

IMAGENS DE DISTRIBUIÇÃO ELEMENTAR POR MICROTOMOGRAFIA POR  
FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON

Gabriela Ribeiro Pereira

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS  
PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE  
FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS  
NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM  
ENGENHARIA NUCLEAR.

Aprovada por:

---

Prof. Ricardo Tadeu Lopes, D.Sc.

---

Prof. Edgar Francisco Oliveira de Jesus, D.Sc.

---

Prof. Marcelino José dos Anjos, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

FEVEREIRO DE 2006

PEREIRA, GABRIELA RIBEIRO

Imagens de Distribuição Elementar por  
Microtomografia por Fluorescência de Raios X  
utilizando Radiação Síncrotron [Rio de  
Janeiro] 2006

VIII, 90 p., 29,7 cm (COPPE/UFRJ, M.Sc.,  
Engenharia Nuclear, 2006)

Dissertação - Universidade Federal do Rio  
de Janeiro, COPPE

1. Fluorescência de raios X
2. Tomografia
3. Radiação Síncrotron
4. Amostras biológicas

I. COPPE/UFRJ II. Título ( série )

Aos meus pais Vânia e Luiz,  
Aos meus irmãos Paulo e Fernando  
e ao meu marido Michel.

# AGRADECIMENTOS

A Deus pela força constante.

Ao meu marido Michel, pela compreensão, amor e carinho em todos os momentos.

Aos meus pais Vânia e Luiz pelo amor, carinho e dedicação em todos os momentos da minha vida.

Ao meu irmão Paulo pelo incentivo incondicional em todos os momentos.

Ao Prof. Ricardo Tadeu Lopes (PEN/COPPE/UFRJ) pela orientação, disponibilidade, compreensão e atenção em todos os momentos. Tornando-se muito mais do que um orientador, mas um grande amigo.

Ao Prof. Marcelino José dos Anjos (IF/UERJ) pelo incentivo e grande cooperação ao longo de todo trabalho.

Aos Prof. Delson Braz e Edgar Francisco Oliveira de Jesus (LIN/COPPE/UFRJ) que sempre estiveram dispostos a ajudar.

Ao Dr. Carlos Pérez (LNLS) pela grande contribuição na realização deste trabalho junto ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron.

Aos meus amigos Henrique, Bira, Vanessa, Inaya, Renata, Samanda, Érika e Luis e a todos do LIN e do PEN que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) pelo grande apoio financeiro.

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

IMAGENS DE DISTRIBUIÇÃO ELEMENTAR POR MICROTOMOGRAFIA POR  
FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X UTILIZANDO RADIAÇÃO SÍNCROTRON

Gabriela Ribeiro Pereira

Fevereiro/2006

Orientador: Ricardo Tadeu Lopes

Programa: Engenharia Nuclear

Neste trabalho foi desenvolvido um sistema para estudar a microtomografia por fluorescência de raios X na linha de Fluorescência de Raios X (XRF) do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), Campinas, Brasil. Para a excitação dos elementos foi utilizado um feixe branco com energia máxima de 23 keV, e os fótons de fluorescência foram detectados por um detector de HPGe, posicionado a noventa graus em relação à direção do feixe incidente. Um detector cintilador rápido foi utilizado para detectar os fótons transmitidos e o feixe incidente foi monitorado por uma câmara de ionização. As amostras foram rotacionadas em 180° com passos de 3° e transladadas perpendicularmente na direção do feixe com passos de 200 µm ou 80 µm (tamanho do feixe incidente). O tempo de medida para cada ponto foi avaliado separadamente para cada amostra. A fim de estudar o desempenho do sistema, foram analisadas algumas amostras teste e, além disso, amostras biológicas, minerais e vegetais foram analisadas para verificar a eficiência deste sistema na determinação da distribuição elementar nestes tipos de amostras. Todas as tomografias foram reconstruídas utilizando o algoritmo de retroprojeção filtrada. Nas amostras de tecido biológico foi possível fazer a reconstrução da distribuição dos elementos ferro, cobre e zinco e o potássio em menor concentração.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

ELEMENTAL DISTRIBUTION IMAGES BY X-RAY FLUORESCENCE  
MICROTOMOGRAPHY USING SINCHROTRON RADIATION

Gabriela Ribeiro Pereira

February/2006

Advisors: Ricardo Tadeu Lopes

Department: Nuclear Engineering

In this work a system was developed to study the X-ray fluorescence microtomography at the X-Ray Fluorescence beamline (XRF) of the Brazilian Synchrotron Light Source (LNLS), Campinas, Brazil. A white beam was used for the excitation of the elements and the fluorescence photons have been detected by a HPGe detector, placed at 90° to the incident beam. The beam was monitored by an ionization chamber and a fast scintillator detector was used to detect the transmitted radiation. In one projection, samples were positioned in steps of 200 μm or 80 μm (actual beam size) perpendicularly to the beam direction covering the whole transversal section of the sample proof. Each single value in a projection is obtained by measuring the fluorescent radiation emitted by all pixels along the beam. The object is then rotated, and another projection is measured. Projections are obtained in steps of 3° until the object has completed 180°. The selected measuring for each scanned point was evaluated separately for each sample. In order to study the performance of the system, some reference samples had been analyzed. Biological, minerals and vegetables samples also had been analyzed to verify the efficiency of this system in the determination of the elementary distribution in these kinds of samples. All the tomographies have been reconstructed using a filtered-back projection algorithm. In the biological samples it was possible to make the reconstruction of the distribution of iron, copper and zinc and potassium in lesser concentration.

# Índice

<b><u>1</u></b>	<b><u>INTRODUÇÃO .....</u></b>	<b><u>1</u></b>
<b><u>2</u></b>	<b><u>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</u></b>	<b><u>4</u></b>
2.1	TOMOGRAFIA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X .....	4
2.2	QUANTIFICAÇÃO DOS ELEMENTOS TRAÇOS CU, ZN E FE EM TECIDOS BIOLÓGICOS.	8
<b><u>3</u></b>	<b><u>FUNDAMENTOS TEÓRICOS .....</u></b>	<b><u>12</u></b>
3.1	PRODUÇÃO DE RAIOS X .....	12
3.1.1	HISTÓRICO.....	12
3.1.2	TUBO DE RAIOS X CONVENCIONAL.....	13
3.1.3	ESPECTRO DE EMISSÃO DOS RAIOS X .....	14
3.1.4	RAIOS X CARACTERÍSTICOS.....	15
3.1.5	ENERGIA CRÍTICA DE IONIZAÇÃO.....	17
3.1.6	ENERGIA DOS RAIOS X CARACTERÍSTICOS.....	18
3.2	FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X.....	20
3.2.1	A RAZÃO SALTO/ABSORÇÃO .....	22
3.3	INTERAÇÃO DOS RAIOS X COM A MATÉRIA .....	24
3.3.1	EFEITO FOTOELÉTRICO .....	25
3.3.2	EFEITO COMPTON.....	25
3.4	RADIAÇÃO SÍNCROTRON.....	26
3.4.1	PROPRIEDADES BÁSICAS DA RADIAÇÃO SÍNCROTRON .....	27
3.4.2	ASPECTOS GERAIS DE ENGENHARIA DA LUZ SÍNCROTRON.....	27
3.5	TOMOGRAFIA POR TRANSMISSÃO DE RAIOS X (CT) .....	30
3.6	TOMOGRAFIA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (CTXRF) .....	35
3.7	COMPARAÇÃO ENTRE A CT E A CTXRF.....	41
<b><u>4</u></b>	<b><u>MATERIAIS E MÉTODOS.....</u></b>	<b><u>43</u></b>
4.1	LABORATÓRIO NACIONAL DE LUZ SÍNCROTRON.....	43
4.2	METODOLOGIA .....	45
<b><u>5</u></b>	<b><u>RESULTADOS.....</u></b>	<b><u>48</u></b>

<b>5.1</b>	<b>AMOSTRAS TESTE .....</b>	<b>48</b>
<b>5.2</b>	<b>AMOSTRA DE SEMENTE DE FEIJÃO .....</b>	<b>51</b>
<b>5.3</b>	<b>AMOSTRA DE MINÉRIO .....</b>	<b>52</b>
<b>5.4</b>	<b>AMOSTRAS DE TECIDO DE RATO .....</b>	<b>53</b>
<b>5.5</b>	<b>AMOSTRAS DE TECIDO DE MAMA HUMANA.....</b>	<b>56</b>
<b>5.6</b>	<b>AMOSTRAS DE TECIDO PULMONAR HUMANO.....</b>	<b>65</b>
<b>6</b>	<b><u>CONCLUSÕES .....</u></b>	<b><u>72</u></b>
<b>6.1</b>	<b>TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>74</b>
	<b><u>REFERÊNCIAS .....</u></b>	<b><u>75</u></b>
	<b><u>APÊNDICE.....</u></b>	<b><u>80</u></b>
<b>A</b>	<b>RECONSTRUÇÃO 2D COM FEIXE PARALELO .....</b>	<b>80</b>
<b>B</b>	<b>COEFICIENTES DE ATENUAÇÃO EM MASSA PARA O SELÊNIO E ZINCO .....</b>	<b>89</b>

# 1 Introdução

Muitos esforços têm sido dedicados em todo mundo para desenvolver técnicas não destrutivas a fim de investigar a estrutura interna de uma variedade muito grande de amostras. Desde que as técnicas tomográficas foram desenvolvidas, a tomografia por transmissão de raios X vem sendo utilizada com bastante sucesso em várias áreas da ciência e tecnologia e já se tornou um dos métodos mais populares. As estruturas morfológicas de um material podem ser avaliadas medindo-se os coeficientes de atenuação da radiação em todos os pontos de uma secção transversal do material. Isso pode ser feito medindo-se a transmissão da radiação através do material em vários ângulos e usando-se técnicas de reconstrução tomográfica para se obter uma reconstrução da secção analisada, isto é, a imagem tomográfica. Esta imagem é uma representação dos diferentes coeficientes de atenuação da radiação no material e conseqüentemente está associada as diferentes densidades do material analisado.

Entretanto, em algumas aplicações o conhecimento a distribuição individual dos elementos químicos no interior da amostra é importante e, para alguns elementos a tomografia por transmissão produz um baixo contraste, não conseguindo diferenciar os elementos da amostra ou mesmo regiões da amostra. A fluorescência de raios X associada as técnicas tomográficas pode fornecer informações importantes das propriedades químicas da amostra e produzir um alto contraste em condições que a tomografia por transmissão não é adequada.

A fluorescência de raios X é uma técnica analítica multielementar bastante difundida e com aplicações em várias áreas da ciência e tecnologia. Tem como princípio básico a produção de raios X característicos emitidos por átomos presente em uma amostra quando devidamente excitada. Essa técnica pode ser aplicada em várias áreas da ciência: meio ambiente, biologia, medicina, geologia, engenharia, entre outras.

A fluorescência de raios X produzida por radiação síncrotron é uma ferramenta analítica importante na análise química, competindo com outras técnicas bastante utilizadas como ICP-plasma (**OLIVEIRA E BOAVENTURA, 1998**), absorção atômica (**CHUI E ZUCCHINI, 2001**), ativação neutrônica (**GARG ET AL, 1994**). As

excelentes características da fonte de radiação síncrotron: alta intensidade, colimação natural, feixes de fótons monocromáticos com uma largura de banda de energia muito estreita, possibilidade de feixes bastante colimados (20  $\mu\text{m}$ ) fazem as fontes de radiação síncrotron apropriadas para aplicações tomográficas, principalmente a microtomografia por fluorescência de raios X. A tomografia por fluorescência de raios X baseia-se na utilização da fluorescência de raios X emitida pelos elementos presentes em uma amostra como informação adicional para a caracterização do objeto em estudo.

O objetivo principal deste trabalho é a utilização da técnica de análise tomográfica utilizando as informações obtidas da fluorescência de raios X emitida por amostra biológicas, minerais e vegetais.

A escolha por amostras minerais veio da possibilidade de caracterização de amostras de minérios pela técnica de microtomografia por fluorescência de raios X, já que se sabe, que os metais que se utiliza no cotidiano são provenientes do subsolo e em geral, esses metais não são encontrados no subsolo "prontos para uso", mas sim fazendo parte da composição de minérios.

Como ponto de partida em análises biológicas, foi verificado a eficiência do sistema de microtomografia por fluorescência de raios X na determinação da distribuição elementar em amostras vegetais. Então, a partir daí, como se obteve um resultado positivo resolveu-se aplicar essa técnica para análises em amostras de tecido biológico.

A escolha por amostras biológicas veio acompanhando a tendência em diversos centros de pesquisa em todo o mundo de buscar novas técnicas para o diagnóstico de câncer, principalmente a detecção de patologias em estágio inicial de desenvolvimento. A técnica de fluorescência vem mostrando resultados positivos na diferenciação entre tecidos saudáveis e tecidos com câncer, e pode, em um futuro próximo, se tornar uma importante ferramenta de diagnóstico clínico. As estatísticas nos EUA demonstram que o câncer é a segunda maior causa de mortes, sendo precedido apenas pelas doenças circulatórias. Estes estudos mostram que um em cada três americanos irão potencialmente desenvolver algum tipo de câncer. No Brasil os dados apontam o câncer com a posição de quarta maior causa de mortes (8,2%), sendo precedido pelas doenças

circulatórias (25%), as causas externas (9,3%), ou seja, mortes por violência, envenenamentos e acidentes, e as doenças infecciosas e parasitárias (9,2%). (INCa, 2005)

As técnicas de microtomografia por transmissão e fluorescência de raios X foram implementadas na linha de Fluorescência de Raios X (XRF) do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), Campinas, Brasil.

A reconstrução das imagens por transmissão e fluorescência foi feita utilizando o programa Recpar desenvolvido no Laboratório de Instrumentação Nuclear da COPPE/UFRJ.

A seguir, nesta dissertação serão apresentados uma revisão bibliográfica do estado da arte da técnica de microtomografia por fluorescência de raios X e quantificação de metais em tecidos.

No capítulo 3 apresentam-se os fundamentos teóricos necessários e utilizados para o desenvolvimento deste trabalho.

Segue, no capítulo 4 as descrições dos materiais e métodos utilizados.

No capítulo 5 serão apresentados os resultados obtidos com a microtomografia por transmissão e fluorescência de raios X nas amostras teste, amostras biológicas, minerais e vegetais.

Finalmente, no capítulo 6 serão apresentadas as conclusões e as sugestões obtidas ao longo de todo o trabalho.

## 2 Revisão bibliográfica

### 2.1 Tomografia por fluorescência de raios X

Depois dos trabalhos de Cormack publicados em 1963 e 1964; Hounsfield, em 1968, desenvolveu um método chamado de tomografia computadorizada (computer assisted tomography) baseado na transmissão dos raios X para produzir uma imagem de uma secção transversal de uma cabeça humana (**CESAREO E MASCARENHAS, 1989**). Esse método revolucionou não só a radiografia médica, mas todo o campo de ensaios não destrutivos e estimulou o desenvolvimento de outras técnicas de imagem. Entre elas, estão as técnicas baseadas na detecção da radiação espalhada inelasticamente (tomografia Compton) (**CESAREO ET AL, 2003**), na detecção da radiação espalhada elasticamente (tomografia Rayleigh) (**HARDING ET AL, 1990**), imagens de amostras muito pequenas com resolução de micrômetro (**LOPES ET AL, 2003**) e imagens por ressonância nuclear magnética (**JUNIOR E YAMASHITA, 2001**).

**CESAREO e MASCARENHAS (1989)** desenvolveram um novo tipo de tomografia baseada na detecção da fluorescência de raios X emitida por uma amostra. Neste trabalho foi utilizado um feixe colimado e monocromático proveniente de um tubo de raios X. Os raios X característicos emitidos a noventa graus pela amostra foram coletados por um detector altamente colimado. A amostra foi transladada no plano x-y e com isso a distribuição elementar de uma fatia do objeto pôde ser determinada. Neste trabalho foram utilizados objetos testes feitos com uma matriz de polimetacrilato (plexiglas) e com uma solução interna contendo iodo em determinadas regiões da amostra. A reconstrução de uma seção da amostra foi feita com e sem correção da absorção e os resultados mostraram claramente a distribuição do iodo na amostra.

As características da tomografia por fluorescência segundo Cesareo e Mascarenhas são:

- Possui melhor resolução por contraste comparada a tomografia por transmissão de raios X, porque o efeito fotoelétrico está envolvido ao

invés do efeito Compton, como em geral em tomografia por transmissão. Para imagens de elementos químicos em solução, a sensibilidade dessa técnica é melhor que 0,1% para elementos de médio a alto número atômico.

- Pode ser usada para tomografias de amostras pequenas ( $< 1 \text{ cm}^3$ ), de acordo com a penetração da radiação incidente e o sinal de saída dos raios X característicos da amostra.
- Uma fonte muito intensa e colimada é necessária para irradiar um pequeno elemento de volume. Por esse motivo a radiação síncrotron se torna apropriada para esse tipo de técnica.

**YUASA ET AL (1997)** descreveram um algoritmo rápido para tomografia por fluorescência de raios X. A reconstrução proposta por eles envolve resolver um sistema de equações algébricas cujos dados de entrada são as projeções da tomografia por fluorescência de raios X. Eles propõem um algoritmo de reconstrução baseado no método do gradiente conjugado (CGM) com um eficiente método manipulação de dados para reduzir o tamanho de memória do computador necessária para reconstruir as imagens da tomografia em aproximadamente  $N^{1/2}$ , onde N é o número de pixels.

**HOGAN ET AL (1991)** propôs um método matemático para reconstrução dos dados por tomografia por fluorescência de raios X com correção de absorção. Esse modelo faz correções da absorção antes e depois do ponto de fluorescência. Neste trabalho Hogan compara os diferentes métodos de reconstrução. O método matemático proposto por ele consegue remover parte da degradação por absorção. A vantagem do método do Hogan é que não é necessário o feixe monocromático, os dados não são simulados, e a tomografia por fluorescência e transmissão de raios X são obtidas simultaneamente.

**SIMIONOVICI (2001)** além de propor a reconstrução em duas dimensões como os trabalhos anteriores, ele também propôs uma reconstrução em três dimensões. Ele fez uma comparação entre dois métodos de reconstrução. O algoritmo de reconstrução algébrica (ART) e o algoritmo de retroprojeção filtrada (FBP) e concluiu que a

retroprojeção filtrada possui um a melhor resolução para tomografia por fluorescência de raios X. No caso da aplicação em capilares preenchidos com pó mineral, ele conseguiu alcançar uma resolução de 1,2  $\mu\text{m}$  utilizando lentes focalizadoras.

**SCHROER (2001)** apresenta um método de reconstrução tentando estimar a distribuição do coeficiente de atenuação para a energia de fluorescência. Esse método é testado para fantasmas numéricos e apresenta bons resultados. Uma consideração importante no método de Schroer é que para amostras com baixa densidade como amostras biológicas liofilizadas, a fluorescência secundária e outros efeitos de espalhamento são negligenciáveis.

**BRUNETTI E GOLOSIO (2001)** implementam o algoritmo proposto por **HOGAN (1991)** para a tomografia por fluorescência com correção de absorção e fazem novas simulações agora com uma amostra de referência com composição química contendo soluções padrão de Si, Ca, Fe e Sr.

**VINCZE ET AL (2002a)** fazem um estudo em objetos testes cilíndricos com uma matriz composta por poliacrilato com alguns furos que foram preenchidos com alguns elementos terras raras. (La, Pr, Sm, Gd, Dy, Er, Yb). Neste trabalho foi possível visualizar a distribuição dos elementos terras raras devido a utilização de um monocromador multicamadas (multilayer) produzindo fótons com energia de 71,5 keV.

Em **VINCZE ET AL (2002b)**, os autores investigam a distribuição de contaminantes em partículas sedimentares do porto de Nova York/Nova Jersey por microtomografia por fluorescência de raios X. O conhecimento dessa distribuição é necessário para permitir o desenvolvimento de métodos mais refinados de limpeza dos sedimentos. O tamanho das partículas é da ordem de 30-80  $\mu\text{m}$ . Devido à baixa concentração dos elementos de interesse, é então utilizado a radiação síncrotron para excitação das partículas. O feixe utilizado é monocromático em 13 keV e é utilizado um capilar para obter um feixe de 2  $\mu\text{m}$ . Os elementos detectados foram Ti, Cr, Mn, Fe, Ni e Zn.

**CHUKALINA ET AL (2002)** apresentam um método semi-quantitativo para reconstrução das imagens por microtomografia por fluorescência de raios X. O método

utilizado para reconstrução bidimensional é o método de reconstrução algébrico (ART). São apresentados os resultados para uma amostra de resina que é usada como substrato em experimentos de ICP/Plasma.

Em **CESAREO ET AL (2003)**, os autores descrevem um sistema multi-tomográfico para tomografia computadorizada que usa os raios X transmitidos, espalhados e por fluorescência para fazer imagens do objeto de interesse. Os resultados mostraram que a intensidade dos fótons transmitidos é, aproximadamente, duas ordens de magnitude maior que para tomografia Compton, tomografia Rayleigh e tomografia por fluorescência de raios X. O que implica um maior tempo para aquisição da tomografia Compton e Rayleigh. Comparando os métodos eles chegaram a conclusão que:

- A tomografia por transmissão é claramente a técnica de imagem por raios X mais utilizada. Porém essa técnica possui limitações que estão relacionadas com grandes amostras que não são atravessadas por raios X ou raios gama, ou amostras que não são acessíveis de ambos os lados ou não podem ser movidas até o sistema fonte-detector. Além disso, essa técnica perde em contraste se o material sob inspeção possui apenas materiais de número atômico similar.
- A tomografia Compton pode ser aplicada em casos em que a amostra não é acessível dos dois lados e, para imagens de parte de amostras grandes. A tomografia Compton pode dar um melhor resultado em caso de fraturas em amostras de baixa densidade.
- A tomografia por difração ou Rayleigh pode ser extremamente útil para imagens de estruturas cristalinas, e pode ser usada como um tipo de impressão digital ou para detectar contaminantes em um dado objeto, como no caso da detecção de explosivos em bagagem.
- A tomografia por fluorescência de raios X pode ser útil para identificação e mapeamento de elementos com número atômico médio a alto, em matrizes de baixa densidade e é especialmente aplicada para pequenas amostras.

**GOLOSIO ET AL (2003)** propõem uma análise elementar de um grão de um meteorito de marte (NWA817) através da combinação de três técnicas tomográficas: fluorescência de raios X, Compton e transmissão de raios X. Os resultados devido a combinação das técnicas mostraram a distribuição interna dos elementos com  $Z \geq 15$  em termos da densidade e da fração de massa. Além disso, essas técnicas fornecem uma informação global da distribuição interna espacial dos elementos leves ( $Z < 15$ ) em termos da densidade total.

**NAGHEGOLFEIZI ET AL (2003)** apresentam a aplicação da microtomografia por fluorescência de raios X em partículas combustíveis TRISO SiC usadas em reatores nucleares. Neste mesmo trabalho é feita uma comparação entre a microtomografia por transmissão e por fluorescência de raios X e os seguintes resultados são obtidos:

- A microtomografia por transmissão é mais rápida;
- A microtomografia por fluorescência de raios X tem razão sinal-ruído melhor para elementos traços;
- A tomografia por fluorescência de raios X é cem a mil vezes mais sensível a distribuição elementar que a tomografia por transmissão.
- Duas desvantagens da fluorescência de raios X é a possibilidade de sobrepor as linhas de fluorescência de raios X e de saturar o detector com uma linha de fluorescência de raios X muito intensa.

## **2.2 Quantificação dos elementos traços Cu, Zn e Fe em tecidos biológicos**

O interesse pelos elementos ferro, cobre e zinco vem do interesse mundial em investigar elementos traços em amostras de tecido. Particularmente, zinco e cobre fazem parte de reações enzimáticas oxidativas. A respeito do ferro, mudanças na sua concentração devem ser associadas à vascularização e o aumento do suprimento do sangue para o crescimento de tumores.

A bioquímica do ferro, cobre e do zinco sugere que esses metais podem ter um importante papel na carcinogenesis. Um grande número de estudos examinou a relação entre esses metais e o risco de câncer em humanos e muitas relações significantes foram encontrados. **(WU ET AL, 2004)**

A justificação fisiológica relacionada com a concentração elementar e o câncer são muitas de acordo com as várias funções dos elementos, particularmente, elementos traços. O ferro, cobre e zinco não podem ser somente associados com funções que protegem o corpo da doença, mas também com processos que facilitam a sua propagação. Por exemplo, cobre e zinco agem como catalisadores para enzimas antioxidantes que tem o papel de defender o organismos humano contra a doença. Inversamente, o cobre pode agir como catalizador para produção dos radicais hidroxil que estão relacionados com a destruição do tecido. O ferro pode estar associado com o câncer de mama porque é o regulador para a produção de sítios de suprimentos de sangue, que são aumentados em áreas de tumor de mama. O zinco é um cofator para o grupo de anidrases carbônicas, enzimas que estão relacionadas com a hipoxia, que é um dos indicadores de prognóstico de câncer de mama. **(GERAKI ET AL, 2004)**

Esses efeitos não são exclusivos de elementos com concentração muito baixa. A diferença de potássio, que é um elemento majoritário, entre amostras de tecido saudável e doente pode ser simplesmente o resultado do fato que a composição intracelular entre esses tecidos varia e o potássio é um dos mais abundantes elementos intracelular. A necessidade de crescimento do tumor pode permitir o acúmulo de nutrientes, portanto um aumento dos níveis dos elementos principais nas proximidades da lesão é esperado.

