	5,27
caulinita	0,771	2,62
quartzo	0,730	2,65
² mistura 1	1,892	3,47
³ mistura 2	2,543	3,93
⁴ mistura 3	3,680	4,50
calcita	1,111	2,71
ortoclásio	0,779	2,57
albita	0,654	2,59

Tabela 2 - Massa específica real (μ_s) e coeficiente de atenuação linear (μ) de amostras de minerais e algumas misturas destes, para a energia de 58,5 keV.

¹ Calculada pelo método do picnômetro (EMBRAPA, 1997).

² 31,9% de hematita e 68,1% de caulinita.

³49,4% de hematita e 50,6% de caulinita.

⁴ 42,9% de hematita e 57,1% de mistura 2.

Cabe frisar, mais uma vez, que, devido ao fato do coeficiente de atenuação linear variar também com a energia, essa calibração deve ser feita para cada energia utilizada. Além disso, na faixa de energia de 58,5 keV, em que se trabalhou aqui, e acima, há uma forte predominância da densidade no valor de , para solos (Cesareo et al, 1994). Para energias inferiores, entretanto, predomina a composição química do material e esse procedimento não se aplica.

A Figura 10 mostra o gráfico e a equação correlacionando os dados da Tabela 2.



Figura 10 - Gráfico da correlação entre a massa específica e o coeficiente de atenuação linear das amostras da Tabela 2.

AGRADECIMENTOS

Ao Dr. Paulo Estevão Cruvinel, pela revisão e valiosas sugestões para este documento.

À Embrapa / Instrumentação Agropecuária (Projeto N°12.0.94.093) e à FAPESP (Processo 90/3773-7) pela infraestrutura e pelo suporte financeiro.

Ao Centro de Recursos Hídricos e Ecologia Aplicada da USP / Escola de Engenharia de São Carlos, onde foi desenvolvida a tese de doutorado de um dos autores (Macedo, 1997).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CESAREO, R.; ASSIS, J.T.; CRESTANA, S. Attenuation coefficients and tomographic measurements for soil in the energy range 10 - 300 keV. Applied Radiation Isot. Great Britain, v.45, n.5, 1994, p.613-620.

- CRESTANA, S.; CRUVINEL, P.E.; VAZ, C.M.P.; CESAREO, R.; MASCARENHAS, R.; REICHARDT, K. Calibração e uso de um tomógrafo computadorizado em ciência do solo. Revista Brasileira de Ciência do Solo, Campinas, v.16, n.2, 1992, p.161-167.
- CRESTANA, S.; MASCARENHAS, S.; POZZI-MUCELLI, R.S. Static and dynamic three-dimensional studies of water in soil using computerized tomographic scanning. Soil Science, Baltimore, v.140, n.5, 1985, p.326-332.
- CRUVINEL, P.E.; CESAREO, R.; CRESTANA, S.; MASCARENHAS, S. X-ray and gamma-ray computerized minitomograph scanner for soil science. **IEEE Transactions on Instrumentations and Measurement**, New York, v.39, n.5, p.745-750, 1990.
- EMBRAPA, Manual de métodos de análise de solos, 2ª edição, CNPS - Rio de Janeiro, 1997, 212p.
- MACEDO, A. Construção e uso de um tomógrafo com resolução micrométrica para aplicaçãoes em Ciências do Solo e do Ambiente. São Carlos. 129p. Tese (Doutorado). Universidade de São Paulo - Escola de Engenharia de São Carlos - Centro de Recursos Hídricos e Ecologia Aplicada, 1997.
- NAIME, J.M. Projeto e construção de um tomógrafo portátil para estudos de ciência do solo e plantas, em campo. São Carlos. 87p. Dissertação (Mestrado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, 1994.
- SILVA, F.O. Efeito do impacto da irrigação por aspersão no selamento superficial. Campinas. Dissertação (Mestrado) -Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, 1997. (Em correção).
- VAZ, C.M.P.; CRESTANA, S.; MASCARENHAS, S.; CRUVINEL, P.E.; REICHARDT, K.; STOLF, R. Using a computed tomography miniscanner for studying tillage induced soil compaction. Soil Technology, Cremlingen, 1989, p.313-321.
- VIKING INSTRUMENTS, Norland 5000 Multichannel Analyzer System: Installation Manual and Users Guide, Madison, 1991, 98p.