Entretanto, é difícil determinar qual desses efeitos envolvendo esses elementos prevalece na criação, desenvolvimento ou defesa contra o câncer de mama. Um fato, é que a todos os estudos de níveis dos elementos em tecido de mama saudáveis e doentes reportam que existe um aumento na concentração para a maioria dos elementos nas células tumorais. Na literatura, consideráveis discrepâncias existem entre o nível de quantificação da concentração dos elementos, refletindo em parte as significantes dificuldades e incertezas envolvendo esse tipo de análise. Dificuldades que envolvem desde a retirada da amostra ao método de quantificação.

Durante o procedimento de suspeita de câncer de mama, uma parte do tecido é retirada do paciente e passada para o histopatologista para a devida análise. A análise requer uma cuidadosa preparação das amostras de tecido que serão analisados por microscopia para obter os parâmetros de prognóstico como tamanho do tumor, tipo e classe. Um parâmetro importante na classificação dos tecidos é a quantificação dos elementos constituintes da amostra. A interpretação histopatológica requer um modelo de reconhecimento especializado, isto é, requer muita perícia, que só pode ser adquirida através de muitos anos de aprendizado com base na análise qualitativa da amostra de tecido. Esse é um processo dependente do observador.

Com relação a medidas de concentração em amostras de tecido de mama, o aumento nas concentrações elementares para as amostras de tumor foi reportada por um amplo range de elementos. Para o método de análise por ativação de nêutrons (AAN) aplicado a tecidos de mama com alguma doença e sadios, **GARG ET AL (1994)** e **NG ET AL (1997)** usaram AAN para estudar amostras pareadas de tecido de mama (saudável e tumoral), enquanto que **KANIAS ET AL (1994)** comparou células de tumores malignos e benignos. Uma característica indesejável dessa técnica é a destruição das amostras de tecido devido a um fluxo de nêutrons de aproximadamente  $10^{12}$  nêutrons  $\text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$ . Então, se uma série de medidas envolvendo algumas técnicas analíticas é necessária, como, por exemplo, utilizar a difração de raios X em adição a investigação da concentração dos elementos, a AAN não poderá ser utilizada.

Com relação à técnica de fluorescência de raios X e de difração de raios X para analisar amostras de tecido de mama, em **GERAKI ET AL (2002)**, os autores avaliaram oitenta amostras de tecido de mama, sendo que vinte amostras foram retiradas em par, isto é, vinte amostras de tumores com vinte correspondentes amostras de tecidos sadios. As outras quarenta amostras consistem em vinte amostras de tumor e vinte amostras de tecido saudável provenientes de cirurgias de redução de mama. A análise estatística dos resultados obtidos usando a técnica de fluorescência de raios X indicou elevação nos níveis de concentração dos elementos zinco, cobre e ferro nas amostras tumorais. O efeito foi mais proeminente para cobre e ferro.

**FARQHARSON e GERAKI (2004)** apresentam um estudo das concentrações de potássio, ferro, cobre e zinco em 77 tecidos de mama, sendo 38 classificados como

saudável e 39 doentes, usando a técnica de fluorescência de raios X. Os perfis de espalhamento coerente foram medidos usando difração de raios X para estimar a proporção de tecido adiposo e fibroso em cada amostra. Neste artigo eles encontraram uma maior concentração dos metais ferro, cobre e zinco, nos tecidos doentes em relação aos tecidos saudáveis.

**GERAKI ET AL (2004)** apresentam novos resultados sobre a concentração de Fe, Cu, Zn e K em amostras de tecido de mama doentes e saudáveis usando a técnica de fluorescência de raios X e de difração de raios X. Foram analisadas 120 amostras incluindo 37 pareadas de tecido saudável e doente. A análise estatística das concentrações elementares dos diferentes grupos mostram que os quatro elementos são encontrados em nível elevado nas amostras de tumor. O aumento é menos pronunciado para Fe e Cu e mais para K e Zn.

## 3 Fundamentos teóricos

### 3.1 Produção de raios X

#### 3.1.1 Histórico

Os raios X foram descobertos acidentalmente por Wilhelm C. Röntgen em oito de novembro de 1895. Röntgen, um físico da Universidade de Wurtzburg, estava realizando experiências com os raios catódicos produzidos quando uma alta voltagem era aplicada através de um tubo parcialmente no vácuo. Os raios catódicos causavam a emissão de uma luz azul a partir do tubo, e Röntgen tinha coberto o tubo com papel para prevenir que a luz escapasse. Durante o experimento, ele notou uma fluorescência que vinha dos cristais de cianeto bário e platina através do laboratório. A fluorescência ocorria somente quando a voltagem era aplicada ao tubo e decrescia, mas não desaparecia, quando um objeto denso era posto entre o tubo e os cristais. A fluorescência não podia ser causada pelos raios catódicos, pois eles não podiam atravessar mais que alguns centímetros no ar. Röntgen concluiu que a fluorescência era causada pela emissão de um novo tipo de radiação que viajava desde o tubo até os cristais e podiam passar através, inclusive, de materiais densos postos no caminho. Ele nomeou esta radiação de raios X, pois X representava uma quantidade desconhecida.

Embora a descoberta dos raios X tenha sido acidental, a investigação subsequente de suas propriedades foi intencional. Röntgen cancelou todas as suas outras atividades e por semanas explorou as propriedades de sua descoberta. Ele aprendeu que os raios X escureciam filmes fotográficos e usava esta propriedade para medir a quantidade de radiação detectadas sob diversas condições experimentais. Ele também descobriu que:

- os raios X viajavam em linha reta entre interações;
- não são influenciados por campos eletromagnéticos;

- são atenuados por materiais de acordo com suas densidades físicas;
- podem ser usados para obter imagens fotográficas de objetos opacos à luz visível.

Por este trabalho, Röntgen recebeu o primeiro Prêmio Nobel de física em 1901. A explicação moderna para o fenômeno observado por Röntgen é que moléculas residuais de gás no tubo de raios catódicos foram ionizados, e os elétrons liberados foram acelerados através do tubo por causa da tensão aplicada. Como estes elétrons colidiam com várias partes do tubo, fótons de raios X eram liberados através do processo de bremsstrahlung: quando uma partícula carregada livre é acelerada ou desacelerada, ela emite radiação eletromagnética.

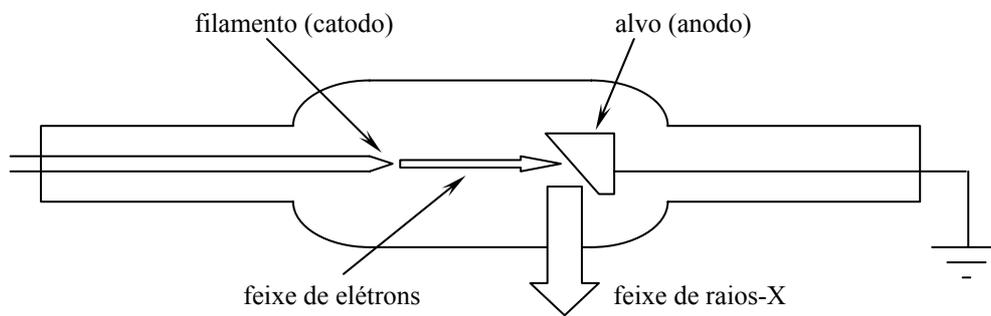
Em 1913, Coolidge melhorou a tecnologia dos tubos aquecendo o fio do filamento com uma corrente para liberar elétrons. Este processo é chamado de emissão termo-iônica ou efeito Edson. No tubo de Coolidge, elétrons liberados do filamento eram repelidos pela carga negativa do filamento e acelerados na direção do alvo (carregado positivamente). Raios X eram produzidos quando os elétrons interagiam com o alvo. O tubo de Coolidge é o protótipo dos tubos de raios X modernos.

Os raios X se tornaram uma valiosa ferramenta na pesquisa atômica e uma grande soma de informações a respeito da estrutura atômica foi obtida dos estudos de espalhamento e absorção de raios X por átomos. Na engenharia e na medicina, os raios X propiciaram uma ferramenta muito útil pela sua capacidade de atravessar materiais densos. Esta propriedade põe a técnica de inspeção por raios X como uma das técnicas mais utilizadas nos ensaios não destrutivos. **(OLIVEIRA, 2002)**

### **3.1.2 Tubo de raios X Convencional**

Os raios X são produzidos quando elétrons acelerados interagem com um alvo metálico, reduzindo, portanto, sua energia cinética ou quando sofrem desvio na sua trajetória inicial.

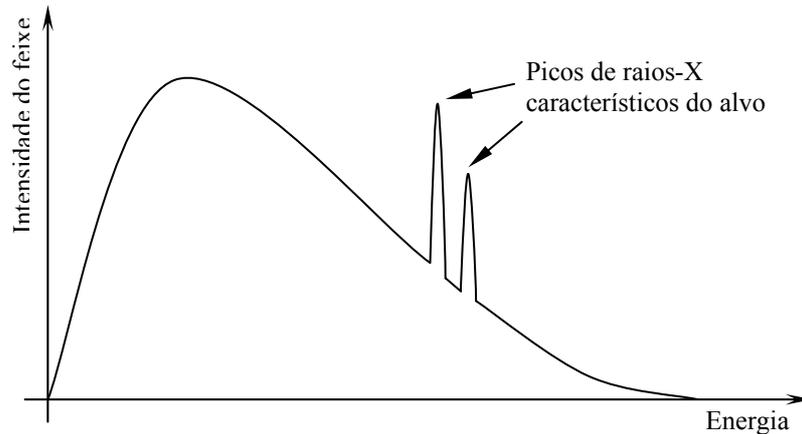
Em geral, esses raios são produzidos por um tubo de raios X com mostra a figura 3.1. Dentro da ampola de raios X, um filamento de tungstênio (catodo) libera elétrons termoionicamente, os quais são acelerados por uma diferença de potencial (kV) em direção a um alvo (anodo) que geralmente é de tungstênio. A corrente de elétrons (mA), ao interagir com o anodo, tem apenas 1% de sua energia convertida em raios X, sendo o restante da energia liberado em forma de calor. É feito vácuo dentro da ampola de raios X, com o objetivo de evitar que os elétrons interajam com moléculas de ar, perdendo sua energia e mudando de direção.



**Figura 3.1** – Representação esquemática de um tubo de raios X.

### 3.1.3 Espectro de Emissão dos Raios X

O feixe de um tubo de raios X é composto de fótons com uma distribuição de energias que dependem de quatro fatores. Primeiro, o efeito bremsstrahlung produz raios X com uma banda de energia extensa mesmo se os elétrons de uma única energia interagirem com o alvo. Segundo, os raios X produzidos como radiação característica tem energia independente da energia dos elétrons que estão incidindo no alvo. Obviamente, os raios X característicos só são produzidos se a energia dos elétrons excede o limiar de geração dos mesmos.



**Figura 3.2** - Espectro de energia tubo de raios X.

Terceiro, a energia dos elétrons incidentes varia com a tensão do tubo. Quarto, os raios X são produzidos em profundidades diferentes do alvo. Estes fótons de raios X viajam através de diferentes espessuras do alvo antes de emergirem e devem perder energia através de uma ou mais interações. Mudanças em outras variáveis tais como filtragem, material do alvo, pico de tensão do tubo, corrente e tempo de exposição podem afetar a forma do espectro de energia. A distribuição de energia dos fótons produzidos por um tubo de raios X típico, referido com espectro de emissão, é mostrado na figura 3.2.

### 3.1.4 Raios X Característicos

O átomo quando fica no estado excitado (estado energético) tem a tendência de voltar ao estado fundamental, em apenas 1 ps, através de uma série de transições permitidas dos elétrons de camadas externas para preencher o vazio da camada interna.

A energia dos elétrons é altamente definida com valores característicos para cada átomo. A diferença de energia na transição de camadas mais externas para camadas mais internas, é também característica de cada átomo e pode ser liberada de duas maneiras:

- *Processo Auger* - é uma transição não radioativa onde a diferença de energia entre uma camada e outra pode ser transmitida para um elétron de camada mais externa, causando a emissão de um elétron (elétron Auger) com energia cinética específica.
- *Processo de raios X característico* - é uma transição radioativa onde a diferença de energia é expressa como um fóton de radiação eletromagnética com energia altamente específica.

A energia do fóton de raios X emitido é uma função dos níveis de energia do átomo. Como o nível de energia dos átomos são bem definidos e característicos de cada tipo de átomo, a energia do fóton de raio X é específica de cada elemento e contém as informações sobre a composição química de cada espécie.

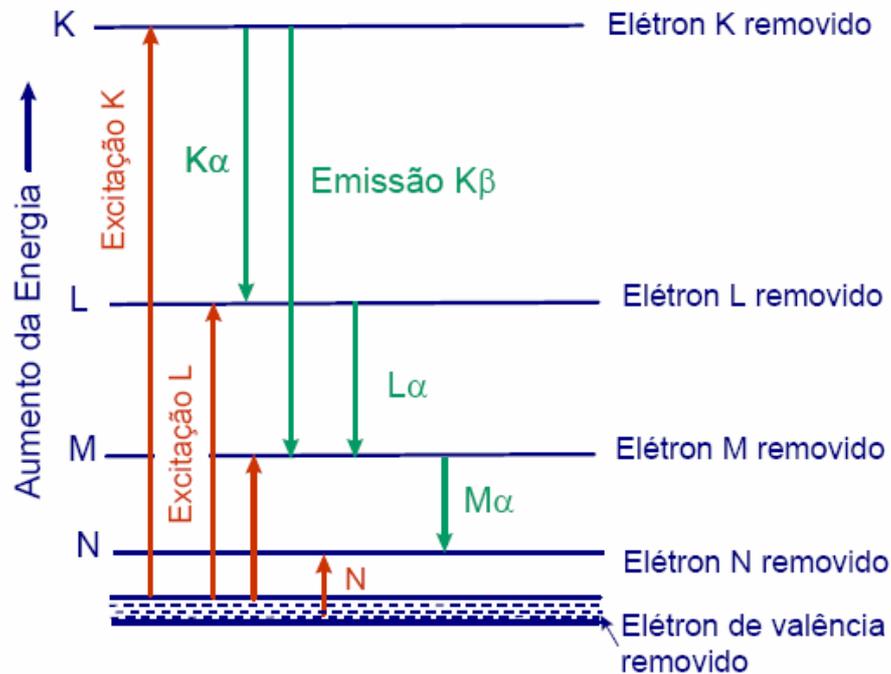
Como o espectro total de raios X coletado é formado pela radiação característica e pela Bremsstrahlung e, como a radiação característica fornece as principais informações sobre a composição da amostra, a identificação da radiação contínua e da radiação característica é um importante procedimento para a quantificação da composição da amostra.

A quantidade de energia de cada camada varia de maneira discreta com o número atômico e mesmo quando o número atômico muda somente de uma unidade a diferença de energia entre as camadas varia significativamente.

Em cada camada os elétrons de um átomo ocupam níveis de energia específicos, conforme pode ser observado figura 3.3, e estes níveis de energia de cada átomo são descritos pelos números quânticos: principal  $n$  (designado por K, L, M, N, etc.), orbital  $l$  (designado por s, p, d, f), spin  $j$  e magnético  $m$ .

O arranjo dos elétrons em um átomo é controlado pelo princípio de exclusão de Pauli, que impõe a restrição de que dois elétrons não podem ter a mesma série de

números quânticos e conseqüentemente a mesma energia.



**Figura 3.3** - Diagrama dos níveis de energia de um átomo mostrando a excitação das camadas K, L, M e N e a formação de raios X K $\alpha$ , K $\beta$ , L $\alpha$  e M $\alpha$ . (MALISKA, 2005)

As letras gregas  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , etc., são usadas para designar a ordem da intensidade dos raios X provenientes de uma determinada camada excitada.

### 3.1.5 Energia crítica de ionização

A ionização de camadas internas ocorre quando o elétron é removido de uma camada interna e ejetado do átomo. Como cada camada e subcamada interna têm sua energia bem definida, para retirar um elétron de uma determinada camada é necessário uma energia crítica de ionização, também conhecida como energia crítica de excitação ou energia de raios X de absorção. Cada camada ou subcamada de um átomo requer uma energia mínima específica, como por exemplo, o caso da platina mostrado na tabela 3.1.

**Tabela 3.1** - Energia crítica de ionização da platina (MALISKA, 2005).

Camada	Energia crítica de Ionização (keV)
K	78,39
L <sub>I</sub>	13,88
L <sub>II</sub>	13,27
L <sub>III</sub>	11,56
M <sub>I</sub>	3,296
M <sub>II</sub>	3,026
M <sub>III</sub>	2,645
M <sub>IV</sub>	2,202
M <sub>V</sub>	2,122

### 3.1.6 Energia dos raios X característicos

A desexcitação do átomo após a ionização (retirada do elétron) é realizada através da transição dos elétrons de uma camada ou subcamada para outra. A estrutura das camadas de elementos com número atômico  $\geq 11$  (sódio) é suficientemente complexa de maneira que quando ocorre a ionização da camada mais interna K, a transição para preencher esta vacância pode ocorrer a partir de mais de uma camada. Como pode ser observado na figura 3.3. A partir da ionização da camada K, a transição para preencher esta vacância pode ocorrer tanto da camada M quanto da camada L. Como os elétrons destas camadas externas possuem diferentes energias, os raios X criados a partir destas duas camadas também têm energias diferentes e são designados diferentemente. As notações usadas para designar as transições são as normalmente usadas na espectrometria de raios X onde:

- as letras K, L, M, N, designam a camada em que ocorreu a ionização, de onde foi retirado o elétron,
- as letras gregas minúsculas  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , designam a camada, a partir da qual o elétron saiu para preencher o vazio deixado pela ionização, sendo  $\alpha$  a mais provável transição,
- os sub-índices 1,2,3, designam a transição entre as subcamadas.

Observando, então, a figura 3.3 tem-se que a radiação  $K\alpha$  resulta da retirada de um elétron da camada K e saída de um elétron da camada L para ocupar esta posição. A radiação  $K\beta$  ocorre quando um elétron da camada M se move para ocupar a posição na camada K. A radiação  $K\beta$  será sempre levemente mais energética do que a  $K\alpha$  e será sempre muito menos intensa.

De maneira semelhante a radiação  $L\alpha$  resulta da transição de um elétron da camada M para ocupar uma vacância na camada L, enquanto que a radiação  $L\beta$  significa que ocorreu a transição de um elétron da camada N para a camada L. A radiação  $L\beta$  é sempre menor e levemente mais energética do que a radiação  $L\alpha$ . As radiações das camadas L são sempre menos energéticas do que as radiações K. Se os picos das radiações M estiverem presentes, serão sempre menos energéticos que as séries L e K.

É importante observar que a energia do raio X característico é sempre menor que a energia crítica de ionização. Isto ocorre porque a ionização do átomo acontece pela retirada do elétron de uma camada interna do átomo, enquanto que os raios X característicos são formados pela transição entre as camadas.

## 3.2 Fluorescência de raios X

Os raios X característicos podem também ser produzidos por radiação eletromagnética ou por partículas carregadas. Neste caso, o fóton de luz é absorvido por um elétron (efeito fotoelétrico) e este elétron é expelido do átomo com uma energia cinética bem definida deixando um vazio. O átomo fica então ionizado e tem-se uma subsequente desexcitação, voltando para o estado fundamental através da emissão de um fóton de raio X ou de um elétron Auger. Este fenômeno da emissão de raio X é conhecido como fluorescência induzida de raios X ou fluorescência de raios X.

A fração da radiação incidente que leva a emissão de uma determinada linha de raios X característicos é determinada por uma probabilidade de excitação que é produto de três outras probabilidades (**LACHANCE e CLAISSE, 1994**):

$$P_{E_i} = P_{nível} \cdot P_{linha} \cdot P_{fluorescência} \quad (3.1)$$

Onde:

$P_{nível}$  é a probabilidade que a radiação incidente retire elétrons de um dado nível quântico. Pode ser o nível K,L,M,N,O,...,etc.;

$P_{linha}$  é a probabilidade que uma determinada energia seja emitida dentro de sua série. Para um elétron retirado do nível K podemos ter as seguintes transições do nível L: K-L<sub>2</sub> e K-L<sub>3</sub>;

$P_{fluorescência}$  é a probabilidade de ocorrer emissão de fluorescência de raios X ao invés de elétron Auger, a partir de uma transição realizada entre dois estados quânticos.

O rendimento de fluorescência  $\omega$  é definido como a probabilidade para que o fóton produzido seja liberado do átomo sem ser reabsorvido. Assim,  $\omega$  pode ser representado como:

$$\omega = \frac{n_s}{n_p} \quad (3.2)$$

$$n_p = n_s + n_A \quad (3.3)$$

Onde:

$n_s$  é o número de fótons produzidos como fluorescência de raios X;

$n_p$  é o número de fótons que são produzidos devido as vacâncias nos níveis e subníveis atômicos;

$n_A$  é o número de fótons que são reabsorvidos dentro do átomo.

O rendimento de fluorescência para a linha K é dado pelo número de fótons  $n_K$  emitidos como fluorescência de raios X, para todas as linhas K, dividido pelo número de fótons criados  $N_K$  devido as transições entre os estados quânticos. Assim, tem-se:

$$\omega_K = \frac{n_{K-L_3} + n_{K-L_2} + \dots}{N_K} = \frac{\sum n_K}{N_K} \quad (3.4)$$

É possível obter o rendimento de fluorescência  $\omega_L$  para as linhas L tendo três diferentes valores:  $\omega_{L1}$ ,  $\omega_{L2}$ ,  $\omega_{L3}$ .

Pode-se definir o rendimento de fluorescência de um modo geral como o número de raios X efetivamente emitidos em relação ao número de vacâncias produzidas em um dado nível.

### 3.2.1 A Razão Salto/Absorção

A probabilidade de a radiação incidente retirar elétrons de um determinado nível está fortemente ligada com a fração da radiação que é absorvida no mesmo nível (LACHANCE e CLAISSE, 1994).

$$P_{\text{nível}} = \frac{\text{absorção da radiação num nível específico}}{\text{absorção da radiação em todos os níveis}} \quad (3.5)$$

Para a linha K, tem-se:

$$P_K = \frac{r_K - 1}{r_K} \quad (3.6)$$

Onde:

$$r_K = \frac{\tau_K + \tau_{L_1} + \tau_{L_2} + \tau_{L_3} + \tau_{M_1} + \dots}{\tau_{L_1} + \tau_{L_2} + \tau_{L_3} + \tau_{M_1} + \dots} \quad (3.7)$$

$\tau_K$  é a seção de choque para o efeito fotoelétrico;

$r_K$  é a razão de salto/absorção;

$r_K$  é definida em função da seção de choque de absorção fotoelétrica;

No caso da linha L:

$$P_L = \frac{r_L - 1}{r_L} \quad (3.8)$$

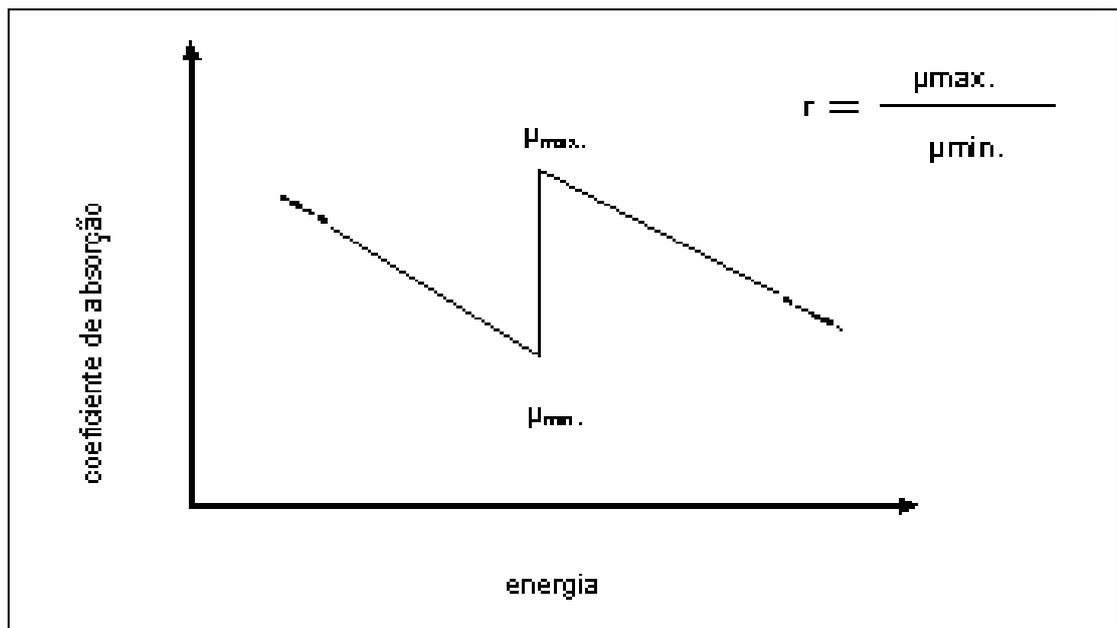
Na prática, a razão salto/absorção é calculada pela seguinte relação:

$$r = \frac{\tau_{E_{\text{absorção}}} - \Delta E}{\tau_{E_{\text{absorção}}} + \Delta E} \quad (3.9)$$

Na equação 3.9,  $\Delta E$  pode ser um valor pequeno nas proximidades de zero.

Os valores da razão salto/absorção para as linhas  $L_1$ ,  $L_2$ ,  $L_3$ ,  $M_1$ ,  $M_2$ , ... etc. são calculados da mesma forma.

Através da figura 3.4 é possível ver o esquema representativo de uma curva de absorção fotoelétrica.

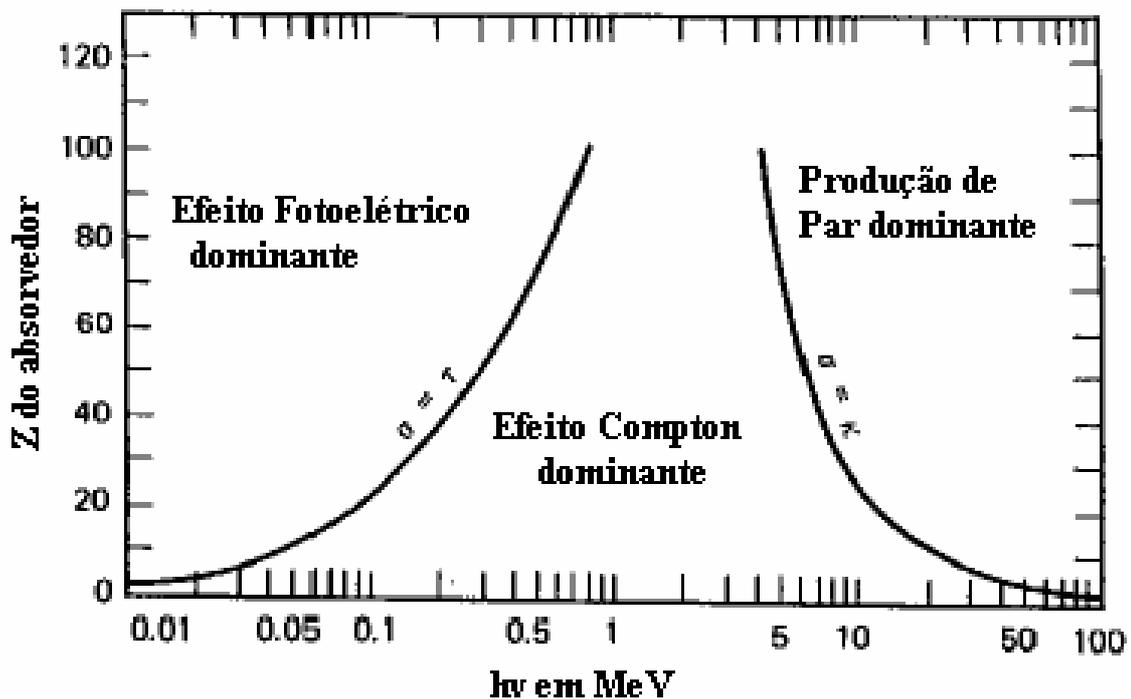


**Figura 3.4** – A razão salto/absorção.

### 3.3 Interação dos Raios X com a Matéria

Diferentes fenômenos vêm sendo considerados como integrantes da base da Espectrometria de Raios X: a atenuação de raios X, tanto quanto sua deflexão, e a interferência.

A atenuação de raios X deve-se à interação dos fótons com os elétrons nos orbitais ou com o núcleo dos átomos, resultando em três efeitos, que competem entre si, denominados: absorção fotoelétrica, espalhamento de raios X e produção de pares. Como mostra a figura 3.5 o efeito fotoelétrico é predominante para energias abaixo de 100 keV e é o mais importante efeito na espectrometria de raios X. A segunda componente mais importante para este processo é o espalhamento de raios X. A produção de pares não ocorre para energias menores do que 1,02 MeV, sendo desprezada para a espectrometria de raios X.



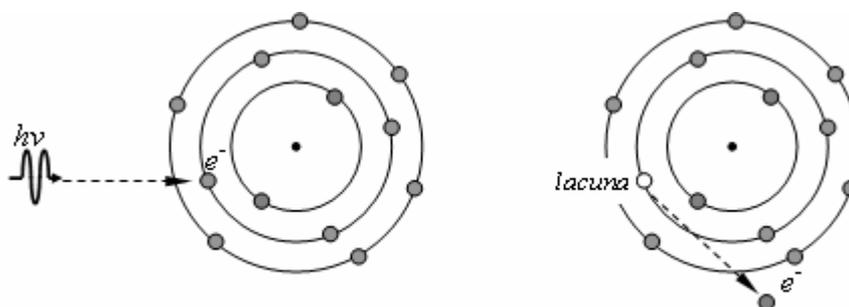
**Figura 3.5-** Efeitos predominantes para a atenuação de raios X em função do número atômico do material (Z) e da energia do fóton (hν).

### 3.3.1 Efeito Fotoelétrico

O efeito fotoelétrico é caracterizado pela transferência total da energia da radiação X ou gama (que desaparece) a um único elétron orbital, que é expelido com uma energia cinética  $E_C$  bem definida,

$$E_C = h\nu - B_e \quad (3.10)$$

Onde  $h$  é a constante de Planck,  $\nu$  é a frequência da radiação e  $B_e$  é a energia de ligação do elétron orbital.



**Figura 3.6** - Desenho esquematizando a situação do efeito fotoelétrico.

O efeito fotoelétrico é predominante para baixas energias e para elementos de número atômico elevado pois a probabilidade aumenta com  $Z^4$  e decresce à medida que a energia aumenta.

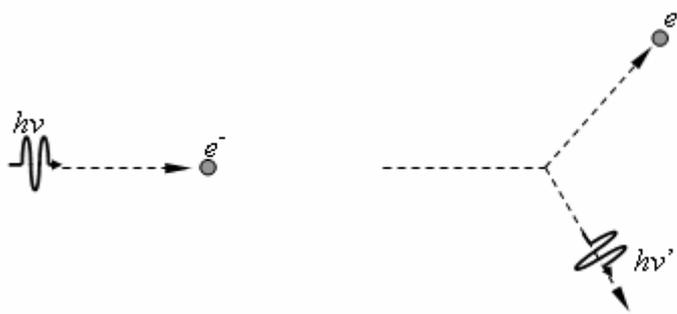
### 3.3.2 Efeito Compton

O efeito Compton é um processo de interação que envolve um fóton e um elétron livre ou pouco ligado ao átomo. O fóton inicial dá origem a um novo fóton, de menor energia. A energia restante é transferida para o elétron Compton (ou de recuo) e muda de direção de propagação. Considerando que a energia e a quantidade de movimento têm de ser conservadas durante a interação, conclui-se que a energia cinética do elétron de recuo,  $E_c$ , é dada pela diferença entre a energia do fóton antes da

interação (fóton incidente),  $h\nu$ , e depois da interação (fóton dispersado ou difundido),  $h\nu'$ .

$$E_e = h\nu - h\nu' \quad (3.11)$$

A energia transferida do fóton incidente para o elétron de recuo é máxima se a interação for frontal e será mínima no caso de uma interação tangencial. A probabilidade de ocorrer o efeito de Compton diminui quando a energia do fóton aumenta e aumenta com o número atômico dos materiais, sendo o elétron libertado uma partícula ionizante secundária.



**Figura 3.7** - Desenho esquematizando o espalhamento Compton.

### 3.4 Radiação Síncrotron

A radiação síncrotron é a radiação eletromagnética emitida quando partículas carregadas com velocidade relativística são submetidas à aceleração radial. A base teórica para a produção de radiação síncrotron está relacionada às descobertas do elétron por Thomson.

Em 1897, Larmor derivou uma expressão da eletrodinâmica clássica para a potência total instantânea irradiada por uma partícula carregada acelerada. No ano seguinte, Liénard estendeu este resultado ao caso de uma partícula relativística submetida a aceleração centrípeta numa trajetória circular. A fórmula de Liénard mostrou que a potência da radiação é proporcional a  $(E/mc^2)^4/R^2$ , onde  $E$  é a energia da partícula,  $m$  é a massa de repouso do elétron,  $c$  é a velocidade da luz no vácuo e  $R$  é o

raio da trajetória. A primeira observação visual da radiação síncrotron ocorreu em 1947 por Frank Elder, Robert Langmuir, Anatole Gurewitsch e Herb pollock, no General Electric's Research Laboratory, em Schenectady -Nova York/US (QMC, 2005).

### **3.4.1 Propriedades Básicas da Radiação Síncrotron**

Algumas propriedades básicas da radiação síncrotron:

1. Forma contínua ao nível de infravermelho a raios X;
2. Alta intensidade;
3. Alto nível de colimação;
4. Polarização linear no plano da órbita;
5. Polarização elíptica ou circular acima e abaixo do plano da órbita para radiação magnética da curva;
6. Tamanho da fonte é pequena determinada por feixe de elétrons;
7. Estrutura de tempo bem definida;
8. Características quantitativas conhecidas;
9. Alta estabilidade de intensidade e posição de fonte.

### **3.4.2 Aspectos Gerais de Engenharia da Luz Síncrotron**

Os principais elementos de uma fonte de luz síncrotron são:

- Câmara a vácuo: câmara onde os elétrons relativísticos movem-se numa órbita fechada durante muitas horas. A câmara de vácuo necessita de um vácuo muito alto (valor do vácuo), devido a um dos fatores limitantes do “tempo de vida” do feixe armazenado que é a perda sofrida pelo feixe devido às colisões com átomos ou moléculas de gás residual no interior da câmara;
- Imãs dipolares: geram um campo vertical constante para manter os

elétrons numa trajetória fechada.

- Imãs quadrupolares que geram campos lineares: os elétrons em suas trajetórias circulares sofrem pequenos movimentos de amplitude lateral chamados de “oscilações betatrons”. Os imãs quadrupolares são necessários para focar estes elétrons. De acordo com o nome, estes imãs têm quatro pólos a noventa graus em volta do eixo de movimento.
- Suprimento de precisão de energia para imãs, controlados remotamente: o campo nos imãs é proporcional as correntes, barrando os efeitos de histerese. Para alcançar uma órbita circular, a corrente nas curvas dos imãs dipolares devem ser mantidas constantes. Além disso, se as partículas carregadas são aceleradas depois que elas são ejetadas na maquina, todo o campo deve ser “ramped up” em sincronismo, portanto todos os suprimentos de energias são controlados por computador.
- Cavidade de radiofrequência ressonante: cavidade onde os elétrons são acelerados por campos eletromagnéticos resistentes. A energia perdida é substituída pela aceleração das partículas pelos fortes campos RF dentro da cavidade de ressonância. Estes campos são ondas estacionárias; portanto, para qualquer aceleração ser experimentada, os elétrons devem ser agrupados firmemente e eles devem chegar e partir da cavidade RF em fase própria com os campos de ressonância RF. De fato, isto é alcançado quase automaticamente, porque os elétrons mais rápidos serão encontrados com campos da fase imprópria e serão retardados, enquanto os mais lentos serão ainda mais retardados até se fundirem com o próprio feixe. Portanto o processo é auto regulável.
- Monitores de feixe: permitem uma estimativa das coordenadas X Y dos elétrons movendo-se ao longo do eixo Z. Quatro eletrodos colocados simetricamente sobre a órbita carregam sinais induzidos com os feixes de elétrons movendo-se nas suas órbitas. Estes sinais são mais fortes se o feixe passar perto do eletrodo e podem ser usados no “loop” de realimentação para direcionar imãs dipolares pequenos com campos nas

direções X e Y e trazerem de volta o feixe desviado para a órbita oficial. A estabilidade da órbita é uma vantagem da luz síncrotron.

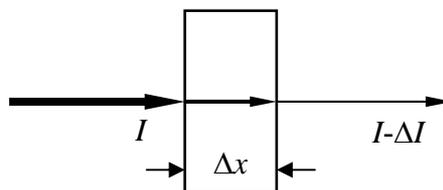
- O sistema de injeção: é utilizado para preencher a máquina de elétrons já se movendo numa direção apropriada com energia bastante elevada. No LNLS o sistema de injeção é usualmente um acelerador linear seguido por um anel síncrotron auxiliar. O acelerador linear deve suportar 80 keV de elétrons gerados num canhão termo-iônico e impulsionar a energia deles de 80 keV a 120 MeV, usando de novo cavidades de ressonância RF onde os elétrons não somente são acelerados, mas adquirem suas estruturas agrupadas. O síncrotron auxiliar pequeno depois recebe estes 120 MeV de elétrons e aumenta a energia deles para 500 MeV. Os feixes de elétrons de 500 MeV são injetados no síncrotron principal, onde eles são mais acelerados a 1,37 GeV.
- A linha de luz: é a instrumentação que é acoplada ao anel de armazenamento de elétrons. Em cada linha de luz chegam feixes de fótons (luz síncrotron), gerados pelos elétrons que circundam o anel de armazenamento. É o monocromador que define a característica de luz em cada linha.
- A estação experimental: é instalada numa linha de luz e é formada por equipamentos e instrumentação que permitem pesquisas utilizando a luz síncrotron. Uma estação experimental inclui o sistema porta amostra (no qual é colocado a amostra do material que se quer analisar), aparelho goniométrico (que permite posicionar a amostra para receber adequadamente a incidência da luz síncrotron) e detectores de feixe de fótons espalhados ou transmitidos (que registram os acontecimentos físicos que ocorrem nos átomos e moléculas do material em estudo).
- Tempo de vida: O tempo de vida do feixe de elétrons no anel é limitado alcançando um decaimento exponencial em intensidades dentro de horas. Isto depende muito do anel de armazenamento. O tempo de vida é definido como o tempo até a corrente do anel decrescer de 1/e de seu

valor inicial. O fator dominante influenciando o tempo de vida é o espalhamento dos elétrons nos gases residuais do anel de armazenamento. Para reduzir esse efeito são usados alguns pósitrons nos anéis de armazenamento. Suas possibilidades para reagir com gases residuais são muito menores principalmente devido ao maior tempo de vida. Isto foi realizado no acelerador DORIS III – Hamburgo/Alemanha.

### 3.5 Tomografia por Transmissão de Raios X (CT)

Uma fonte de radiação X monocromática produz um feixe com intensidade  $I$  e este feixe incide sobre uma lâmina de material heterogêneo de espessura  $\Delta x$ , figura 3.8. Vamos assumir que no lado oposto da lâmina, o feixe esteja emergindo com intensidade  $I-\Delta I$ . Esta variação  $\Delta I$  é devido a interação da radiação com a lâmina (principalmente efeito fotoelétrico e Compton). Assumindo que todos os fótons possuam a mesma energia e que as probabilidades (seções de choque) para os efeitos fotoelétrico e Compton sejam respectivamente  $\tau(x)$  e  $\sigma(x)$  no ponto  $x$ , pode-se expressar matematicamente a variação da intensidade do feixe por unidade de comprimento como:

$$-\frac{\Delta I}{I} \cdot \frac{1}{\Delta x} = \tau(x) + \sigma(x) \quad (3.12)$$



**Figura 3.8** - Atenuação dos fótons de raios X quando atravessa um corpo.

Com o propósito de simplificar a determinação destas probabilidades, assumi-se a determinação de um único parâmetro que represente a combinação dos dois efeitos e que indicará a atenuação média por comprimento devido aos mesmos efeitos e que

receberá o nome de coeficiente de atenuação  $\mu(x)$ . Assim sendo, a equação anterior torna-se

$$-\frac{\Delta I}{I} \cdot \frac{1}{\Delta x} = \mu(x) \quad (3.13)$$

No limite, a variação infinitesimal de intensidade do feixe por comprimento será

$$\frac{1}{I} dI = -\mu(x) dx \quad (3.14)$$

Considerando que a lâmina apresentada inicialmente possua uma espessura total  $x$  e que o feixe (inicialmente com intensidade  $I_0$ ) emerge com intensidade  $I$ , pode-se integrar ambos os lados:

$$\int_{I_0}^I \frac{1}{I} dI = -\int_0^x \mu(x) dx \quad (3.15)$$

que resulta em

$$\ln \frac{I}{I_0} = -\int_0^x \mu(x) dx \quad (3.16)$$

ou ainda

$$I = I_0 \exp\left(-\int_0^x \mu(x) dx\right) \quad (3.17)$$

Na prática, tem-se os raios sendo emitidos da fonte e sendo detectados no instrumento de medida. Assim, o comprimento total  $[0, x]$  não é conhecido *a priori*, mas a expressão acima continua válida substituindo-se a integral definida por uma integral de linha como se segue:

$$I = I_0 \exp\left(- \oint_{\text{raio}} \mu(x) ds\right). \quad (3.18)$$

O termo entre parênteses, coeficiente da exponencial, é chamado de integral do raio, ou simplesmente raio-soma, por corresponder à soma de todos os coeficientes de atenuação ao longo de todo o trajeto da radiação, desde a fonte até o detector. Assim, o raio-soma pode ser determinado matematicamente por

$$\oint_{\text{raio}} \mu(x) ds = \ln \frac{I_0}{I} \quad (3.19)$$

O valor do raio-soma pode ser determinado experimentalmente tomando-se a intensidade da radiação na fonte e a medida no detector, após o corpo de prova.

Na pratica, se está interessado em determinar os coeficientes do corpo de prova em sua natureza bidimensional. Desta forma, o parâmetro  $\mu$  será função não mais de  $x$ , mas de  $x, y$ .

$$\oint_{\text{raio}} \mu(x, y) ds = \ln \frac{I_0}{I} \quad (3.20)$$

Assume-se, inicialmente, um caso bidimensional. Seja  $f(x,y)$  uma função bidimensional, onde as linhas que a cortam (em qualquer direção) são chamadas de raios, e a integral de linha ao longo destes raios são as integrais de raio ou raios-soma. Um conjunto de raios-soma, paralelos ou divergentes, forma uma projeção  $P(t)$ . No caso de raios paralelos, um raio soma contido em uma projeção pode ser descrito matematicamente por:

$$P_\theta(t) = \int_{AB} f(x, y) ds \quad (3.21)$$

onde  $AB$  define a linha ao longo do qual a integral será calculada,  $t$  é a posição do raio-soma dentro da projeção,  $ds$  é o passo infinitesimal ao longo do raio e  $\theta$  é a inclinação

da linha  $AB$  em relação ao sistema de coordenadas  $XY$ , a partir do eixo  $y$  (figura 3.9). Este raio  $AB$  é expresso algebricamente pela equação

$$t = x \cos \theta + y \sin \theta \quad (3.22)$$

Em outras palavras, para um dado ângulo  $\theta$ , somente as coordenadas  $x$  e  $y$  que satisfizerem a equação 3.22 é que estarão sobre a linha  $AB$ , e mais, somente os pontos  $f(x,y)$  com tais coordenadas irão contribuir com a integral de linha  $P_\theta(t)$ . Todo o restante da função  $f(x,y)$  fora da linha  $AB$  não entrará no cálculo da integral para a posição  $t$  na projeção. Um artifício útil na matemática para “materializar” esta situação é o uso da “função” delta de Krönecker  $\delta(u)$ . Esta pseudofunção possui valor definido 1 quando seu argumento é 0, e é 0 no restante de seu domínio.

$$\delta(u) = \begin{cases} 1, & u = 0 \\ 0, & u \neq 0 \end{cases} \quad (3.23)$$

Assim, deseja-se separar os pontos de  $f(x,y)$  que estão sobre a linha  $AB$  – sabendo que somente as coordenadas  $x$  e  $y$  que satisfazem a equação  $x \cos \theta + y \sin \theta - t = 0$  são válidas, pode-se substituir a integral de linha pela integral dupla como segue

$$P_\theta(t) = \int_{AB} f(x, y) ds = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \delta(x \cos \theta + y \sin \theta - t) dx dy \quad (3.24)$$

pois se  $x$  e  $y$  estão sobre  $AB \Rightarrow x \cos \theta + y \sin \theta - t = 0 \Rightarrow \delta(x \cos \theta + y \sin \theta - t) = \delta(0) = 1$  que implica em

$$\int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \delta(x \cos \theta + y \sin \theta - t) dx dy = \iint f(x, y) dx dy \quad (3.25)$$

A função  $P_\theta(t)$  como função somente de  $t$  (para um dado valor fixo de  $\theta$ ) define a projeção paralela de  $f(x,y)$  para um ângulo  $\theta$ . A função bidimensional  $P_\theta(t)$  (com  $t$  e  $\theta$  variando) é o coeficiente da transformada de Radon de  $f(x,y)$ . Uma projeção tomada ao longo de um conjunto de raios paralelos é chamada de projeção paralela. Raios-soma divergentes também podem ser tomados para formar uma projeção. Tais projeções são

chamadas de projeções de feixe em leque, uma vez que os raios-soma são divergentes, e neste caso, cada raio-soma, contido na projeção em leque, corresponderá a um ângulo  $\theta$  diferente, isto é, cada raio-soma terá uma inclinação em relação ao eixo  $y$ .

Retornando ao exemplo pratico, tinha-se que cada raio-soma era resultado da integral dos coeficientes de atenuação ao longo de um raio.

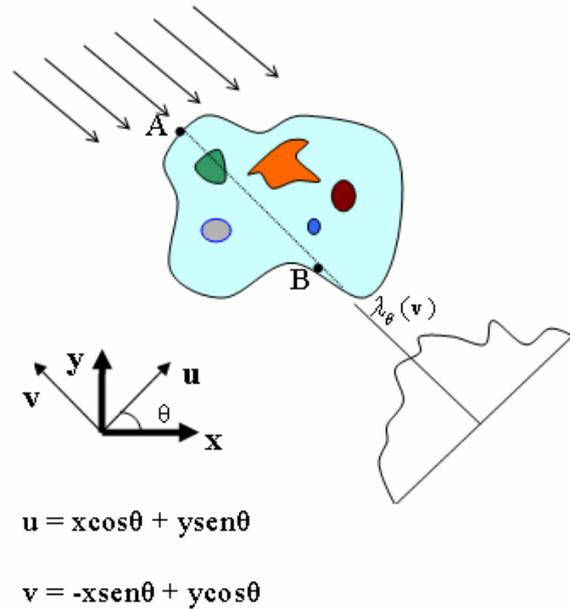
$$\oint_{\text{raio}} \mu(x, y) ds = \ln \frac{I_0}{I} \quad (3.26)$$

Torna-se bastante familiar que se  $\mu(x, y)$  é uma função bidimensional tal como  $f(x, y)$  no modelo matemático, então a integral da linha acima corresponde a um raio soma  $P_\theta(t)$ . Caso o corpo de prova seja transladado ao longo de uma trajetória perpendicular ao feixe de radiação e, a intervalos regulares deste deslocamento, levantasse os valores de  $I(t)$ , então se pode calcular os raios-soma correspondentes a cada intervalo e formar uma projeção paralela. Desta forma como a equação (3.25) podem-se obter as projeções:

$$\lambda_\theta(v) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} dx dy \delta(x \cos \theta + y \sin \theta - u) \mu_B(x, y), \quad (3.27)$$

O lado direito da equação (2) é chamado de Transformada de Radon da distribuição  $\mu_B(x, y)$  e expressa a relação linear entre a função do objeto  $\mu_B(x, y)$  e os dados experimentais da projeção  $\lambda_\theta(v)$ . O problema da reconstrução é precisamente inverter a Transformada de Radon (equação 3.27) para encontrar  $\mu_B(x, y)$  a partir de um conjunto de projeções  $\lambda_\theta(v)$ .

A relação entre as coordenadas  $(x, y)$  e as coordenadas  $(u, v)$  para um determinado ângulo  $\theta$  pode ser observada na figura 3.9 onde é mostrado um esquema da tomografia por transmissão de raios X.



**Figura 3.9-** Esquema da Tomografia por Transmissão de Raios X.

No apêndice, será abordado o problema da determinação dos coeficientes de atenuação ao longo do corpo de prova sob uma perspectiva puramente matemática.

### 3.6 Tomografia por Fluorescência de Raios X (CTXRF)

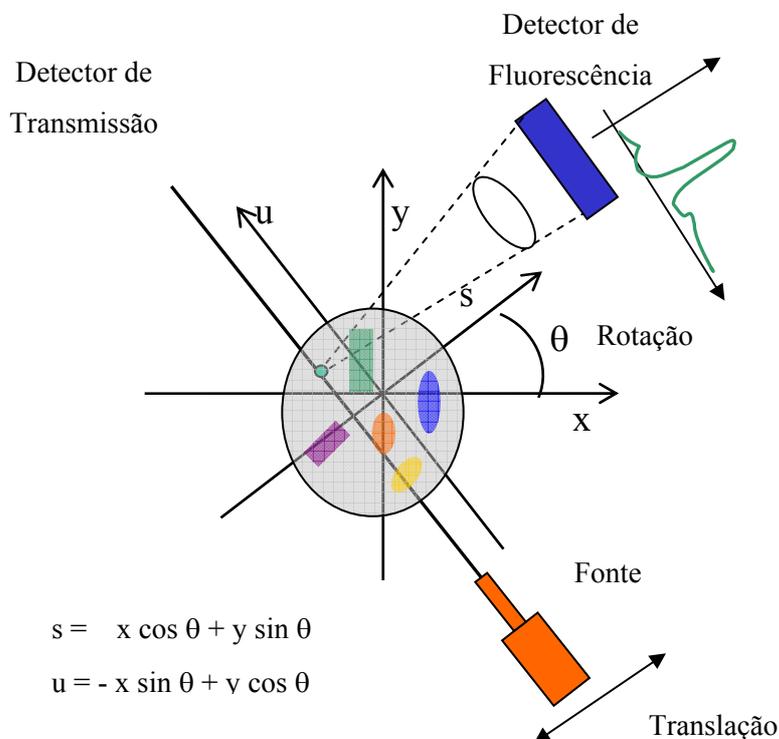
Se um elemento é excitado por alto fluxo de raios X com energia apropriada, isto é, energia maior ou igual a energia de ligação do elétron no átomo, pode ocorrer uma emissão de raios X característicos. A natureza discreta dessa emissão é única para cada elemento. Se a intensidade desses raios X é medida, a concentração do elemento dentro da amostra pode ser determinada (**HOGAN, 1991**). Quando essa emissão característica é usada junto com as técnicas tomográficas, então a distribuição do elemento dentro da amostra é obtida.

As projeções de fluorescência são obtidas colocando-se o detector a noventa graus da direção do feixe incidente, como é mostrado na figura 3.10. Essa localização do detector de fluorescência permite que a radiação de fluorescência emitida pelos

elementos presentes dentro da amostra seja medida. O detector de transmissão mostrado a  $0^\circ$  da direção do feixe, permite que os raios X transmitidos sejam medidos. Então, a densidade de absorção total pode ser encontrada usando as técnicas tomográficas convencionais.

A amostra é basicamente dividida em uma série de *pixels* cuja dimensão do comprimento e da largura são iguais ao tamanho do feixe incidente. A fluorescência de raios X, de fato, é gerada por um elemento de volume ou “voxel”, porém assume-se que o volume total é reduzido a uma dimensão e é contido em uma fatia bidimensional da amostra.

Um único valor em uma projeção é obtido medindo-se a radiação de fluorescência de raios X emitida por todos os *pixels* ao longo do feixe. O objeto é então transladado, e outro valor é medido na projeção. Esses passos são repetidos até o objeto todo ser transladado perpendicular ao feixe, completando toda a projeção. O objeto é rotacionado, e outra projeção é medida. As projeções são medidas até o objeto completar  $180^\circ$  de rotação. A figura 3.10 mostra a geometria desse processo.



**Figura 3.10** - Geometria para obter as projeções de fluorescência e transmissão.

Normalmente, a fonte de raios X e o detector estão fixos, enquanto a amostra possui movimentos de rotação e translação. Entretanto, o problema da reconstrução é mais facilmente descrito em termos de uma amostra estacionária e um sistema móvel de fonte e detector. Na figura 3.10, os dois eixos (x,y) são fixos com relação a amostra. O eixo s e o eixo u são paralelos a direção de translação e ao feixe, respectivamente, e eles se relacionam com os eixos (x,y) por uma simples rotação.

$$s = x \cos \theta + y \sin \theta \quad u = -x \sin \theta + y \cos \theta \quad (3.28)$$

A entrada do conjunto de dados é representada pela taxa de contagens medida para um conjunto completo de passos de translação e rotação. Para cada valor de ângulo  $\theta$  e da translação s observados, os pontos da amostra que contribuem para a radiação de fluorescência de raios X são aqueles interceptados pelo feixe de raios X.

A contribuição do sinal detectado de um pequeno elemento du, ao longo do feixe, é função de:

$$dI(\theta, s) = I_0 f(\theta, s, u) p(s, u) g(\theta, s, u) du \quad (3.29)$$

onde  $I_0$  é a intensidade do feixe incidente;  $f(\theta, s, u)$  é a probabilidade de sobrevivência desde a fonte até o ponto u. Essa probabilidade está relacionada com o coeficiente de absorção  $\mu_B$  da amostra para a energia do feixe incidente como:

$$f(\theta, s, u) = \exp\left(-\int_{-\infty}^{+\infty} \mu_B(s, u') du'\right) \quad (3.30)$$

$p(s, u) du$  é a probabilidade que o fóton de fluorescência de raios X seja produzido a partir de um fóton incidente ao longo do caminho du.

$$p(s, u) du = \sigma_{ph} N_{elem} J_r w_0 du \quad (3.31)$$

onde,  $\sigma_{ph}$  é a seção de choque fotoelétrica para um determinado elemento escolhido para a energia incidente;  $N_{elem}$  é a concentração do elemento no ponto  $(s, u)$ ;  $J_r$  é o fator *branching*, isto é, a probabilidade que o átomo ejetar um elétron da camada de interesse em vez de um elétron de outro nível; e  $w_0$  é a fluorescência de raios X (fluorescence yield), isto é, a probabilidade que a vacância produzida por efeito fotoelétrico seja preenchida através da emissão de um fóton de fluorescência.

$g(\theta, s, u)$  é a probabilidade de um fóton de fluorescência de raios X emitido do ponto  $u$  alcançar o detector.

$$g(\theta, s, u) = \frac{1}{4\pi} \int_{\Omega_D} d\Omega \exp\left(-\int_{(s,u)}^{\det} \mu_F(l) dl\right) \quad (3.32)$$

onde  $\mu_F$  é o coeficiente de absorção da amostra para a energia de fluorescência de raios X e  $\Omega_D$  é o ângulo sólido do ponto de fluorescência de raios X até a superfície do detector.

A radiação que alcança o detector pode ser obtida pela integração ao longo do caminho  $du$ .

$$I(\theta, s) = I_0 \int_{-\infty}^{+\infty} f(\theta, s, u) p(s, u) g(\theta, s, u) du \quad (3.33)$$

Se a atenuação é pequena ( $\mu_B \approx \mu_F \approx 0$ ) e o ângulo sólido coberto pela superfície do detector varia ligeiramente de um ponto a outro da amostra, as funções  $f$  e  $g$  tornam-se:

$$f(\theta, s, u) \cong 1 \quad g(\theta, s, u) \cong g \quad (3.34)$$

$$I(\theta, s) = g \int_{-\infty}^{+\infty} p(s, u) du \quad (3.35)$$

A taxa de contagem é proporcional a Transformada de Radon da concentração do elemento químico  $N_{\text{elem}}$ , e o algoritmo de reconstrução usual da tomografia por transmissão pode ser usado. Por outro lado, quando a atenuação é relevante, os fatores de atenuação  $f$  e  $g$  precisam ser avaliados. Uma aproximação comum é determinar a distribuição dos coeficientes de absorção para a energia do feixe incidente ( $\mu_B$ ) e para a energia de fluorescência ( $\mu_F$ ) usando duas tomografias por transmissão convencionais, e calcular  $f$  e  $g$  através das equações 3.30 e 3.32. Com isso, a taxa de contagem não será mais proporcional a Transformada de Radon de  $N_{\text{elem}}$ , e os algoritmos de reconstrução devem considerar as correções para auto-absorção.

Um método para o algoritmo de fluorescência de raios X está descrito a seguir. Esse algoritmo não pode ser implementado neste trabalho devido a problemas de geometria, para a utilização desse algoritmo é necessário que se utilize um feixe incidente monocromático para obtermos os coeficientes de absorção para a energia de fluorescência de raios X e para a energia do feixe incidente ou que se utilize um detector que discrimine a energia também para a transmissão no caso de utilização de feixe branco.

Aproximando a integral ao longo de  $du$  por uma soma discreta, a equação 3.33 pode ser expressa como:

$$I(\theta, s) = \sum_{u=-\infty}^{+\infty} I_0 f(\theta, s, u) p(s, u) g(\theta, s, u) du \quad (3.36)$$

Seguindo a idéia de **HOGAN (1991)**, pode-se considerar a contagem total como sendo a soma das contagens de todas as direções do feixe passando pelo ponto  $(s_0, u_0)$

$$I_{\text{total}}(s_0, u_0) = I(\theta_1, s_1) + I(\theta_2, s_2) + \dots + I(\theta_n, s_n) \quad (3.37)$$

Que pode ser expandida em termos de  $p$  e dos fatores de absorção  $f$  e  $g$  como

$$\begin{aligned}
I_{total}(s_0, u_0) &= \sum_{u_1} I_0 f(\theta_1, s_1, u_1) p(s_1, u_1) g(\theta_1, s_1, u_1) \\
&+ \sum_{u_2} I_0 f(\theta_2, s_2, u_2) p(s_2, u_2) g(\theta_2, s_2, u_2) \\
&+ \dots + \sum_{u_n} I_0 f(\theta_n, s_n, u_n) p(s_n, u_n) g(\theta_n, s_n, u_n).
\end{aligned} \tag{3.38}$$

Separando, nessa soma, a contribuição devido ao ponto  $(s_0, u_0)$ :

$$\begin{aligned}
I_{total}(s_0, u_0) &= I_0 f_0(\theta_1, s_1, u_1) p(s_0, u_0) g_0(\theta_1, s_1, u_1) \\
&+ I_0 f_0(\theta_2, s_2, u_2) p(s_2, u_2) g_0(\theta_2, s_2, u_2) \\
&+ \dots + I_0 f_0(\theta_n, s_n, u_n) p(s_n, u_n) g_0(\theta_n, s_n, u_n) \\
&+ \sum_{u_1 \neq u_0} I_0 f(\theta_1, s_1, u_1) p(s_1, u_1) g(\theta_1, s_1, u_1) \\
&+ \sum_{u_2 \neq u_0} I_0 f(\theta_2, s_2, u_2) p(s_2, u_2) g(\theta_2, s_2, u_2) \\
&+ \dots + \sum_{u_n \neq u_0} I_0 f(\theta_n, s_n, u_n) p(s_n, u_n) g(\theta_n, s_n, u_n).
\end{aligned} \tag{3.39}$$

Onde os índices zero nas funções  $f$  e  $g$  significam os fatores de absorção apropriados para o ponto  $(s_0, u_0)$ . Resolvendo para  $p(s_0, u_0)$ :

$$p(s_0, u_0) = \frac{I_{total}(s_0, u_0)}{I_0 \sum_{i=1}^n f_0(\theta_i, s_i, u_i) g_0(\theta_i, s_i, u_i)} + \sum (\text{outros termos}). \tag{3.40}$$

De acordo com **HOGAN (1991)**, os “outros termos” são ruídos que podem ser considerados como um artefato da retroprojeção. O ruído pode ser então removido pela convolução das projeções com um filtro adequado para retroprojeção, como por exemplo, Shepp-Logan. Com isso,  $p(s_0, u_0)$  pode ser aproximado como

$$p(s_0, u_0) = \frac{\tilde{I}_{total}(s_0, u_0)}{I_0 \sum_{i=1}^n f_0(\theta_i, s_i, u_i) g_0(\theta_i, s_i, u_i)}, \quad (3.41)$$

Onde o símbolo  $\sim$  sobre o  $I_{total}$  representa a operação de retroprojeção filtrada. Os termos de absorção  $f_0(\theta_i, s_i, u_i)$  e  $g_0(\theta_i, s_i, u_i)$  podem ser encontrados, obtendo-se a distribuição dos coeficientes de absorção para a energia inicial do feixe e para a energia de fluorescência pela tomografia por transmissão de raios X.

### 3.7 Comparação entre a CT e a CTXRF

A técnica de tomografia por fluorescência de raios X possui algumas complicações em comparação com a tomografia por transmissão de raios X:

- A taxa de contagem é muitas ordens de magnitude menor;
- Os cálculos da reconstrução são mais complicados.

O primeiro problema é usualmente contornado usando fontes intensas de raios X como a radiação síncrotron. Mas torna a tomografia por transmissão mais rápida em comparação com a tomografia por fluorescência. Já o segundo problema exige que se utilize uma geometria adequada para que se possa utilizar os programas existentes ou até mesmo que seja possível implementar um programa com correção de absorção.

A tomografia por fluorescência de raios X possui melhor resolução por contraste comparada a tomografia por transmissão de raios X porque o efeito fotoelétrico está envolvido ao invés do efeito Compton, como em geral em tomografia por transmissão. (CESAREO ET AL, 1989)

A tomografia por fluorescência de raios X tem razão sinal/ruído maior para elementos traços. (NAGHEGOLFEIZI ET AL, 2003).

A tomografia por transmissão é a técnica de imagem por raios X mais utilizada. Porém essa técnica possui limitações que estão relacionadas com grandes amostras que não são atravessadas por raios X ou raios gama, ou amostras que não são acessíveis de ambos os lados ou não podem ser movidas até o sistema fonte-detector. Além disso, essa técnica perde em contraste se o material sob inspeção possui apenas materiais de número atômico similar. **(CESAREO ET AL, 2003)**

A tomografia por fluorescência de raios X pode ser usada para pequenas amostras, de acordo com a energia da radiação incidente, amostras grandes aumentam a auto-absorção. Essa técnica não perde em contraste se o material sob inspeção possui apenas materiais de número atômico similar, porque a reconstrução das amostras é feita de acordo com a energia da fluorescência de raios X de interesse.

## 4 Materiais e Métodos

### 4.1 Laboratório Nacional de Luz Síncrotron

Luz síncrotron é uma intensa radiação eletromagnética produzida por elétrons de alta energia num acelerador de partículas. A luz síncrotron abrange uma ampla faixa do espectro eletromagnético: raios X, luz ultravioleta e infravermelha, além da luz visível, que sensibiliza o olho humano, são emitidas pela fonte. (LNLS, 2005)

As excelentes características da fonte de radiação síncrotron: alta intensidade, colimação natural, feixes de fótons monocromáticos com uma largura de banda de energia muito estreita, possibilidade de feixes bastante colimados (20micrometros) entre outras, fazem as fontes de radiação síncrotron apropriadas para aplicações tomográficas, principalmente a microtomografia por fluorescência de raios X.

O Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) esta situado em Campinas, cidade do estado de São Paulo (Brasil) e funciona desde julho de 1997 como única fonte de luz síncrotron existente em todo o hemisfério sul. O acelerador possui 12 dipolos e um *wiggler* multipolar híbrido. Em torno da fonte de luz síncrotron, funcionam atualmente doze linhas de luz com suas respectivas estações experimentais, de um total previsto de 24. Em três dessas linhas chegam feixes de radiação ultravioleta e em nove chegam feixes de raios X. Atualmente, as condições que trabalha à fonte síncrotron do LNLS são: 1,37 GeV, 250 mA de corrente máxima e 15 h de tempo vida. A linha de Fluorescência de Raios X, onde esse trabalho foi realizado, é o dipolo D09B do anel de armazenamento. As características desta linha estão apresentadas na tabela 4.1.

**Tabela 4.1 – Características da Linha XRF (LNLS, 2005).**

<b>D09B – XRF (4-23 keV)</b>	<b>CARACTERÍSTICAS</b>
<b>Aplicações</b>	Destinada à análise da composição química multi-elementar ( $Z > 14$ ), a níveis de traços e ultra-traços, em materiais provenientes das áreas do meio ambiente, ciências dos materiais, biológicas e geológicas, perfil de profundidade química de filmes finos e mapeamento químico a 20 $\mu\text{m}$ de resolução espacial.
<b>Fonte</b>	Imã defletor D09B ( $15^\circ$ ), $\sigma_y = 0,222$ mm, fluxo na amostra $4 \times 10^9$ fótons/s a 8 keV.
<b>Monocromador</b>	Monocromador <i>channel-cut</i> .
<b>Cristais</b>	Si (111) ( $2d = 6.217$ Å): 4-14 keV ( $E/\Delta E = 2800$ ); Si (220) ( $2d = 3,84$ Å): 5-23 keV ( $E/\Delta E = 15000$ ).
<b>Detectores</b>	Detector de estado sólido Ge hiperpuro (resolução de 150 eV) e Si(Li) (resolução de 165 eV); fotodiodos e câmaras de ionização.
<b>Óptica</b>	Óptica capilar com 20 $\mu\text{m}$ de resolução espacial.
<b>Manuseio de amostras</b>	Câmara de vácuo (10-2 mbar) com geometria de excitação convencional ( $45^\circ - 45^\circ$ ). Estações para experiências a incidência rasante e mapeamento 2D, ambas com controle total de posicionamento de amostras.

Uma vista geral do anel de armazenamento de elétrons do LNLS e da linha XRF é mostrada na figura 4.1.



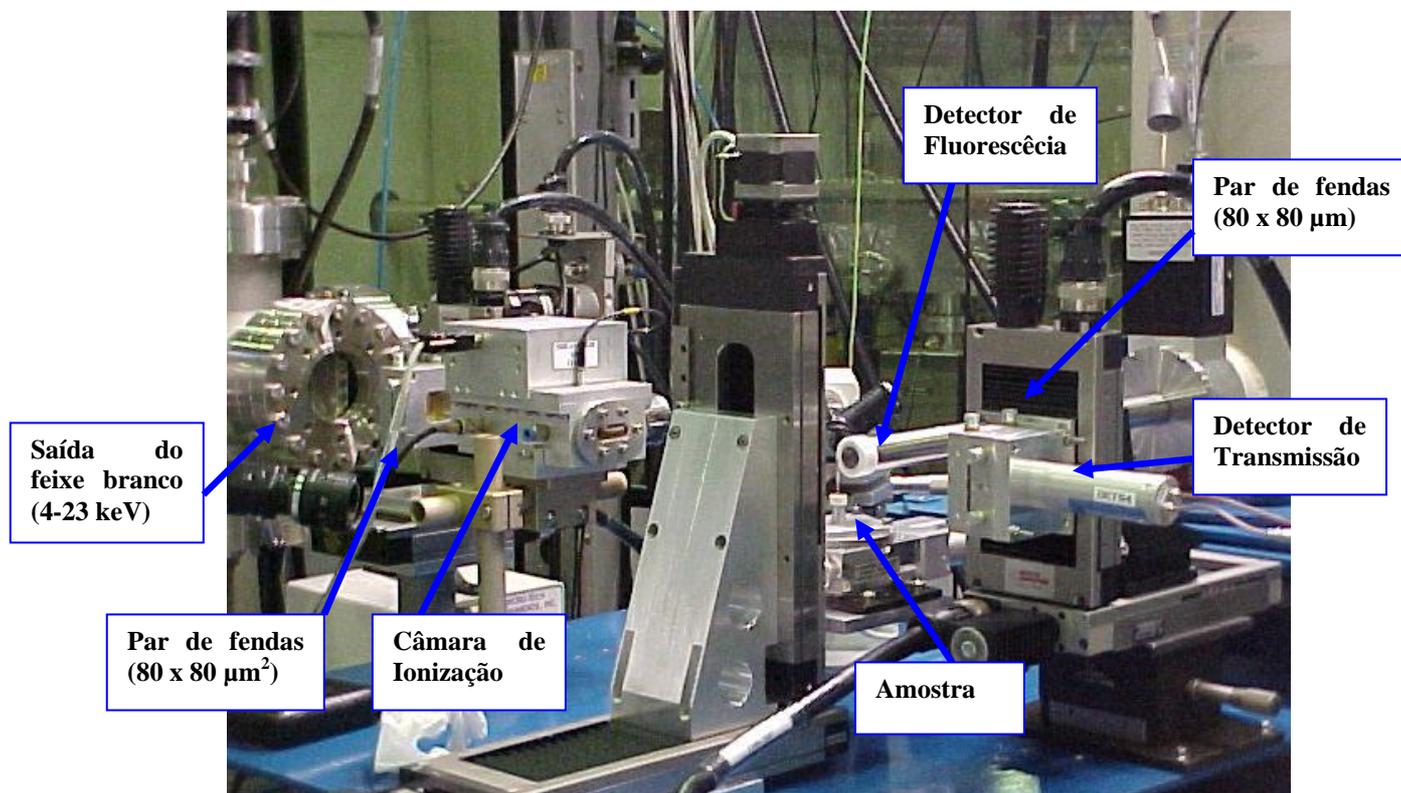
**Figura 4.1** - Vista geral do anel de armazenamento de elétrons do LNLS e da linha XRF.

## 4.2 Metodologia

O sistema de CTXRF foi implementado na linha de Fluorescência de Raios X (XRF) do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron. O esquema experimental da microtomografia por fluorescência de raios X está mostrado na figura 4.2. Para a excitação dos elementos foi utilizado um feixe branco com energia máxima de 23 keV colimado com um par de fendas com dimensões de  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$  (primeiro experimento) ou  $80 \times 80 \mu\text{m}^2$  (dois últimos experimentos). A intensidade do feixe incidente foi monitorada por uma câmara de ionização colocada antes da amostra.

A amostra foi colocada em um goniômetro. Esse goniômetro é posicionado sobre um motor de translação para que a amostra seja rotacionada e transladada na direção do feixe incidente. Um detector HPGe (CANBERRA Industries inc.), com resolução de 150 eV em 5,9 keV, com janela de berílio de  $8,0 \mu\text{m}$  de espessura, e uma área ativa de  $30 \text{mm}^2$ , foi posicionado a noventa graus do feixe incidente para coletar os fótons de fluorescência, enquanto os fótons transmitidos foram coletados por um detector cintilador rápido (NaI(Tl)- CYBERSTAR-Oxford anfyisk) posicionado atrás da

amostra na direção do feixe incidente. O colimador do detector HPGe é de chumbo e possui uma abertura circular com diâmetro de 2 mm. Essa geometria de detecção permite realizar medidas eficientes da fluorescência e ao mesmo tempo reduzir o espalhamento elástico e o espalhamento Compton (NAGHEDOLFEIZI ET AL, 2003).



**Figura 4.2** - Arranjo experimental.

Associado ao sistema fonte-detector de fluorescência existe o sistema eletrônico de detecção. O sistema eletrônico é constituído por um pré amplificador acoplado ao detector de fluorescência, um amplificador que recebe os pulsos vindo do pré amplificador. Os pulsos de saída do amplificador são enviados a uma placa MULTICANAL, inserida dentro de um microcomputador do tipo PC. Os pulsos obtidos pela câmara de ionização e pelo detector cintilador também são acoplados a um sistema eletrônico e são enviados ao microcomputador PC.

A fim de estudar o desempenho do sistema foram realizadas medidas de algumas amostras teste feitas de parafina, polietileno, acrílico e papel filtro preenchidas

com soluções padrão de cobre, zinco, gálio e selênio. A parafina, o acrílico e o polietileno foram escolhidos devido ao seu baixo coeficiente de atenuação na faixa de energia de interesse.

Amostras de tecido humano (pulmão e mama), de tecido de rato (veia coronária, pulmão e coração), além de uma amostra de vegetal e uma amostra de minério foram analisadas para verificar a eficiência do sistema na determinação da distribuição elementar nestes tipos de amostras.

As amostras de tecido de mama e de tecido de rato foram armazenadas em formol a 10%, já as amostras de pulmão humano, tanto a amostra de feto, quanto a amostra de pulmão adulto foram liofilizadas.

A qualidade da reconstrução é um compromisso entre o tempo de medição para se obter uma estatística de contagem aceitável para os picos de fluorescência e os passos necessários para transladar e rotacionar as amostras. Neste trabalho, as amostras foram rotacionadas em 180° com passos de 3° e transladadas perpendicularmente a direção do feixe com passos de 200  $\mu\text{m}$  ou 80  $\mu\text{m}$  (tamanho do feixe incidente). O tempo de medida para cada ponto foi avaliado separadamente para cada amostra.

Após os dados da microtomografia por fluorescência de raios X serem obtidos, os espectros foram analisados utilizando o software QXAS (Quantitative X-ray Analysis System) (**BERNASCONI ET AL, 1996**). O QXAS faz a análise dos picos de fluorescência de raios X e gera um arquivo de saída com todas as intensidades de fluorescência de raios X para cada elemento em cada raio soma.

A reconstrução das imagens por transmissão e fluorescência de raios X foi feita utilizando o programa Recpar desenvolvido no Laboratório de Instrumentação Nuclear da COPPE/UFRJ.

## 5 Resultados

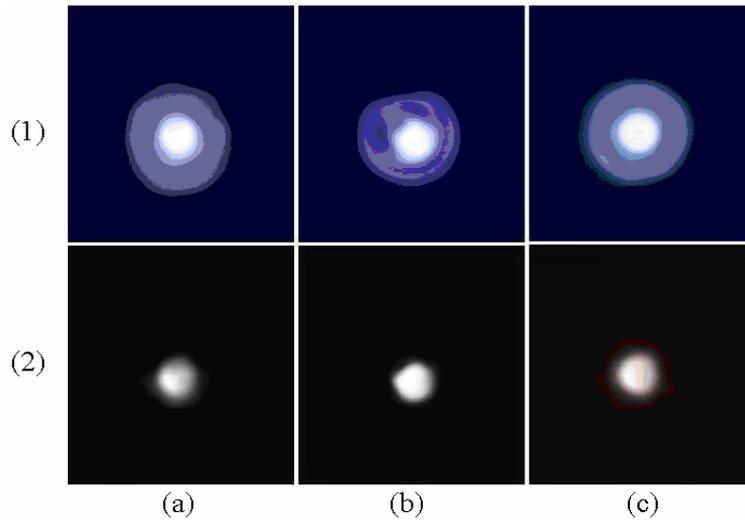
### 5.1 Amostras teste

Todas as tomografias foram reconstruídas usando o algoritmo de retroprojeção filtrada e apesar da auto-absorção nas amostras, foram obtidos bons resultados. Devido a essa auto-absorção as imagens possuem caráter qualitativo.

Os resultados para as primeiras amostras testes constituídas de polietileno estão mostrados na figura 5.1. As amostras são constituídas por um cilindro de polietileno com diâmetro de aproximadamente dois milímetros com um cilindro interno com diâmetro de um milímetro preenchido com diferentes soluções. As imagens da linha (1) são os resultados da reconstrução da transmissão: (a) cobre, (b) zinco, (c) gálio. Já nas imagens da linha (2), os resultados da microtomografia por fluorescência de raios X (CTXRF) para cada elemento são apresentados. Enquanto a microtomografia por transmissão mostra a matriz de polietileno e a solução contida no cilindro interno, a microtomografia por fluorescência de raios X mostra somente aquelas regiões onde o elemento de interesse está localizado.

#### *Dados das tomografias:*

- **Amostra contendo solução padrão de Cu** – 60 projeções, 20 raios soma, tempo de aquisição para cada raio soma:  $t = 20$  segundos, passo da translação: 0,2 mm.
- **Amostra contendo solução padrão de Ga** – 60 projeções, 20 raios soma, tempo de aquisição para cada raio soma:  $t = 17$  segundos, passo da translação: 0,2 mm.
- **Amostra contendo solução padrão de Zn** – 60 projeções, 20 raios soma, tempo de aquisição para cada raio soma:  $t = 10$  segundos, passo da translação: 0,2 mm.



**Figura 5.1** - Imagens tomográficas das amostras de polietileno preenchidas com soluções padrão. (linha (1): transmissão e linha (2): CTXRF).  
(a)Cu: 500µg g-1, (b)Zn: 500 µg g-1, (c) Ga: 102,5 µg g-1.

O resultado para a amostra teste feita de parafina está apresentado na figura 5.2. A amostra é formada por um cilindro com diâmetro de aproximadamente três milímetros com dois cilindros internos de um milímetro de diâmetro preenchido com diferentes soluções. Um dos cilindros internos foi preenchido com uma solução de zinco e o outro com solução de selênio.

**Dados da tomografia:** 60 projeções, 22 raios soma, tempo de aquisição para cada raio soma:  $t = 2$  segundos, passo da translação: 0,2 mm.

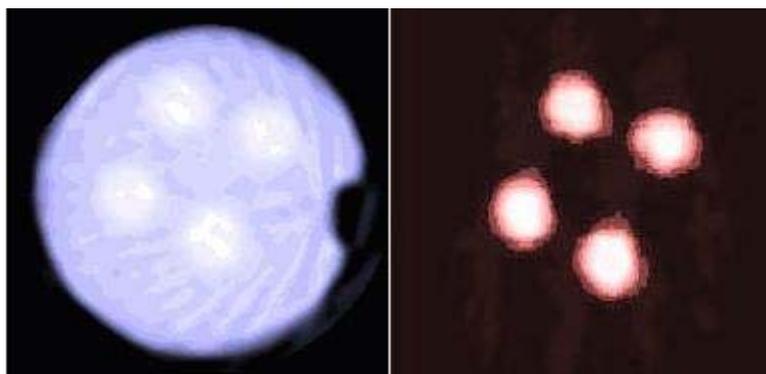


**Figura 5.2** - Imagens tomográficas das amostras de parafina preenchidas com soluções padrão. Esquerda: transmissão, centro: CTXRF - Zn (1000 µg g-1), direita: CTXRF - Se (1000 µg g-1).

A tomografia por transmissão mostra somente a matriz de parafina e o cilindro interno preenchido com zinco. O selênio não é percebido porque para a energia média do feixe incidente seu coeficiente de atenuação é menor do que o coeficiente de atenuação do zinco porque é uma região de salto, sendo este coeficiente de atenuação muito pequeno comparado com o coeficiente de atenuação da matriz. No apêndice B são apresentadas as tabelas com os respectivos coeficientes. As imagens por microtomografia por fluorescência de raios X mostram a propriedade seletiva da técnica, isto é, definindo a região de interesse de energia (ROI), pode-se obter a distribuição de um determinado elemento. Pode-se observar também na tomografia por transmissão que havia uma falha na matriz de parafina.

O resultado para a amostra teste feita de acrílico está apresentado na figura 5.3. A amostra é formada por um cilindro com diâmetro de aproximadamente três milímetros com quatro cilindros internos de um milímetro de diâmetro preenchidos com uma solução de zinco ( $50\mu\text{g g}^{-1}$ ). A tomografia por transmissão mostra a matriz de acrílico e os quatro cilindros internos preenchido com zinco. As imagens por microtomografia por fluorescência de raios X mostram somente as regiões onde o zinco está localizado.

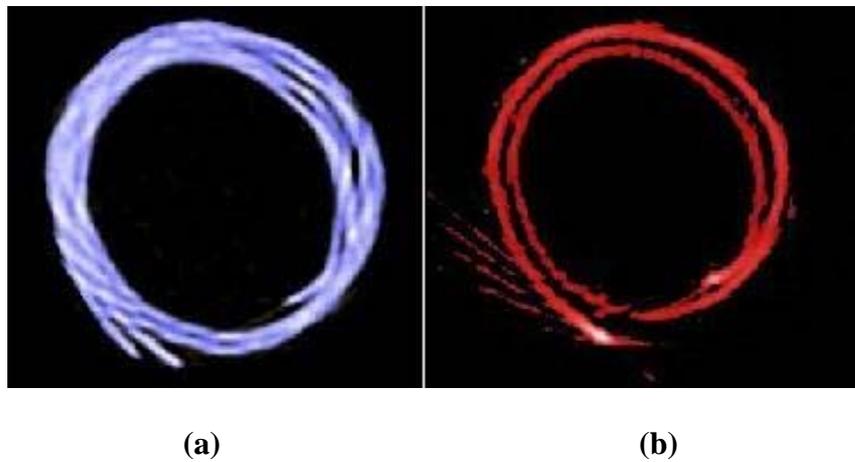
**Dados da tomografia:** 60 projeções, 26 raios soma, tempo de aquisição para cada raio soma:  $t = 10$  segundos, passo da translação: 0,2 mm.



**Figura 5.3** - Imagens tomográficas da amostra teste feita de acrílico preenchida com uma solução padrão de Zn ( $50\mu\text{g g}^{-1}$ ) (esquerda: transmissão de raios X e direita: CTXRF - Zn).

O resultado para uma amostra teste feita de papel filtro é apresentado na figura 5.4. A amostra é formada por dois pedaços de papel filtro, um pedaço foi mergulhado numa solução de zinco, enquanto que o outro se manteve intacto. Os dois pedaços foram enrolados juntos num formato cilíndrico e então, foram feitas as tomografias. Enquanto a tomografia transmissão mostra todas as camadas do filtro de papel, a tomografia por fluorescência mostra somente a região onde o elemento de interesse está localizado, neste caso o zinco.

**Dados da tomografia:** 60 projeções, 70 raios soma, passo da translação: 0,08 mm.

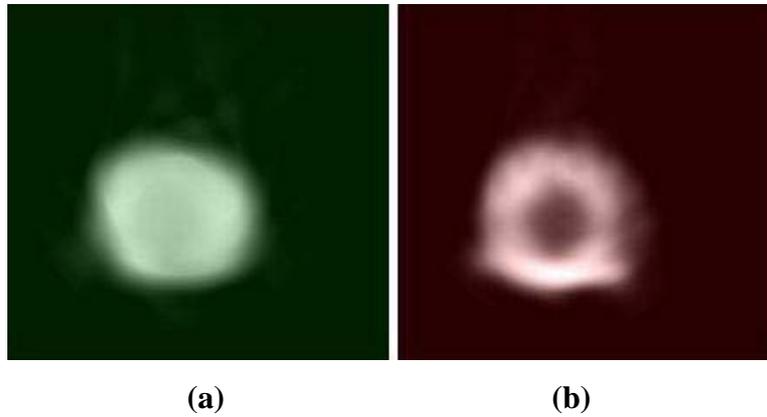


**Figura 5.4:** Imagens tomográficas do filtro de papel. ((a) transmissão de raios X; (b) CTXRF - Zn).

## 5.2 Amostra de semente de feijão

Na figura 5.5 a imagem da microtomografia por fluorescência e transmissão de raios X de uma semente de feijão é apresentada. A semente foi germinada em água deionizada e depois de nove dias a água foi contaminada com uma pequena quantidade de selênio ( $50 \mu\text{g g}^{-1}$ ). A matriz do vegetal é composta com elementos de baixo número atômico com aproximadamente o mesmo coeficiente de atenuação, por isso a tomografia por transmissão não apresenta detalhes internos. Por outro lado, a imagem por fluorescência do selênio mostra que esse elemento ficou presente apenas na região externa da semente.

**Dados da tomografia:** 60 projeções, 18 raio-soma, tempo de aquisição para cada raio soma,  $t = 5$  segundos, passo da translação: 0,2 mm.

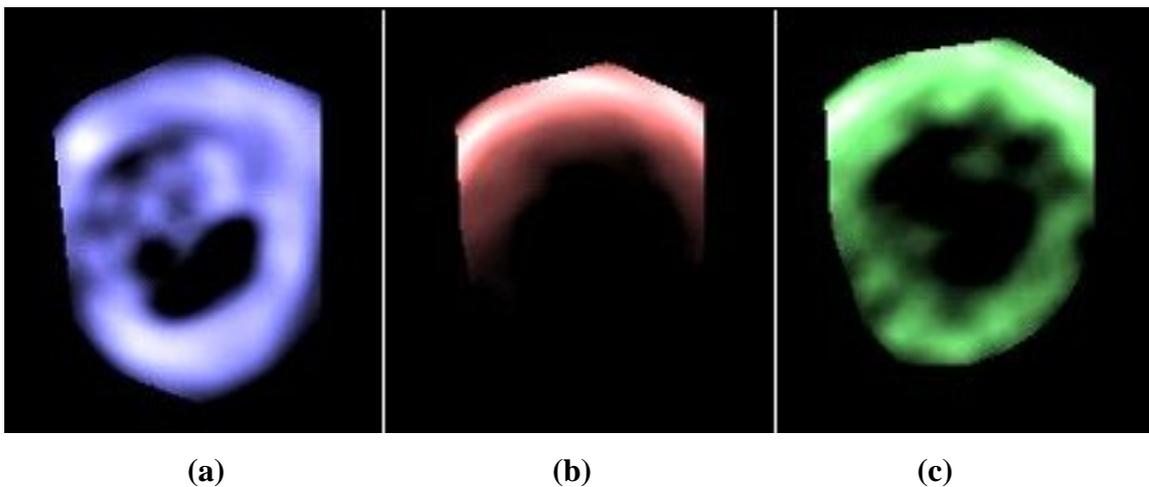


**Figura 5.5** - Imagens tomográficas de uma semente de feijão germinada em água contendo quantidades traços de selênio. ((a) transmissão de raios X; (b) CTXRF – Se)

### 5.3 Amostra de minério

Os resultados das imagens tomográficas para uma amostra de grãos minério com diâmetro de aproximadamente um milímetro são mostrados na figura 5.6.

**Dados da tomografia:** 60 projeções, 30 raio-soma, tempo de aquisição para cada raio soma,  $t = 2$  segundos, passo da translação: 0,08 mm.



**Figura 5.6** - Imagens tomográficas da amostra de minério. ((a) transmissão de raios X; (b) CTXRF – As; (c) CTXRF – Sr)

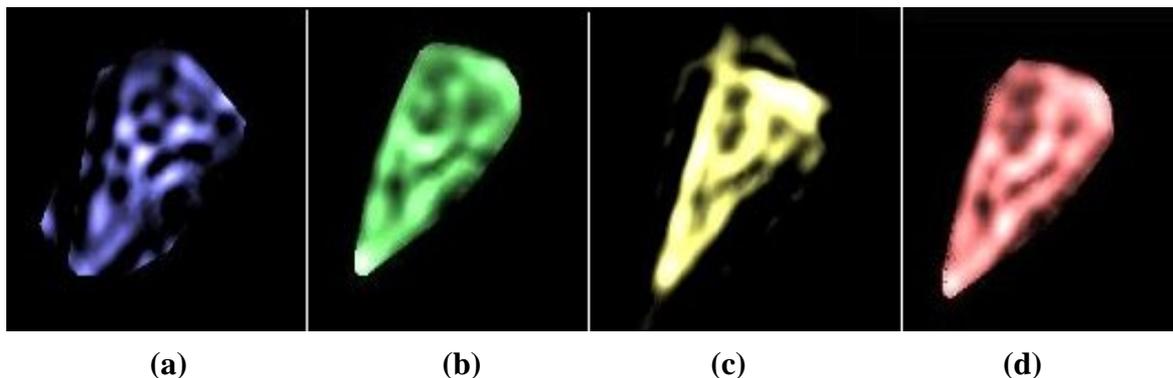
A microtomografia por transmissão da amostra de minério possui uma boa qualidade devido ao grande coeficiente de absorção da amostra para a energia do feixe incidente. Nessa amostra, foi possível reconstruir as imagens por distribuição para o arsênio e para o estrôncio, mas para os outros elementos presentes na amostra como o ferro e o zinco não foi possível obter imagens por microtomografia por fluorescência de raios X devido ao grande coeficiente de absorção para a energia de fluorescência desses elementos. Provavelmente, por essa mesma razão pode-se visualizar uma falha no mapeamento do arsênio.

## 5.4 Amostras de tecido de rato

Neste item são apresentados os resultados para as amostras de tecido biológico. Como foi citado anteriormente, a bioquímica do ferro, cobre e do zinco sugere que esses metais podem ter um importante papel na carcinogenesis, por isso nosso interesse maior é fazer o mapeamento desses elementos nos tecidos em geral.

As imagens tomográficas da amostra de pulmão de rato estão mostradas na figura 5.7.

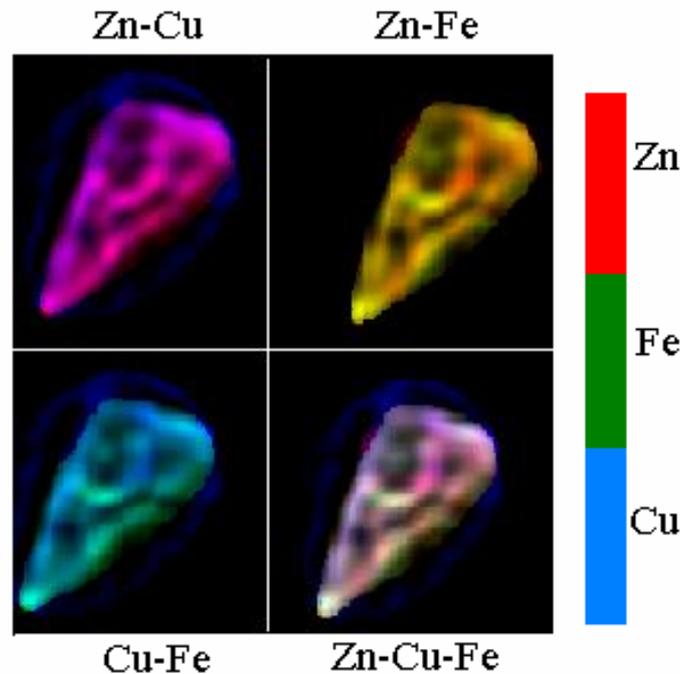
*Dados da tomografia:* 60 projeções, 35 raio-soma, passo da translação: 0,08mm.



**Figura 5.7** - Imagens tomográficas da amostra de pulmão de rato. (a) transmissão; (b) CTXRF – Fe; (c) CTXRF - Cu, (d) CTXRF - Zn.

A imagem por tomografia por transmissão desta amostra de pulmão possui uma qualidade pobre devido ao baixo coeficiente de absorção para a amostra de pulmão de rato. Por outro lado, as imagens por tomografia por fluorescência mostram um bom contraste como pode ser observado na distribuição elementar do ferro, cobre e zinco.

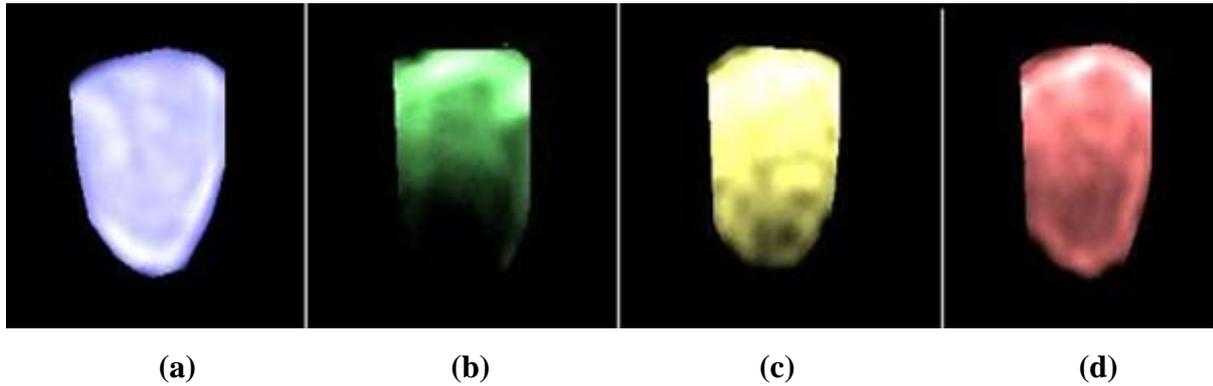
O programa *Imgcomp* foi desenvolvido para reconstruir as imagens tomográficas por fluorescência agrupando duas ou mais distribuições elementares. O resultado para a amostra de pulmão pode ser visualizado na figura 5.8, na qual, os elementos zinco, cobre e ferro são representados em vermelho, verde e azul, respectivamente. A figura 5.8 mostra todas as combinações possíveis para esses elementos.



**Figura 5.8** - Imagens por tomografia por fluorescência de raios X da amostra de pulmão de rato utilizando o programa *Imgcomp*.

A reconstrução da distribuição elementar para o ferro, cobre e zinco na amostra do coração de rato é mostrada na figura 5.9. A falha que pode ser observada na imagem (b) é provavelmente devido a auto absorção do ferro nessa amostra.

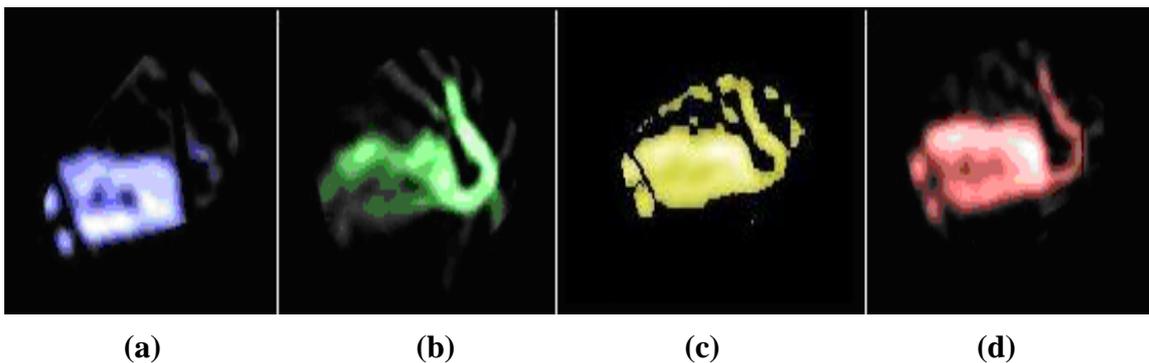
*Dados das tomografias:* 60 projeções, 30 raio-soma, passo da translação: 0,08 mm.



**Figura 5.9:** Imagem tomográfica da amostra do coração de rato. (a) transmissão; (b)CTXRF – Fe; (c) CTXRF - Cu, (d)CTXRF - Zn.

A figura 5.10 mostra as imagens tomográficas para a amostra de veia coronária de rato. Pode-se perceber que o lado direito da amostra possui uma parte com baixo coeficiente de absorção, parte essa que não é visualizada na tomografia por transmissão e essa região pode ser observada com mais detalhes nas microtomografias por fluorescência de raios X, mostrando a distribuição elementar para cobre, o zinco e para o ferro.

*Dados das tomografias:* 60 projeções, 40 raio-soma, passo da translação: 0,08 mm.



**Figura 5.10:** Imagem tomográfica da amostra da veia coronária do rato. (a) transmissão; (b)CTXRF – Fe; (c) CTXRF - Cu, (d)CTXRF - Zn.

## 5.5 Amostras de tecido de mama humana

Desenvolvimento econômico, avanço tecnológico, crescimento industrial e ingresso da mulher no mercado de trabalho são fatores que, indiscutivelmente, traduzem o que é um país em desenvolvimento. O Brasil apresenta boa parte destas características, porém, como tudo tem seu lado negativo, uma das conseqüências desta jornada rumo ao "primeiro mundo" é o câncer.

O câncer tornou-se cada vez mais expressiva e a cada ano acomete um número maior de pessoas. As estatísticas nos EUA demonstram que o câncer é a segunda maior causa de mortes, sendo precedido apenas pelas doenças circulatórias. Estes estudos mostram que um em cada três americanos irão potencialmente desenvolver algum tipo de câncer. No Brasil os dados apontam o câncer com a posição de quarta maior causa de mortes (8,2%), sendo precedido pelas doenças circulatórias (25%), as causas externas (9,3%), ou seja, mortes por violência, envenenamentos e acidentes, e as doenças infecciosas e parasitárias (9,2%). **(INCa, 2005)**

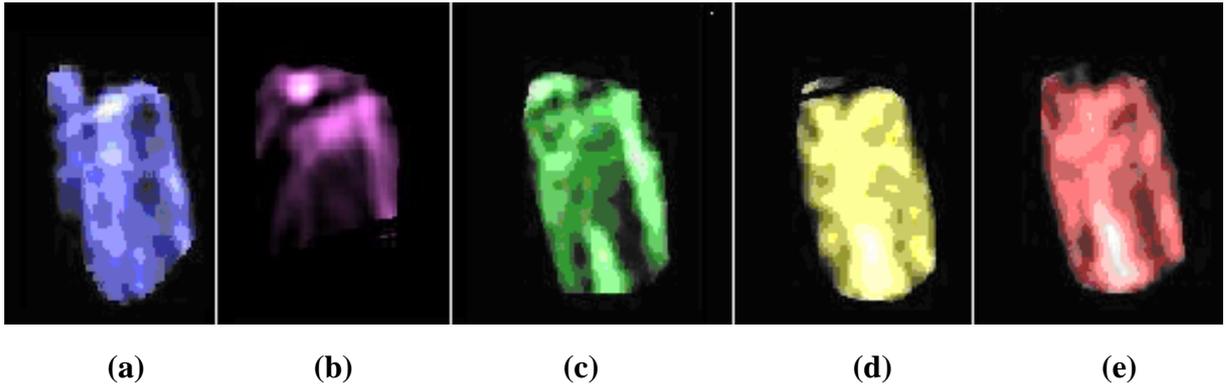
O câncer de mama é provavelmente o mais temido pelas mulheres, devido à sua alta freqüência e, sobretudo pelos seus efeitos psicológicos, que afetam a percepção da sexualidade e a própria imagem pessoal. Ele é relativamente raro antes dos 35 anos de idade, mas acima desta faixa etária sua incidência cresce rápida e progressivamente.

Este tipo de câncer representa nos países ocidentais uma das principais causas de morte em mulheres. As estatísticas indicam o aumento de sua freqüência tanto nos países desenvolvidos quanto nos países em desenvolvimento. Segundo a Organização Mundial da Saúde (OMS), nas décadas de 60 e 70 registrou-se um aumento de 10 vezes nas taxas de incidência ajustadas por idade nos Registros de Câncer de Base Populacional de diversos continentes.

No Brasil, o câncer de mama é o que mais causa mortes entre as mulheres. De acordo com as Estimativas de Incidência de Câncer no Brasil para 2006, o câncer de mama será o segundo mais incidente, com 48.930 casos **(INCa, 2006)**.

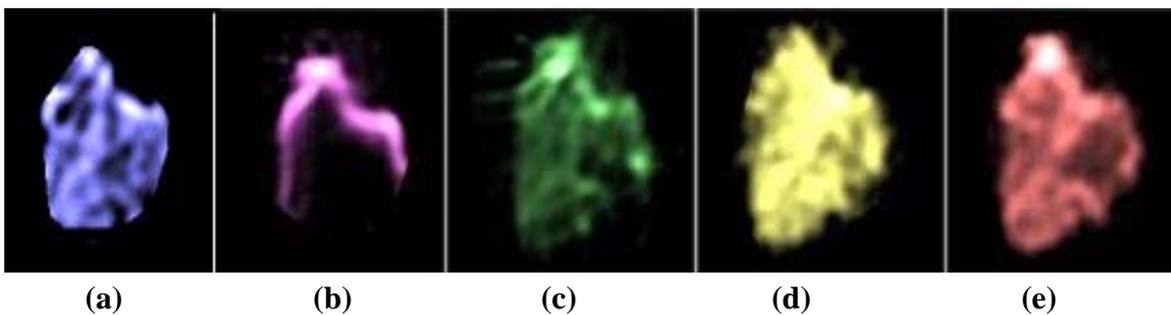
As figuras 5.11 a 5.17, mostram os resultados das microtomografias para as amostras de tecido de mama. Enquanto as figuras 5.11, 5.12 e 5.13 mostram os resultados para o tecido saudável, as figuras 5.15, 5.16 e 5.17 mostram os resultados da microtomografia para os tecidos tumorais.

**Dados da tomografia:** 60 projeções, 34 raio-soma, tempo de aquisição para cada raio soma,  $t = 2$  segundos, passo da translação: 0,08 mm.



**Figura 5.11** - Imagens tomográficas da amostra de tecido de mama humana saudável. (a)transmissão; (b)CTXRF – K; (c) CTXRF - Fe, (d)CTXRF – Cu, (e)CTXRF – Zn.

**Dados da tomografia:** 60 projeções, 44 raio-soma, tempo de aquisição para cada raio soma,  $t = 2$  segundos, passo da translação: 0,08 mm.



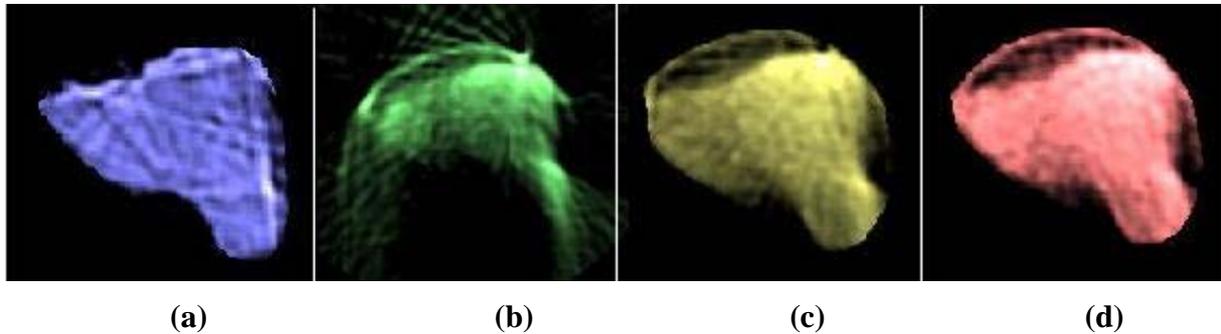
**Figura 5.12** - Imagens tomográficas da amostra de tecido de mama humana saudável. (a)transmissão; (b)CTXRF – K; (c) CTXRF - Fe, (d)CTXRF – Cu, (e) CTXRF – Zn.

A falha que pode ser visualizada na reconstrução da imagem do potássio na figura 5.11(b) e 5.12(b) é, provavelmente, devido a maior auto-absorção do potássio

nessas amostras, já que a energia característica do potássio é  $K\alpha$  igual a 3,31 keV, menor que o  $K\alpha$  do ferro igual a 6,39 keV, menor que o  $K\alpha$  do cobre igual a 8,03 keV e menor que o  $K\alpha$  do zinco igual a 8,62 keV.

Na amostra da figura 5.13 não foi possível reconstruir a imagem do potássio. Provavelmente, porque essa amostra estava mais espessa, o que pode ser observado pelo maior número de raios soma, levando assim a um aumento da absorção.

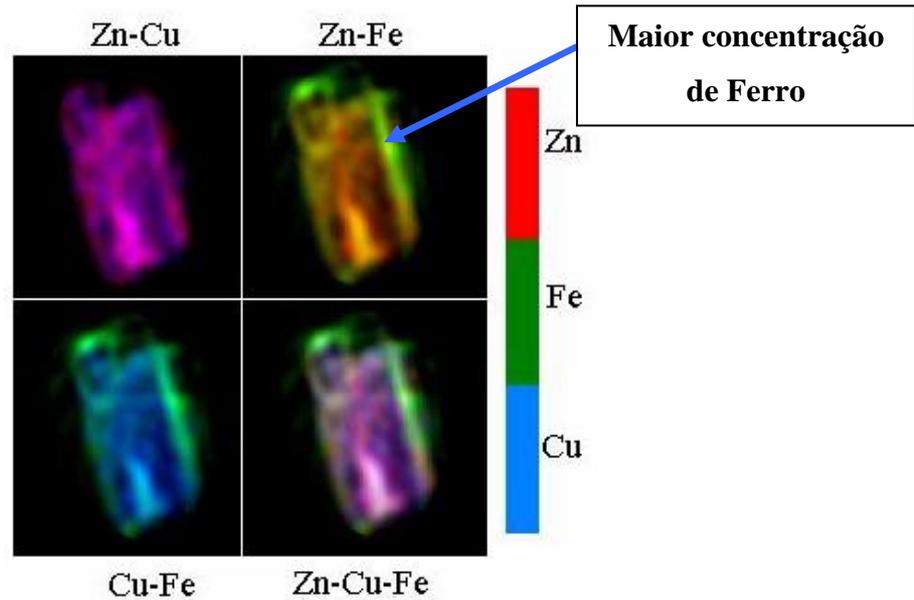
**Dados da tomografia:** 60 projeções, 64 raio-soma, tempo de aquisição para cada raio soma,  $t = 3$  segundos, passo da translação: 0,08 mm.



**Figura 5.13** - Imagens tomográficas da amostra de tecido de mama humana saudável.

(a)transmissão; (b)CTXRF – Fe; (c) CTXRF - Cu, (d)CTXRF - Zn.

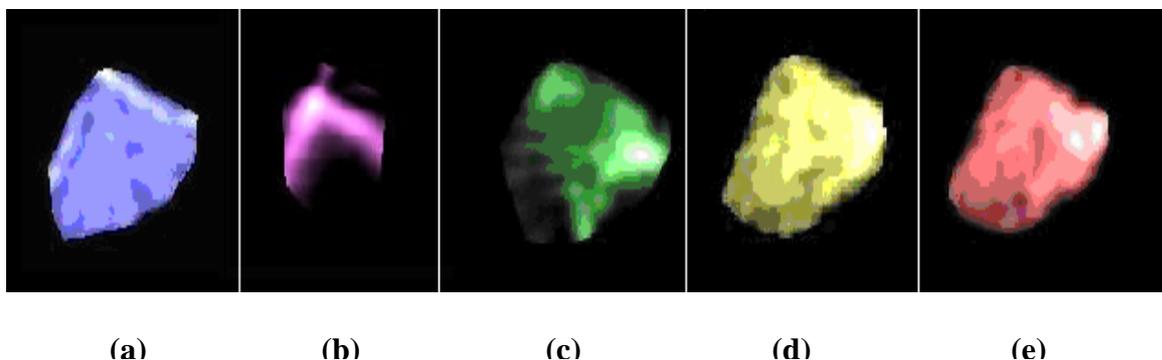
Particularmente, a figura 5.14 mostra a combinação das imagens por microtomografia por fluorescência de raios X para alguns elementos encontrados em uma amostra de tecido saudável.



**Figure 5.14** - Imagens por tomografia por fluorescência de raios X de uma amostra de tecido de mama usando o Imgcmp.

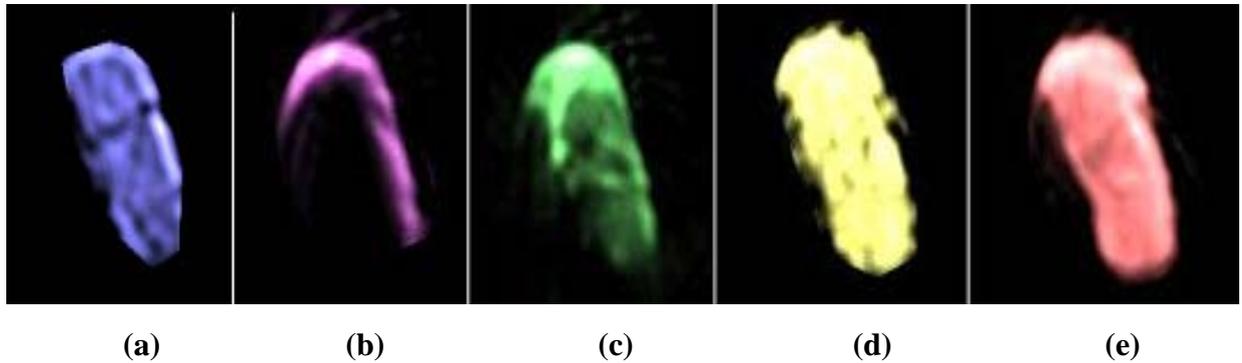
Enquanto as figuras 5.15 e 5.16 mostram as imagens tomográficas para as amostras de tumor maligno, a figura 5.17 mostra a reconstrução para uma amostra de tumor benigno. Uma falha, também, pode ser visualizada na reconstrução da imagem do potássio na figura 5.15(b) 5.16(b) e 5.17(b) que é, provavelmente, devido a auto-absorção do potássio nessas amostras.

**Dados da tomografia:** 60 projeções, 34 raio-soma, tempo de aquisição para cada raio soma,  $t = 2$  segundos, passo da translação: 0,08 mm.



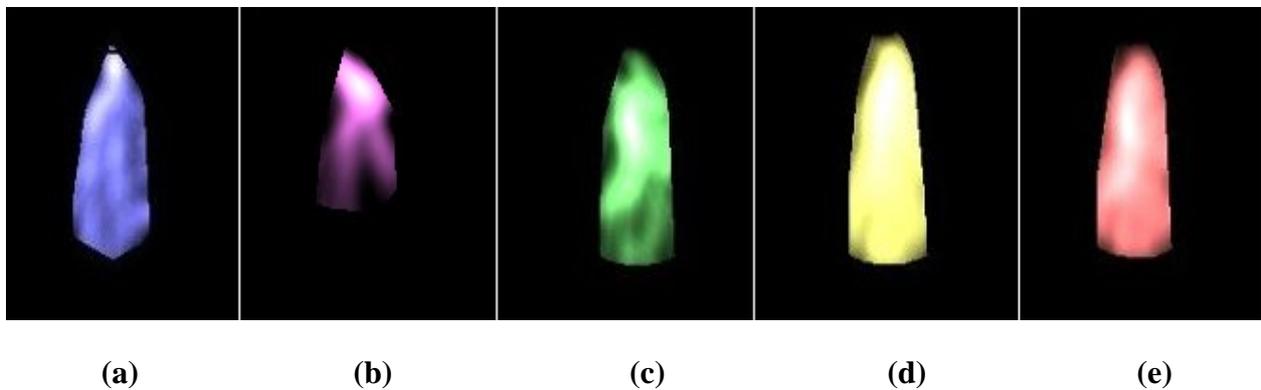
**Figura 5.15** - Imagens por tomografia por fluorescência da amostra de tumor maligno de mama. (a)transmissão; (b)CTXRF – K; (c) CTXRF - Fe, (d)CTXRF – Cu, (e) CTXRF – Zn.

**Dados da tomografia:** 60 projeções, 40 raio-soma, tempo de aquisição para cada raio soma,  $t = 4$  segundos, passo da translação: 0,08 mm



**Figura 5.16** - Imagens por tomografia por fluorescência da amostra de tumor maligno de mama. (a)transmissão; (b)CTXRF – K; (c) CTXRF - Fe, (d)CTXRF – Cu, (e) CTXRF – Zn.

**Dados da tomografia:** 60 projeções, 34 raio-soma, tempo de aquisição para cada raio soma,  $t = 2$  segundos, passo da translação: 0,08 mm.



**Figura 5.17** - Imagens por tomografia por fluorescência da amostra de tumor benigno de mama. (a)transmissão; (b)CTXRF – K; (c) CTXRF - Fe, (d)CTXRF – Cu, (e) CTXRF – Zn.

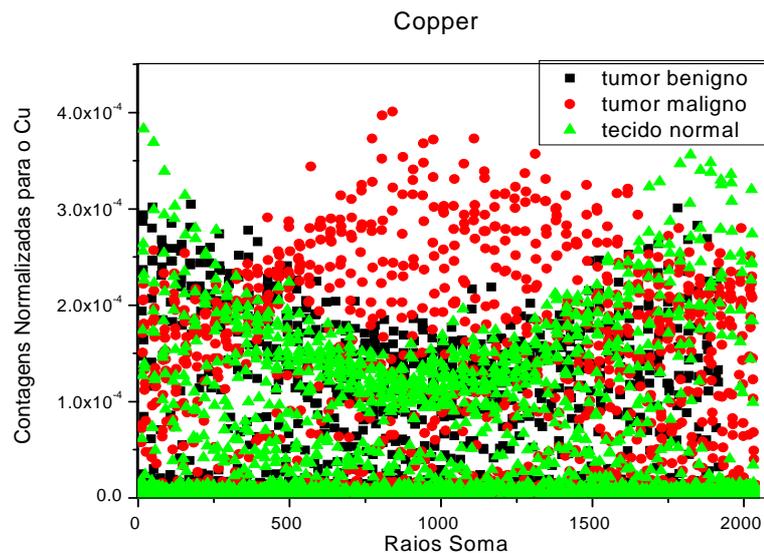
Nas figuras 5.18 a 5.23 são apresentados os gráficos das intensidades de fluorescência normalizadas para os elementos Cu, Fe e Zn para cada raio soma.

Nas figuras 5.18 e 5.19 são apresentados os gráficos para as contagens normalizadas de fluorescência para o cobre. Primeiro, na figura 5.18 é mostrado uma

vista geral das concentrações em cada raio soma para as 60 projeções, já na figura 5.19 é mostrado as contagens normalizadas para a 30ª projeção para a amostras tecido de mama que foram visualizadas por tomografia nas figuras 5.11, 5.15 e 5.17. Foram escolhidas essas amostras porque elas tinham aproximadamente o mesmo tamanho e com isso, o mesmo número de raios soma.

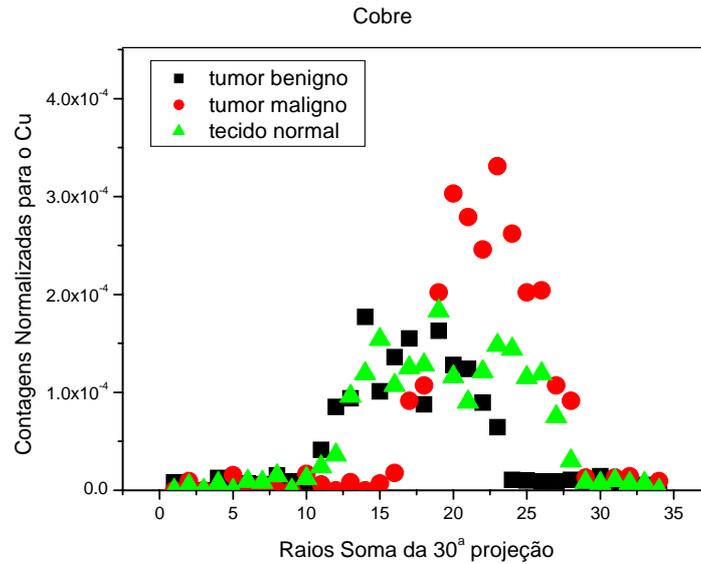
Pode ser observado nos gráficos 5.18 ao 5.23 que a concentração desses elementos é diferente para as diferentes amostras de tecido como tecido saudável, tumor maligno e tumor benigno.

Analisando a figura 5.18, pode-se observar que a intensidade normalizada de Cu no tumor maligno é, praticamente, sempre maior que no tecido saudável. Existe apenas uma região que corresponde as 7 primeiras projeções e as 7 últimas projeções que a intensidade no tecido saudável é um pouco maior.



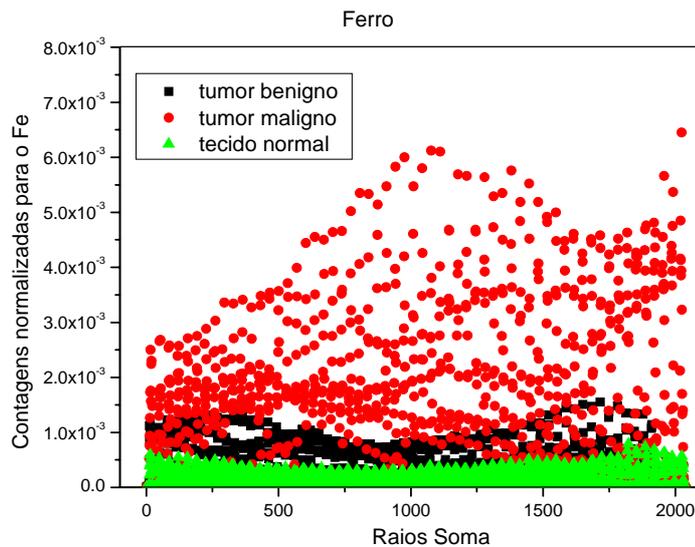
**Figura 5.18** – Gráfico das contagens normalizadas para o cobre em cada raio soma para todas as projeções.

Então, escolheu-se a 30ª projeção para ver melhor como está a distribuição ao longo de uma projeção (figura 5.19). Pode-se perceber que nesta região a intensidade de cobre nas células tumorais é maior do que nas células de tecido saudável.



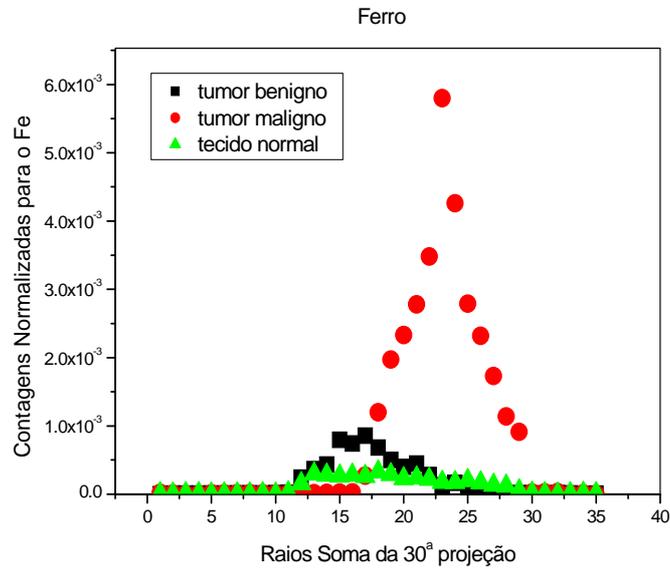
**Figura 5.19** - Gráfico das contagens normalizadas para o cobre em cada raio soma para a 30ª projeção.

A figura 5.20 mostra as intensidades normalizadas para o ferro. Pode-se observar que para todos os raios soma a intensidade de ferro é maior no tumor maligno do que no tecido saudável ou no tumor benigno, mas essa diferença de intensidade é maior em comparação com o tecido saudável do que em comparação com o tumor benigno.



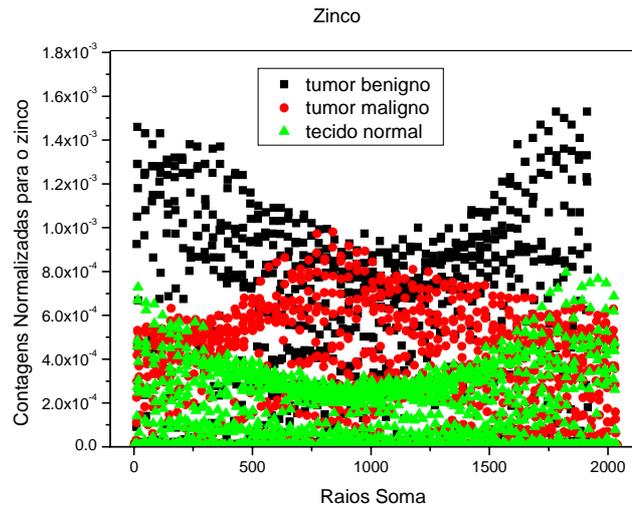
**Figura 5.20** - Gráfico das contagens normalizadas para o ferro em cada raio soma para todas as projeções.

Como para o cobre, a figura 5.21 mostra a distribuição de intensidade ao longo da 30ª projeção para o ferro. Pode-se perceber que nesta região a intensidade de zinco nas células de tumor maligno é maior do que nas células de tecido saudável e nas células de tumor benigno.



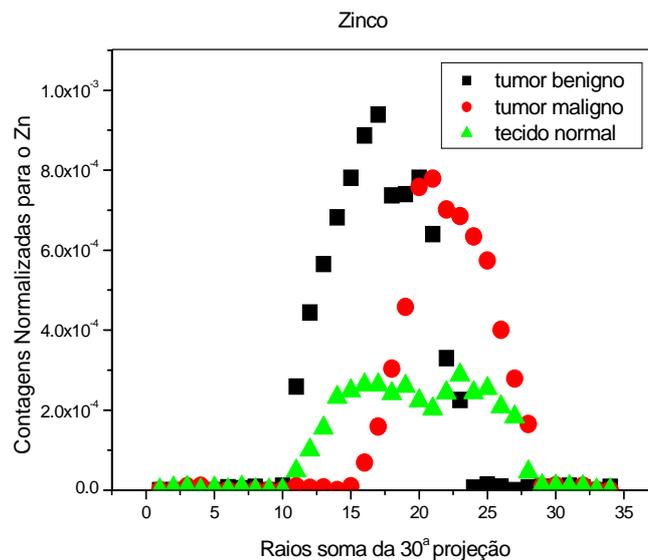
**Figura 5.21** - Gráfico das contagens normalizadas para o ferro em cada raio soma para todas a 30ª projeção.

A figura 5.22 mostra as intensidades normalizadas para o zinco, como ocorreu para o cobre e para o ferro, a concentração de zinco é maior no tumor maligno do que no tecido saudável, mas para o zinco a intensidade deste elemento no tumor benigno foi maior ou igual do que no tumor maligno.



**Figura 5.22** - Gráfico das contagens normalizadas para o zinco em cada raio soma para todas as projeções.

Como para o cobre e para o ferro, a figura 5.23 mostra a distribuição de intensidade ao longo da 30ª projeção para o zinco. Pode-se perceber que nesta região a concentração de zinco nas células tumorais é maior do que nas células de tecido saudável. Mas a intensidade no tumor benigno é maior comparada ao tumor maligno.



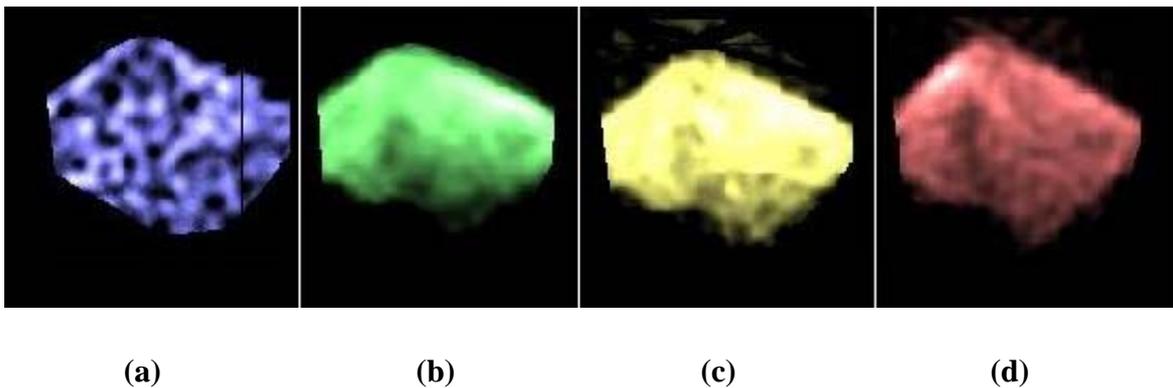
**Figura 5.23** - Gráfico das contagens normalizadas para o zinco em cada raio soma para todas a 30ª projeção.

Apesar de saber que os nossos dados são apenas qualitativos e que a nossa análise foi feita com apenas uma amostra de cada tecido e por isso, não temos uma boa estatística, a análise dos gráficos mostra que o tumor maligno possui uma maior intensidade de fluorescência de raios X dos elementos traços Fe, Cu e Zn em relação ao tecido saudável. O mesmo resultado encontrado por **GERAKI ET AL (2002, 2004)** e **FARQHARSON e GERAKI (2004)**. A razão da quantidade desses elementos entre o tecido saudável e o tumor maligno é provavelmente maior que a razão que pode-se observar nos gráficos porque o coeficiente de absorção para a energia de fluorescência para as células do tumor é maior que para as células do tecido saudável.

## 5.6 Amostras de tecido pulmonar humano

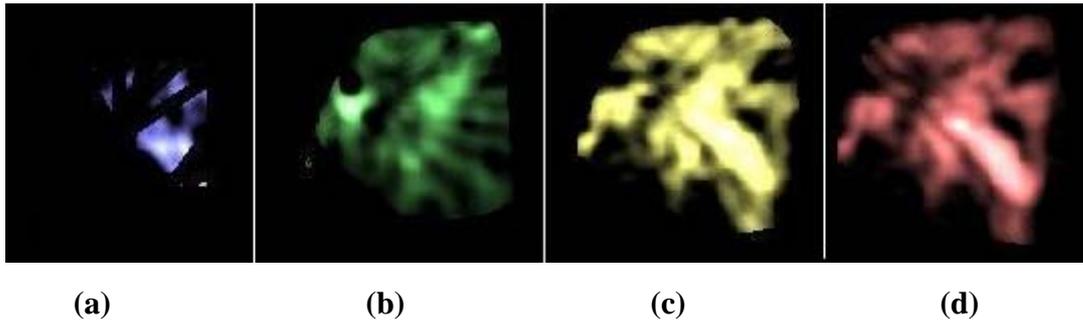
As figuras 5.24 e 5.25 mostram as imagens de distribuição elementar para os elementos ferro, cobre e zinco para uma amostra de pulmão de feto e uma amostra de pulmão adulto, respectivamente.

**Dados da tomografia:** 60 projeções, 50 raio-soma, tempo de aquisição para cada raio soma,  $t = 4$  segundos, passo da translação: 0,08 mm.



**Figura 5.24** – Imagens tomográficas da amostra de pulmão de feto humano. ((a)transmissão, (b) CTXRF - Fe, (b) CTXRF - Cu, (c) CTXRF - Zn).

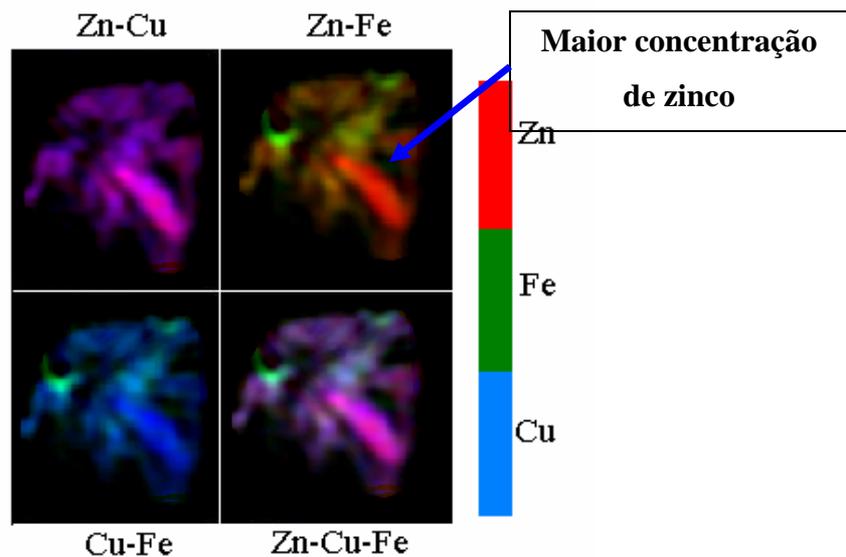
**Dados da tomografia:** 60 projeções, 45 raio-soma, tempo de aquisição para cada raio soma,  $t = 4$  segundos, passo da translação: 0,08 mm.



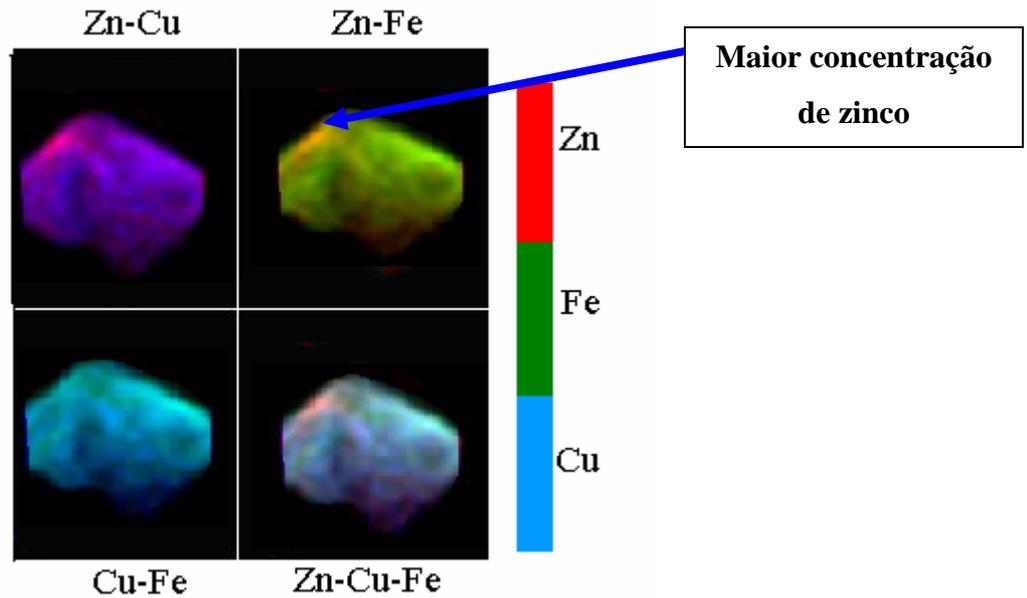
**Figura 5.25** – Imagens tomográficas da amostra de pulmão adulto. ((a)transmissão, (b) CTXRF - Fe, (b) CTXRF - Cu, (c) CTXRF - Zn).

A falha que pode ser visualizada na imagem por transmissão da amostra de pulmão adulto (figura 5.25(a)) é devido ao seu baixo coeficiente de atenuação para a energia do feixe incidente. A amostra de pulmão de feto tem maior densidade e com isso, maior coeficiente de atenuação, por isso, a imagem por transmissão da amostra de feto (figura 5.24(a)) não apresenta falhas.

Foi utilizado o programa Imgcomp para agrupar as imagens por microtomografia por fluorescência para a amostra de pulmão adulto e de feto, como pode ser observado nas figuras 5.26 e 5.27, respectivamente.



**Figura 5.26** – Imagens tomográficas por fluorescência de raios X agrupadas da amostra de pulmão adulto, utilizando o Imgcomp.

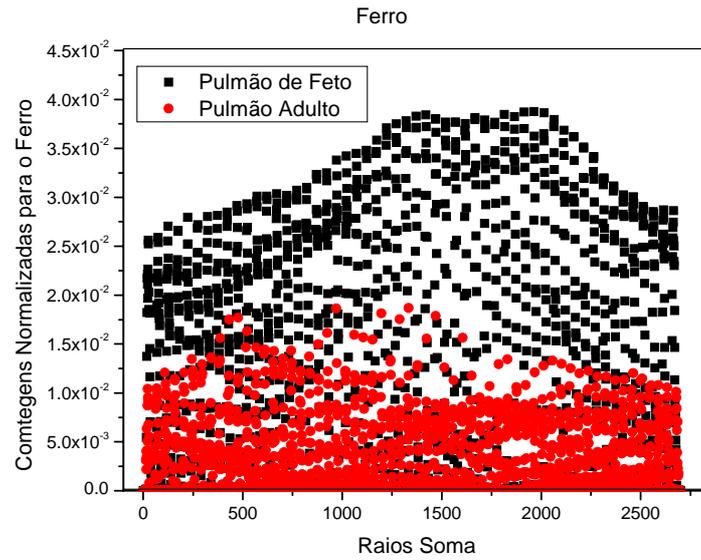


**Figura 5.27** – Imagens tomográficas por fluorescência de raios X agrupadas da amostra de pulmão de feto, utilizando o Imgcomp.

Pode-se perceber que em algumas regiões tem maior concentração de um elemento devido ao realce das cores. Na combinação ferro mais zinco para a amostra de pulmão adulto e para a amostra de pulmão de feto perceber-se que existe um região com grande concentração de zinco marcada com a cor vermelha.

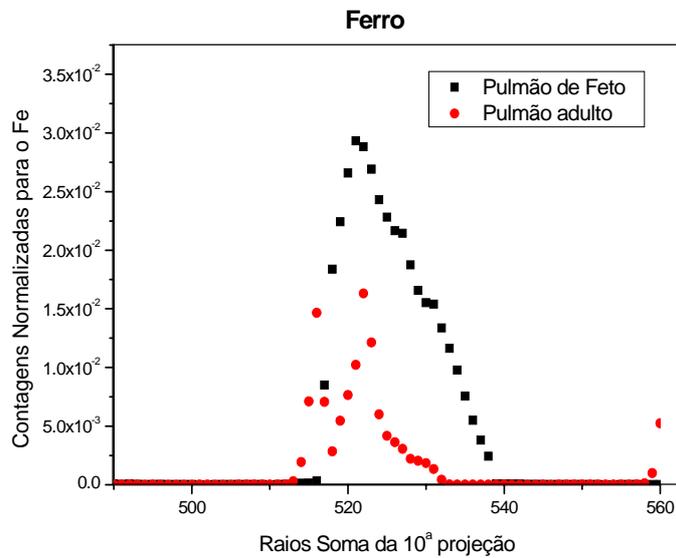
Os gráficos para a contagem de fluorescência normalizada para ferro, cobre e zinco para todas as projeções e para a 10<sup>a</sup> projeção, em particular, podem ser observados nas figura 5.28 a 5.33.

A figura 5.28 mostra as contagens de fluorescência normalizadas para o ferro para todas as projeções. Analisando a figura 5.28, pode-se observar que a intensidade normalizada de ferro na amostra de pulmão de feto é maior que na amostra de pulmão adulto.



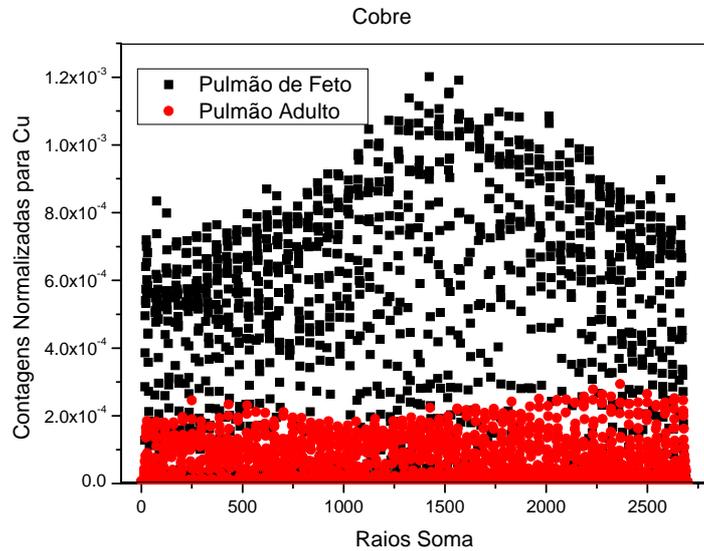
**Figura 5.28** - Gráfico das contagens normalizadas para o ferro em cada raio soma para todas as projeções.

Escolheu-se a 10ª projeção para visualizar melhor como está a distribuição ao longo de uma projeção (figura 5.29). Podemos perceber que nesta região a intensidade de ferro no tecido de pulmão de feto é maior do que no tecido adulto.

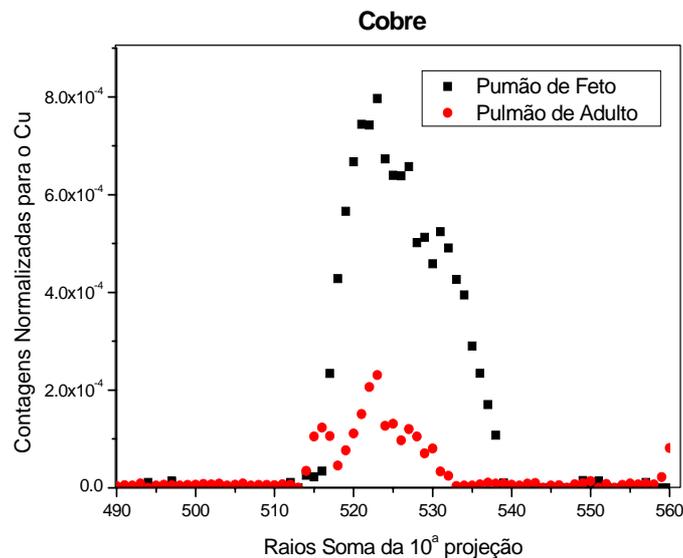


**Figura 5.29** - Gráfico das contagens normalizadas para o ferro em cada raio soma para todas a 10ª projeção.

Analisou-se, também, a intensidade de fluorescência para o cobre (figuras 5.30 e 5.31). Como ocorreu para o ferro, a intensidade de cobre é maior no tecido de pulmão de feto, mas pode-se observar que para o cobre essa razão entre a intensidade no tecido de feto e no tecido adulto é muito maior do que para o ferro.

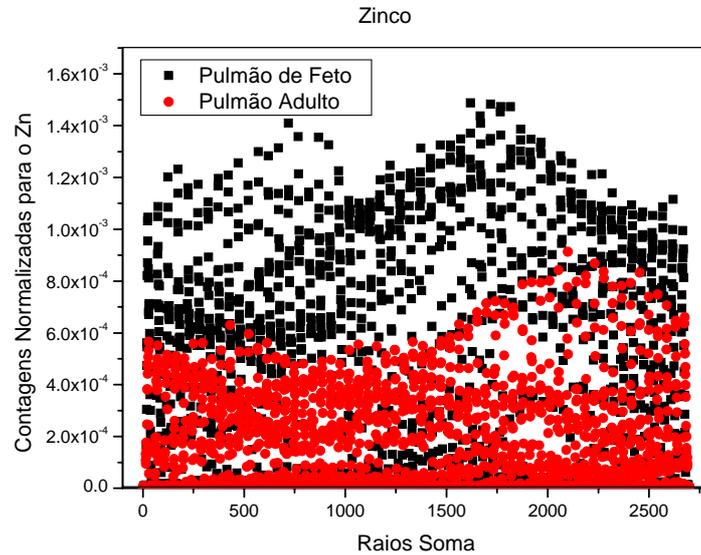


**Figura 5.30** - Gráfico das contagens normalizadas para o cobre em cada raio soma para todas as projeções.

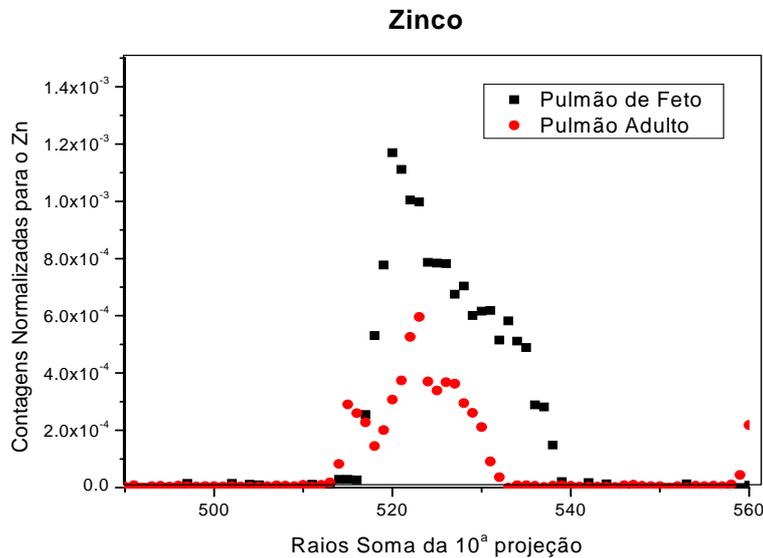


**Figura 5.31** – Gráfico das contagens normalizadas para o cobre em cada raio soma para todas a 10ª projeção.

As figuras 5.32 e 5.33 mostram a intensidade de fluorescência para o zinco. Como ocorreu para o ferro e para o cobre, a intensidade de zinco é maior no tecido de pulmão de feto comparada ao tecido adulto.



**Figura 5.32** - Gráfico das contagens normalizadas para o zinco em cada raio soma para todas as projeções.



**Figura 5.33** - Gráfico das contagens normalizadas para o zinco em cada raio soma para todas a 10ª projeção.

Pode-se observar que para a amostra de pulmão de feto os elementos ferro, cobre e zinco possuem maior intensidade de fluorescência de raios X comparados a amostra

de pulmão adulto. A razão entre intensidades do tecido de feto e do tecido adulto é, provavelmente, maior que a razão que pode ser observada nos gráficos porque o coeficiente de atenuação para o tecido de feto é maior que para o tecido adulto para as energias de fluorescência. Apesar disso, como no tecido de mama, a nossa análise foi feita com apenas uma amostra de cada tecido e por isso, não se tem boa estatística. É necessário analisar uma maior quantidade de amostras de tecido para poder confirmar a diferença entre as concentrações dos elementos traços Fe, Cu e Zn e tentar verificar se também existe uma diferença na concentração de potássio.

## 6 Conclusões

Os resultados das tomografias mostram a viabilidade da microtomografia por fluorescência de raios X e confirmam que essa técnica pode ser usada para complementar outras técnicas para caracterização de amostras. Foi possível visualizar a distribuição elementar nas amostras testes, biológicas, vegetal e mineral. A resolução espacial do sistema pode ser otimizada em função do tipo de aplicação.

Nas amostras testes feitas de parafina, polietileno e acrílico preenchidas com soluções padrão de cobre, zinco, gálio e selênio, enquanto a microtomografia por transmissão mostra a matriz de polietileno, acrílico ou parafina e as soluções contidas nos cilindros internos, a microtomografia por fluorescência de raios X mostra somente aquelas regiões onde o elemento de interesse está localizado. Na amostra com matriz de parafina que foi preenchida com uma solução de zinco e selênio, a tomografia por transmissão mostra somente a matriz de parafina e o cilindro interno preenchido com zinco. O selênio não é percebido porque seu coeficiente de atenuação é muito pequeno comparado com o coeficiente de atenuação da matriz. As imagens por microtomografia por fluorescência de raios X mostraram a propriedade seletiva da técnica, isto é, definindo a região de interesse de energia (ROI), pode-se obter a distribuição de um determinado elemento. Pode-se observar também na tomografia por transmissão que havia uma falha na matriz de parafina.

Na amostra de semente de feijão a tomografia por transmissão não apresenta detalhes internos. Por outro lado, a imagem por fluorescência do selênio mostra que esse elemento ficou presente apenas na região externa da semente.

A microtomografia por transmissão da amostra de minério possui uma boa qualidade devido ao grande coeficiente de absorção desta amostra para a energia do feixe incidente. Foi possível reconstruir as imagens por distribuição para os elementos arsênico e para o estrôncio, mas para os outros elementos presentes na amostra como o ferro e o zinco não foi possível obter imagens por microtomografia por fluorescência de raios X por causa do grande coeficiente de absorção para a energia de fluorescência desses elementos.

Nas amostras de tecido foi possível fazer a reconstrução dos elementos traços ferro, cobre e zinco e o potássio em menor concentração.

As falhas que podem ser visualizadas nas imagens de distribuição elementar por microtomografia por fluorescência de raios X para os elementos ferro, arsênico e potássio na amostra de coração de rato, na amostra mineral e na amostra de tecido de mama, respectivamente, é provavelmente, devido a auto-absorção desses elementos pelas amostras.

Foi possível comparar a concentração de cobre, zinco e ferro nas amostras de tecido de mama saudável, tumor maligno e tumor benigno e foi verificado que a concentração desses elementos é maior para a amostra de tumor maligno comparada com a concentração no tecido saudável. No caso da análise das projeções para o zinco, foi verificado que para esse elemento a concentração no tumor benigno é maior que no tumor maligno ao contrário do que ocorreu para ferro e cobre.

Foi possível visualizar uma falha na reconstrução da imagem por transmissão da amostra de pulmão adulto, que é devido ao seu baixo coeficiente de atenuação para a energia do feixe incidente. A amostra de pulmão de feto tem maior densidade e com isso, maior coeficiente de atenuação, por isso, a imagem por transmissão da amostra de feto não apresenta falhas.

Foi possível comparar a intensidade de fluorescência normalizada para os elementos traços cobre, zinco e ferro nas amostras de pulmão de feto e de pulmão adulto e foi verificado que a intensidade desses elementos é maior para a amostra de pulmão de feto, sendo que a razão entre a intensidade para o tecido de feto e o tecido adulto é bem maior para o cobre do que para ferro e zinco.

## 6.1 Trabalhos Futuros

A continuidade deste trabalho sugere passos e etapas que devem ser levados a diante e que não foram possíveis de serem realizados devido ao tempo, que são resumidos a seguir.

- a) Utilizar um feixe monocromático.
- b) Implementar um algoritmo que considere a auto-absorção, o que não foi possível no decorrer deste trabalho porque não foi utilizado um feixe monocromático e nem um detector sensível a energia na transmissão de raios X para obter os coeficientes de atenuação tanto para energia do feixe incidente quanto para a energia de fluorescência de raios X.
- c) Analisar uma maior quantidade de amostras de tecido de mama para poder confirmar a diferença entre as concentrações dos elementos traços Fe, Cu e Zn e tentar verificar se também existe uma diferença na concentração de potássio.
- d) Separar os tecidos tumorais de acordo com o estágio do tumor, para verificar se as concentrações dos elementos traços se modificam.
- e) Realizar a análise em células pareadas, isto é, tendo a célula tumoral e benigna do mesmo indivíduo.
- f) Utilizar as características de espalhamento Compton e Rayleigh da amostra para avaliar a absorção.

## Referências

BARROSO R. C., LOPES R.T., DE JESUS E.F.O., OLIVEIRA L.F., 1998, “X-Ray Diffraction Microtomography using Synchrotron Radiation”, *Nuclear Instruments and Methods*, v. A471, pp. 75-79.

BERNASCONI, G., TAJANI, A., 1996, “Quantitative X-Ray Analysis System (QXAS) Software”, Package: Documentation Version 1.2. International Atomic Energy Agency, Vienna.

BRAZ, D., 1997, *Tomografia Computadorizada no Estudo da Mecânica da Fratura em Misturas Asfálticas*. Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

BRAZ D., DA MOTTA L.M.G., LOPES R.T., 1999, “Computerized tomography in the fatigue test analysis of an asphaltic mixture”, *Applied Radiation and Isotopes*, v. 50, pp. 661-671.

BRUNETTI A., GOLOSIO B., 2001, “Software for X-ray Fluorescence and scattering Tomographic Reconstruction”, *Comput. Phys. Commun.*, v. 141, pp. 412-425.

CESAREO R., MASCARENHAS S., 1989, “A New Tomographic Device Based on the Detection of Fluorescent X-rays”, *Nuclear Instruments and Methods*, v. A277, pp. 669-672.

CESAREO R., BRUNETTI A., GOLOSIO B., LOPES R.T., BARROSO R.C., CASTELLANO A., QUARTA S., DONATIVI M., 2003, “Multiple X-Ray Tomography Using Transmitted, Scattered and Fluorescent Radiation”, *DGZfP-Proceeding BB 84-CD*, Paper 8.

CHUI Q.S.H., ZUCCHINI R.R., 2001, “Qualidade de Medições em Química Analítica. Estudo de caso: Determinação de Cádmiu por Espectrofotometria de Absorção Atômica com Chama”, *Química Nova*, v.24(3), p. 374-380.

CHUKALINA M., SIMIONOVICI A., SNIGIREV A., SNIGIREVA I., JEFFRIES T.,

2002, "Quantitative Characterization of Microsamples by X-ray Fluorescence Tomography", *X-Ray Spectrometry*, v. 31, pp. 448-450.

COSTA A.C.M., 2003, *Análise da Poluição ambiental Produzida por Metais Pesados em águas Superficiais da Baía de Sepetiba Usando TXRF*. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

EISBERG R., RESNIK R., 1988, *Física Quântica: Átomos, Moléculas, Sólidos, Núcleos e Partículas*, 7 ed., Rio de Janeiro, Campus.

FARQUARSON M.J., GERAKI K., 2004, "The Use of Combined Trace Element XRF and EDXRD Data as a Histopathology Tool Using a Multivariate Analysis Approach in Characterizing Breast Tissue", *X-Ray Spectrometry*, v. 33, pp. 240-245.

GARG A.N., SINGH V., WEGINWAR R.G., SAGDEO V.N., 1994, "An Elemental Correlation study in Cancerous and Normal Breast Tissue with Successive Clinical Stages By Neutron Activation Analysis", *Biological Trace Element Research*, v.46, p. 185-202.

GERAKI K., FARQUARSON M.J., BRADLET D. A., 2002, "Concentration of Fe, Cu and Zn in Breast Tissue: a Synchrotron XRF Study", *Physics in Medicine and Biology*, v. 47, pp. 1-13.

GERAKI K., FARQUARSON M.J., BRADLET D. A., 2004, "X-ray Fluorescence and Energy Dispersive X-ray Diffraction for the Quantification of Elemental Concentrations in Breast Tissue", *Physics in Medicine and Biology*, v. 49, pp. 1-12.

GOLOSIO B., SIMIONOVICI A., SOMOGYI A., LEMELLE L., CHUKALINA M., BRUNETTI A., 2003, "Internal Elemental Microanalysis Combining x-Ray Fluorescence, Compton and Transmission Tomography", *Journal of applied Physics*, v. 94, pp. 145-156.

HARDING G., KOSANETZKY J., NEITZEL V., 1990, "Energy-dispersive X-ray Diffraction Tomography", *Physics in Medicine and Biology*, v.35, p.33-41.

HOGAN J. P., GONSALVES R.A., KRIEGER A.S., 1991, “Fluorescent Computer Tomography: A Model for Correction X-Ray Absorption”, *IEEE Transactions on Nuclear Science*, NS v. 38, pp.1721-1727.

INCa, 2005, disponível on line: [www.inca.org.br](http://www.inca.org.br), pesquisa realizada em 13/05/05.

INCa, 2006, disponível on line: disponível on line: [www.inca.gov.br/conteudo\\_view.asp?id=336](http://www.inca.gov.br/conteudo_view.asp?id=336), pesquisa realizada em 16/01/06.

JUNIOR E.A., YAMASHITA H., 2001, “Aspectos Básicos de Tomografia Computadorizada e Ressonância Magnética”, *Revista Brasileira de Psiquiatria*, v. 23 (Supl 1), p. 2-3.

KANIAS G.D., KOURI E., ARVANITI H., KARAIOSIFIDI H., KOUNELI S., 1994, “Trace element content in breasts with fibrocystic disease”, *Biological Trace Element Research*, v.43, p. 363-370.

LACHANCE,G.R., CLAISSE,F., 1994, *Quantitative X-ray Fluorescence Analysis: Theory and Application*. 1ed. New York, Wiley.

LEITÃO, C.C.G., 2005, *Avaliação Multielementar em Soro Humano de Indivíduos Portadores de Leucemia Mielóide Crônica (LMC)*. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

LNLS, 2005, disponível on line: [www.lnls.br](http://www.lnls.br), pesquisa realizada em 13/08/05.

LOPES R.T., ROCHA H.S., JESUS E.F.O., BARROSO R.C., OLIVEIRA L.F., ANJOS M.J., BRAZ D., SIMABUCO S.M., 2003, “X-ray Transmission Microtomography Using Synchrotron Radiation”, *Nuclear Instruments and Methods*, v. **A505**, pp.604-607.

MALISKA A.M., 2005, “Microscopia Eletrônica de Varredura e Microanálise - apostila” UFSC – EMC – LABMAT – LCMAI, disponível on line: [www.materiais.ufsc.br/lcm/web-MEV/MEV\\_Apostila.pdf](http://www.materiais.ufsc.br/lcm/web-MEV/MEV_Apostila.pdf), pesquisa realizada em 19/09/05.

NAGHEDOLFEIZI M., CHUNG J-S., MORRIS R., ICE G.E., YUN W.B., CAI Z. and LAI B., 2003, "X-ray Fluorescence microtomography study of Trace elements in a SiC Nuclear Fuel Shell", *Journal of Nuclear Materials*, v. 312, pp.146-155.

NG K.H., BRADLEY D.A., LOOI L.M., 1997, "Elevated Trace Element Concentrations in Malignant Breast Tissues", *British Journal of Radiology*, v.70, p.375-382.

NIST, 2006, X-ray Mass Attenuation Coefficients, disponível on line: <http://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/cover.html>, pesquisa realizada em 06/02/06.

OLIVEIRA L.F., 2002, *Tomografia Computadorizada Tridimensional por Transmissão de Raios X na Análise e Caracterização de Objetos Volumétricos*. Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

OLIVEIRA R.C., BOAVENTURA G.R., 1998, "Determinação dos Elementos Terras Raras em amostras Geológicas por ICP/AES Utilizando Minicolunas", *Revista Brasileira de Geociências*, v.28(2), p. 169-172.

QMC, 2005, disponível on line: <http://qmc.ufsc.br/qmcweb/artigos/synchrotron/.html>, pesquisa realizada em 13/08/05.

SCHROER C.G., 2001, "Reconstructing X-ray Fluorescence Microtomograms", *Applied Physics Letters*, v. 79, n.12, pp.1912-1914.

SERPA, R.F.B., 2003, *Medidas de Metais Pesados no Fumo, Cinza e Fumaça em Cigarros Nacionais Usando TXRF*. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

SIMIONOVICI A., CHUKALINA M., GÜNZLER F., SCHROER CH., SNIGIREV A., SNIGIREVA I., TÜMMLER J., WEITKAMP T., 2001, "X-ray Microtome by Fluorescence Tomography", *Nuclear Instruments and Methods*, v. A467-468, pp. 889-892.

VINCZE L., VEKEMANS B., JANSSENS K., FALKENBERG G., SZALÓKI I., 2002a, “X-ray Fluorescence Tomography Studies on Artificial Objects”, Hamburger Synchrotronstrahlungslabor HASYLAB am Deutschen Elektronen-Synchrotron DESY, *Jahresbericht*, disponível on line: <http://www-hasylib.desy.de/>, pesquisa realizada em 16/04/05.

VINCZE L., VEKEMANS B., SZALÓKI I., JANSSENS K., FENG H., JONES K.W., GRIEKEN VAN, ADAMS F., 2002b, “High Resolution X-ray Fluorescence Micro-Tomography on Single Sediment Particles”, SPIE Procs., v. 4503, p. 240-248.

WU T., SEMPOS C.T., FREUDENHEIM J.L., MUTI P., SMIT E., 2004, “ Serum Iron, Copper and Zinc Concentrations and Risk of Câncer Mortality in US Adults”, *Annals of Epidemiol*, v.14(3), p.195-201.

YUASA T., TAKEDA T., DILMANIAN F.A., AKIBA M., HYODO K., AKATSUDA T., ITAI Y., 1997, “Fast Algorithm for Fluorescencet X-Ray CT Reconstruction”, Proceedings – 19<sup>th</sup> International Conference – IEEE/EMBS, p.863-866.

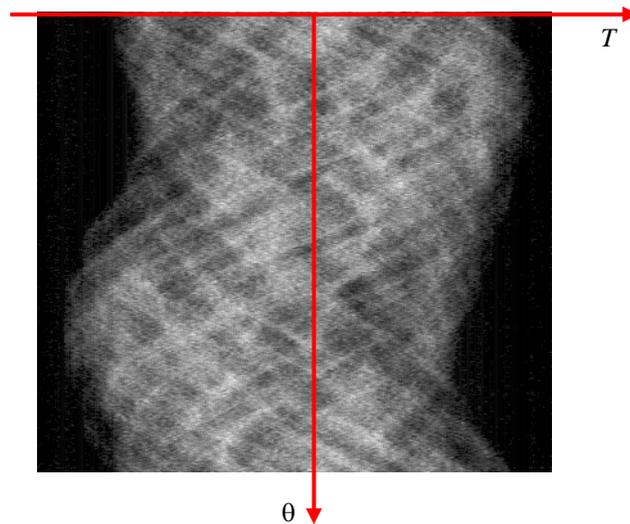


$$P_{\theta}(t) = \int_{AB} f(x, y) ds \quad (\text{A.1})$$

onde  $AB$  define a linha ao longo do qual a integral será calculada,  $t$  é a posição do raio-soma dentro da projeção,  $ds$  é o passo infinitesimal ao longo do raio e  $\theta$  é a inclinação da linha  $AB$  em relação ao sistema de coordenadas  $XY$ , a partir do eixo  $y$  (ver figura a seguir). Este raio  $AB$  é expresso algebricamente pela equação

$$t = x \cos \theta + y \sin \theta \quad (\text{A.2})$$

Para visualizar os coeficientes da transformada no novo domínio  $T\theta$ , faz-se uso de um sinograma (do grego: “*syn*”=junto, “*gramma*”=letra) linear (figura A.2) ou polar.



**Figura A.1.** Sinograma

Em outras palavras, para um dado ângulo  $\theta$ , somente as coordenadas  $x$  e  $y$  que satisfizerem a equação acima é que estarão sobre a linha  $AB$ , e mais, somente os pontos  $f(x, y)$  com tais coordenadas irão contribuir com a integral de linha  $P_{\theta}(t)$ . Todo o restante da função  $f(x, y)$  fora da linha  $AB$  não entrará no cálculo da integral para a posição  $t$  na projeção. Um artifício útil na matemática para “materializar” esta situação é o uso da “função” delta de Krönecker  $\delta(u)$ . Esta pseudofunção possui valor definido 1 quando seu argumento é 0, e é 0 no restante de seu domínio.

$$\delta(u) = \begin{cases} 1, & u = 0 \\ 0, & u \neq 0 \end{cases} \quad (\text{A.3})$$

Assim, se deseja-se separar os pontos de  $f(x,y)$  que estão sobre a linha  $AB$  – sabendo que somente as coordenadas  $x$  e  $y$  que satisfazem a equação  $x\cos\theta + y\sin\theta - t = 0$  são válidas, pode-se substituir a integral de linha pela integral dupla como segue

$$P_\theta(t) = \int_{AB} f(x, y) ds = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \delta(x \cos \theta + y \sin \theta - t) dx dy \quad (\text{A.4})$$

pois se  $x$  e  $y$  estão sobre  $AB \Rightarrow x\cos\theta + y\sin\theta - t = 0 \Rightarrow \delta(x\cos\theta + y\sin\theta - t) = \delta(0) = 1$  que implica em

$$\int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \delta(x \cos \theta + y \sin \theta - t) dx dy = \iint f(x, y) dx dy \quad (\text{A.5})$$

A função  $P_\theta(t)$  como função somente de  $t$  (para um dado valor fixo de  $\theta$ ) define a projeção paralela de  $f(x,y)$  para um ângulo  $\theta$ . A função bidimensional  $P_\theta(t)$  (com  $t$  e  $\theta$  variando) é o coeficiente da transformada de Radon de  $f(x,y)$ . Uma projeção tomada ao longo de um conjunto de raios paralelos é chamada de projeção paralela. Raios-soma divergentes também podem ser tomados para formar uma projeção. Tais projeções são chamadas de projeções de feixe em leque, uma vez que os raios-soma são divergentes, e neste caso, cada raio-soma, contido na projeção em leque, corresponderá a um ângulo  $\theta$  diferente, isto é, cada raio-soma terá uma inclinação em relação ao eixo  $y$ .

Retornando ao problema de determinação dos coeficientes de atenuação, tem-se que cada raio-soma é resultado da integral dos coeficientes de atenuação ao longo de um raio

Torna-se familiar que se  $\mu(x,y)$  é uma função bidimensional tal como  $f(x,y)$  no modelo matemático, então a integral de linha acima corresponde a um raio-soma  $P_\theta(t)$ . Se o corpo de prova é transladado ao longo de uma trajetória perpendicular ao feixe de radiação e, a intervalos regulares deste deslocamento, levantarmos os valores de  $I$ , então

poder-se-á calcular os raios-soma correspondente a cada intervalo e formar uma projeção paralela. Se o instrumento de medida for extenso e constituído de vários elementos detectores independentes, pode-se levantar os valores de  $I$  e gerar uma projeção em leque. Estas projeções, paralelas e em leque, serão utilizadas para calcular os coeficientes de atenuação (ou os parâmetros desejados) do corpo de prova através do teorema da fatia de Fourier cujo resultado é equivalente a uma “transformada inversa” de Radon.

Inicia-se o teorema formulando a transformada de Fourier da função bidimensional  $f(x,y)$  e da projeção  $P_\theta(t)$ .

$$F(u, v) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) e^{-j2\pi(ux+vy)} dx dy \quad (\text{A.6})$$

$$S_\theta(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} P_\theta(t) e^{-j2\pi\omega t} dt \quad (\text{A.7})$$

Igualando-se a variável  $v$  da transformada  $F(u,v)$  a zero, notar-se-á que a expressão final se resume na transformada da projeção inicial ( $\theta = 0$ ) como se segue.

$$\begin{aligned} F(u, 0) &= \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) e^{-j2\pi ux} dx dy \\ &= \int_{-\infty}^{\infty} \left[ \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) dy \right] e^{-j2\pi ux} dx \\ &= \int_{-\infty}^{\infty} P_0(t) e^{-j2\pi ut} dt = S_0(\omega) \end{aligned} \quad (\text{A.8})$$

As variáveis  $(u,v)$  e  $(\omega,\theta)$  estão relacionadas entre si através de simples funções trigonométricas

$$\begin{aligned} u &= \omega \cos \theta \\ v &= \omega \sin \theta \end{aligned} \quad (\text{A.9})$$

Assim, representar a transformada de  $f(x,y)$  por  $F(u,v)$  ou por  $F(\omega,\theta)$  tem o

mesmo efeito, e mais,  $F(u,0) = F(\omega,0) = S_0(\omega)$ . Resta mostrar que o resultado anterior é válido para qualquer  $\theta \neq 0$ . Para isso, substitui-se as variáveis  $x$  e  $y$  por duas outras –  $t$  e  $s$  – que são variáveis de um sistema de coordenadas cartesianas girado de um ângulo  $\theta$  que coincide com o sistema de coordenadas das projeções. Verificando-se a figura da seção anterior, onde apresenta-se pictoricamente uma projeção paralela, vê-se que a coordenada  $s$  coincide com a direção do raio-soma e que a coordenada  $t$  corresponde ao eixo perpendicular aos mesmos raios-soma – e que é paralela a direção da projeção. Desta forma,  $(t,s)$  e  $(x,y)$  estão ligadas através de uma matriz de rotação

$$\begin{bmatrix} t \\ s \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \theta & \text{sen } \theta \\ -\text{sen } \theta & \cos \theta \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} x \\ y \end{bmatrix} \quad (\text{A.10})$$

ou seja, qualquer ponto  $(x,y)$  de  $f(\cdot,\cdot)$  possui coordenadas  $(t,s)$  calculadas por meio da matriz de rotação acima. Rescrevendo a equação do raio-soma em função das novas variáveis  $t$  e  $s$  temos que

$$P_\theta(t) = \int_{-\infty}^{\infty} f(t,s) ds \quad (\text{A.11})$$

e a transformada de Fourier da projeção é

$$S_\theta(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} P_\theta(t) e^{-j2\pi\omega t} dt = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(t,s) ds e^{-j2\pi\omega t} dt \quad (\text{A.12})$$

Retornando para o sistema de coordenadas de  $x$  e  $y$  e substituindo  $t$  por  $x\cos\theta + y\text{sen}\theta$ , conclui-se que

$$\begin{aligned} S_\theta(\omega) &= \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x,y) e^{-j2\pi\omega(x\cos\theta + y\text{sen}\theta)} dx dy \\ &= F(u,v) \text{ para } u = \omega\cos\theta, v = \omega\text{sen}\theta \\ &= F(\omega,\theta) \end{aligned} \quad (\text{A.13})$$

Por fim, se as informações de cada projeção  $P_\theta(t)$  estão disponíveis, pode-se

calcular sua transformada  $S_0(\omega)$  que, como deduzido acima, equivale à transformada  $F(\omega, \theta)$ . Como  $F(\omega, \theta)$  e  $F(u, v)$  são equivalentes, calcula-se a função  $f(x, y)$  original através de uma simples transformação inversa.

$$f(x, y) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} F(u, v) e^{j2\pi(ux+vy)} dudv \quad (\text{A.14})$$

Voltando mais uma vez ao problema da determinação dos coeficientes de atenuação, se além de se transladar o corpo de prova, ele for o girado de um passo angular  $\Delta\theta$  ao final de cada uma das translações, formam-se as projeções  $P_{i\Delta\theta}(t)$  necessárias para se reconstruir a informação original do corpo de prova.

Um fato interessante deve ser notado quando se reconstruiu a função  $f(x, y)$ : como os raios-soma de cada projeção são paralelos, ao comparar-se as projeções de um ângulo  $\theta$  e  $\theta+180^\circ$ , percebe-se que estas projeções possuem os mesmos valores porém em ordem inversa. Isto significa que não há necessidade de se utilizar todas as projeções ao longo dos  $360^\circ$  em torno do corpo de prova, mas somente metade delas. Isso pode ser visto nas equações abaixo.

$$\begin{aligned} f(x, y) &= \int_0^{2\pi} \int_0^\infty F(\omega, \theta) e^{j2\pi\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)} \omega d\omega d\theta \\ &= \int_0^\pi \int_0^\infty F(\omega, \theta) e^{j2\pi\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)} \omega d\omega d\theta \\ &\quad + \int_0^\pi \int_0^\infty F(\omega, \theta + \pi) e^{j2\pi\omega(x \cos(\theta+\pi) + y \sin(\theta+\pi))} \omega d\omega d\theta \end{aligned} \quad (\text{A.15})$$

$$F(\omega, \theta + \pi) = F(-\omega, \theta) \quad (\text{A.16})$$

Uma vez estabelecida a necessidade de se usar somente as projeções contidas entre 0 e  $\pi$ , pode-se partir para a equação de reconstrução propriamente dita. Uma vez que  $F(\omega, \theta)$  é igual a  $S_0(\omega)$ , substitui-se a primeiro pela segunda na equação da transformada inversa.

$$\begin{aligned}
f(x, y) &= \int_0^\pi \left[ \int_{-\infty}^{\infty} F(\omega, \theta) |\omega| e^{j2\pi\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)} d\omega \right] d\theta \\
&= \int_0^\pi \left[ \int_{-\infty}^{\infty} S_\theta(\omega) |\omega| e^{j2\pi\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)} d\omega \right] d\theta
\end{aligned} \tag{A.17}$$

Deve-se lembrar sempre que o “filtro”  $|\omega|$  surgiu devido a mudança do sistema de coordenadas (de coordenadas retangulares para polares).

O termo entre colchetes deve ser interpretado como a transformada inversa do produto de dois espectros de frequência, um espectro correspondendo a transformada da projeção  $P_\theta(t) - S_\theta(\omega)$  – e outro correspondendo ao espectro do filtro  $|\omega|$ . O inverso do produto de dois espectros é igual à convolução entre as respectivas inversas. Esta propriedade será usada na implementação do algoritmo de reconstrução 2D-feixe paralelo.

Desta forma, nomeando a inversa do produto dos espectros de  $Q_\theta(t)$ , chega-se a uma forma compacta da equação de reconstrução

$$Q_\theta(t) = \int_{-\infty}^{\infty} S_\theta(\omega) |\omega| e^{j2\pi\omega t} d\omega \quad t = x \cos \theta + y \sin \theta \tag{A.18}$$

$$f(x, y) = \int_0^\pi Q_\theta(x \cos \theta + y \sin \theta) d\theta \tag{A.19}$$

Esta forma de representação possui uma vantagem pois indica quais passos e em que ordem elas devem ser realizados para que a implementação do processo de reconstrução seja factível.

Por fim, como os computadores trabalham com funções e representações discretas, é necessário substituir as integrais por somatórios, limitar os espectros em frequência e interpolar valores, e tudo isso irá introduzir erros na reconstrução da função  $f(x, y)$ .

Como mencionado, a implementação do algoritmo de reconstrução tirará proveito do fato da inversa do produto na frequência ser convolução entre as inversas de cada um dos espectros. Seja então  $H(\omega)$  o espectro  $|\omega|$ .

$$Q_0(t) = \int_{-\infty}^{\infty} S_0(\omega)H(\omega)e^{j2\pi\omega t} d\omega \quad (\text{A.20})$$

Um primeiro problema é limitarmos a banda de  $|\omega|$ . Isto pode ser realizado multiplicando-se o espectro  $|\omega|$  por uma “janela” (função “box”)  $b_\Omega(\omega)$  de largura bem definida  $\Omega$ .

$$\Omega = \frac{1}{2\tau} \text{ ciclos / cm} \quad (\text{A.21})$$

$$H(\omega) = |\omega|b_\Omega(\omega) \therefore b_\Omega(\omega) = \begin{cases} 1, & |\omega| \leq \Omega \\ 0, & \text{caso contrário} \end{cases} \quad (\text{A.22})$$

A inversa de  $H(\omega)$  é uma série cujos termos são potências da função  $\text{sinc}(t)$ . Truncando esta série em seus dois primeiros termos, a transformada inversa de  $H(\omega)$ ,  $h(t)$  será

$$\begin{aligned} h(t) &= \int_{-\infty}^{\infty} H(\omega)e^{j2\pi\omega t} d\omega \\ &= \frac{1}{2\tau^2} \frac{\text{sen } 2\pi t/2\tau}{2\pi t/2\tau} - \frac{1}{4\tau^2} \left( \frac{\text{sen } \pi t/2\tau}{\pi t/2\tau} \right)^2 \end{aligned} \quad (\text{A.23})$$

É necessário discretizar-se os valores de  $t$ . Se os valores de  $t$  forem múltiplos inteiros de  $\tau$ , então a função  $h(t)$  para  $t = n\tau$  será

$$h(n\tau) = \begin{cases} 1/4\tau^2, & n = 0 \\ 0, & n \text{ par} \\ -1/n^2\pi^2\tau^2, & n \text{ ímpar} \end{cases} \quad (\text{A.24})$$

O próximo passo é discretizar a função  $Q_0(t)$  rescrita na forma de convolução, substituindo-se as variáveis  $t$  e  $t'$  por  $n\tau$  e  $k\tau$ , e a integral pelo somatório. Na expressão

discreta (com somatório), o diferencial integral  $dt'$  é trocado por  $\tau$ .

$$Q_{\theta}(t) = \int P_{\theta}(t')h(t-t')dt' \Rightarrow Q_{\theta}(n\tau) = \tau \sum_{k=-\infty}^{\infty} P_{\theta}(k\tau)h(n\tau - k\tau) \quad (\text{A.25})$$

Por fim, limita-se o intervalo sobre o qual se operará o somatório, isto é, o índice  $k$  deixa de assumir valores infinitos para assumir uma faixa de valores.

$$Q_{\theta}(n\tau) = \tau \sum_{k=0}^{N-1} P_{\theta}(k\tau)h(n\tau - k\tau) = \tau \sum_{k=0}^{N-1} h(k\tau)P_{\theta}(n\tau - k\tau), n = 0, \dots, N-1 \quad (\text{A.26})$$

Estas são as equações utilizadas na implementação do algoritmo de reconstrução. O algoritmo final torna-se portanto:

- Convoluir todas as projeções com o filtro  $h(t)$ .

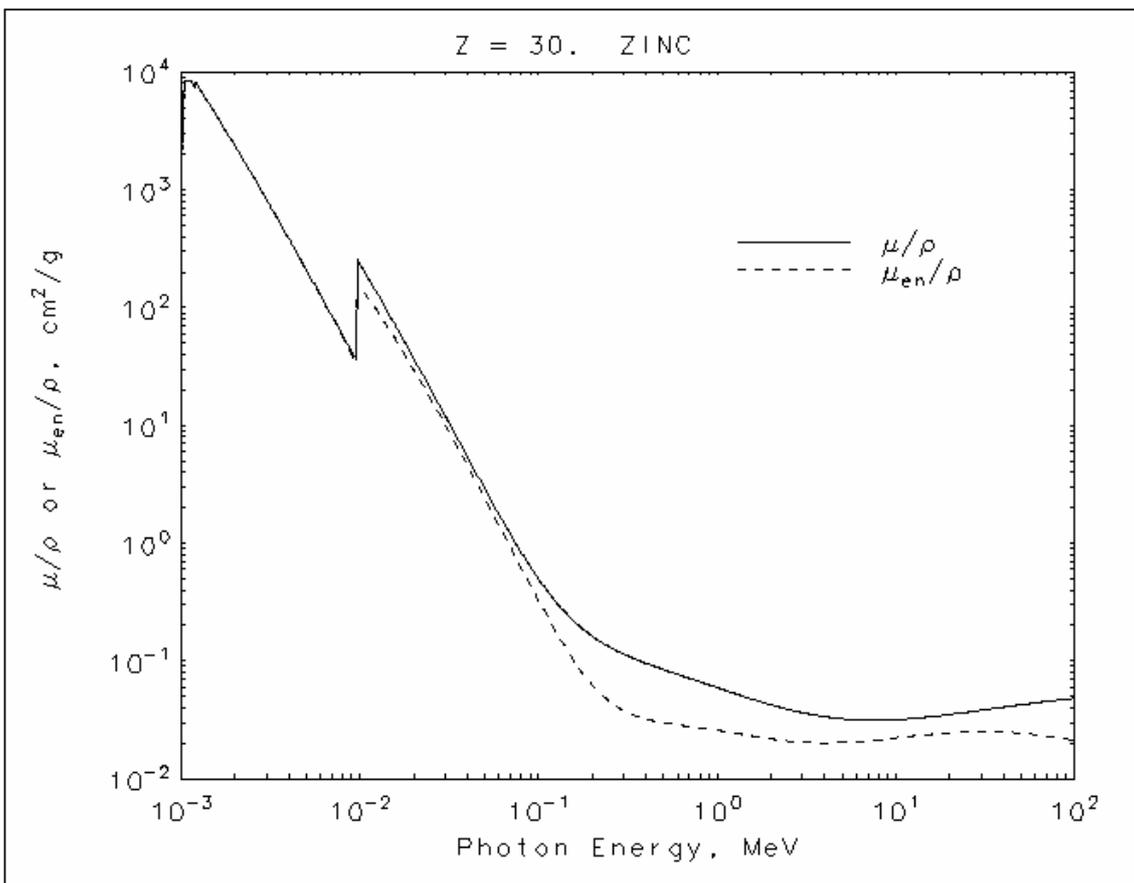
$$Q_{\theta}(n\tau) = \tau \sum_{k=0}^{N-1} P_{\theta}(k\tau)h(n\tau - k\tau) \quad (\text{A.27})$$

- Retroprojetar os valores das projeções filtradas que estejam sobre a reta  $a$ .

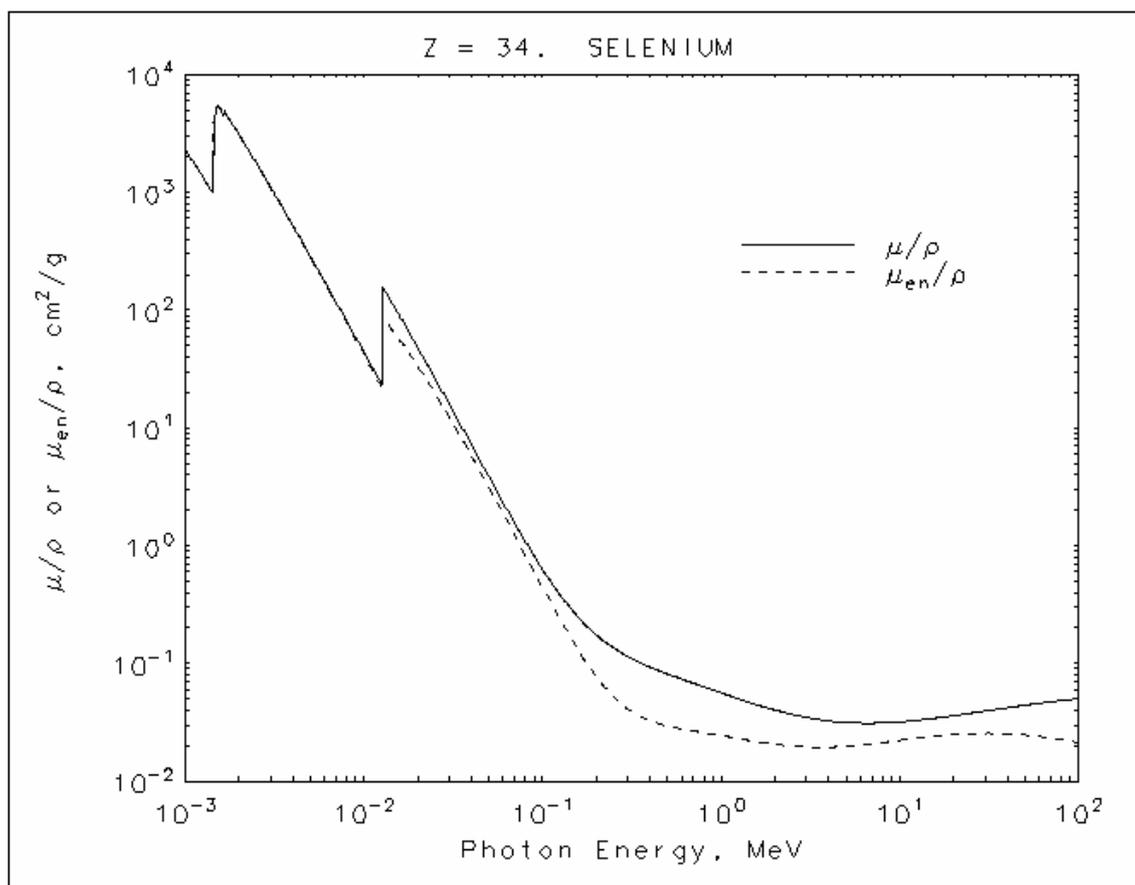
$$f(i\Delta x, j\Delta y) = \Delta\theta \sum_{l=0}^{L-1} Q_{l\Delta\theta}(a) \text{ onde } a = i\Delta x \cos(l\Delta\theta) + j\Delta y \sin(l\Delta\theta) \quad (\text{A.28})$$

## B Coeficientes de atenuação em massa para o selênio e zinco

Nas figuras B.1 e B.2 são apresentados os gráficos de coeficientes de atenuação em massa ( $\mu/\rho$ ) e coeficientes de absorção em massa ( $\mu_{en}/\rho$ ) para a faixa de energia de 1keV a 100 MeV para o zinco e o selênio, respectivamente. Onde  $\mu$  é o coeficiente de atenuação linear,  $\mu_{en}$  é o coeficiente de absorção linear e  $\rho$  é a densidade do material.



**Figura B.2** - Gráfico dos coeficientes de atenuação em massa ( $\mu/\rho$ ) e coeficientes de absorção em massa ( $\mu_{en}/\rho$ ) para a faixa de energia de 1keV a 100 MeV para o zinco (NIST, 2006).



**Figura B.1** - Gráfico dos coeficientes de atenuação em massa ( $\mu/\rho$ ) e coeficientes de absorção em massa ( $\mu_{en}/\rho$ ) para a faixa de energia de 1keV a 100 MeV para o selênio (NIST, 2006).