

**CARACTERIZAÇÃO DO FÓSFORO TERMOLUMINESCENTE
MgB₄O₇:Dy PARA APLICAÇÃO NA DETECÇÃO
DE NÊUTRONS TÉRMICOS**

ADEMAR JOSÉ POTIENS JÚNIOR

Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do grau
de Mestre em Tecnologia Nuclear.

Orientadora: Dra. Leticia Lucente Campos Rodrigues

São Paulo

1992

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

CARACTERIZAÇÃO DO FÓSFORO TERNOLUMINESCENTE $MgB_4O_7:Dy$
PARA APLICAÇÃO NA DETECÇÃO DE NÊUTRONS TÉRMICOS

ADEMAR JOSÉ POTIENS JÚNIOR



Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do grau de
Mestre em Tecnologia Nuclear.

Orientadora : Dra. Leticia Lucente Campos Rodrigues

SÃO PAULO

1992

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR/SP - IPEN

Aos meus pais, pelo apoio,
incentivo e carinho.

Agradecimentos

À Dra. Leticia Lucente Campos Rodrigues, pela orientação, apoio e confiança demonstrados durante o desenvolvimento deste trabalho;

Ao Dr. Laércio A. Vinhas, pela orientação inicial;

Ao Dr. Goro Hiromoto, pelas sugestões iniciais;

Ao Dr. Alberto Saburo Todo, pelas sugestões, discussões, incentivo e amizade;

À Dra. Linda V. E. Caldas, pela confiança e oportunidade oferecidas;

Aos colegas do Laboratório de Metrologia Nuclear do IPEN, pelas medidas de taxa de fluência e discussões;

Ao colega Luciano Fratin, pela oportunidade de utilização do sistema de irradiação e valiosas discussões;

Ao colega Wagner Nieto, pelo fornecimento da folha de chumbo;

À colega Nora Lia Maidana, pela utilização do computador pessoal no momento da impressão deste trabalho, instruções do software escolhido e amizade;

Aos colegas Vanderlei I. Souto e Maria de Lourdes do Nascimento, pela prensagem do material termoluminescente e amizade demonstrada;

Aos meus irmãos e família pelo apoio, carinho, incentivo e compreensão dedicados durante a realização deste trabalho;

À Maria da Penha P. Albuquerque e família pelo constante apoio e carinho dedicados;

À colega Tereza M. S. Vasconcelos, pela amizade demonstrada;

A todos os amigos do NPI que de alguma forma colaboraram na realização deste trabalho;

Ao Instituto de Física da Universidade de São Paulo, na pessoa da Dra. Marília Teixeira da Cruz, pela oportunidade do uso do Laboratório de Nêutrons;

À Comissão Nacional de Energia Nuclear pelo suporte financeiro;

Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, na pessoa do Superintendente Dr. Spero Penha Morato, pela possibilidade oferecida de realização deste trabalho;

A todos que direta ou indiretamente colaboraram na execução deste trabalho.

**CHARACTERIZATION OF $MgB_4O_7:Dy$ THERMOLUMINESCENT PHOSPHOR FOR
APPLICATION IN THERMAL NEUTRON DETECTION**

Ademar José Potiens Júnior

ABSTRACT

Some parameters related to the production of Magnesium Borate doped with Dysprosium ($MgB_4O_7:Dy$) were studied, in order to increase the phosphor thermoluminescence sensitivity and verify its characteristics for thermal neutron detection. This phosphor was chosen due to the presence of boron (B). The isotope ^{10}B (isotopic abundance of 19,8 %) has a thermal neutron cross section of 3837 barns for the $^{10}B(n,\alpha)^7Li$ reaction. The irradiation set up consists of an ^{241}Am -Be neutron source surrounded by a lead filter for shielding against the low energy gamma rays, and a paraffin block for neutron moderation. The results obtained show the utilization feasibility of this material in neutron personal monitoring, taking into account its low production cost, adequate sensitivity, linear response within the dose range used in personal monitoring and low TL response fading.

ÍNDICE

1 - INTRODUÇÃO	01
1.1 - Objetivos da Proteção Radiológica	01
1.2 - Monitoração Individual	01
1.3 - Tipos de Dosímetros para Nêutrons em Uso ...	03
1.4 - Objetivos do Trabalho	04
2 - TERMOLUMINESCÊNCIA	05
2.1 - Descrição do Fenômeno	05
2.2 - Modelo Simples da Termoluminescência	05
2.3 - Propriedades da Termoluminescência	08
2.3.1 - Curva de Emissão	08
2.3.2 - Espectro de Emissão	08
2.3.3 - Curva de Resposta à Radiação	09
2.3.4 - Sensibilidade	09
2.3.5 - Estabilidade	10
2.3.6 - Dependência Energética	10
2.3.7 - Sensibilização	11
2.3.8 - Tratamentos Térmicos	11
2.3.9 - Reprodutibilidade e Reutilização ...	12
3 - INTERAÇÃO DOS NÊUTRONS COM A MATÉRIA	13
3.1 - Secção de Choque	13
3.2 - Reações com Nêutrons	14

3.3	- Dependência da Secção de Choque com a Energia dos Nêutrons e Número Atômico do Núcleo Alvo	16
3.3.1	- Intervalo de Energia	16
3.3.2	- Distinção entre Núcleos	18
4	- MATERIAIS E MÉTODOS	20
4.1	- Materiais Utilizados	20
4.2	- Interação dos Nêutrons Térmicos com Elementos do Dosímetro	22
4.3	- Produção do $MgB_4O_7:Dy$	26
4.3.1	- Reação	26
4.3.2	- Secagem e Fusão	27
4.3.3	- Trituração e Homogeneização	28
4.3.4	- Tratamento Térmico de Sensibilização	30
4.4	- Produção das Pastilhas de $MgB_4O_7:Dy$	31
4.4.1	- Prensagem	31
4.4.2	- Sinterização das Pastilhas	32
4.5	- Mistura com Teflon	32
4.6	- Tratamento Térmico para Reutilização	33
4.7	- Sistema de Irradiação Gama	34
4.8	- Sistema de Irradiação com Nêutrons	36
4.9	- Sistema de Irradiação com Raios-X	39
4.10	- Leitura Termoluminescente	40
4.11	- Pastilhas com Boro Enriquecido em ^{10}B	40
4.12	- Medida da Taxa de Fluência de Nêutrons Térmicos nos Locais de Irradiação	41

5 - RESULTADOS E DISCUSSÕES	43
5.1 - Resposta TL à Radiação Gama	43
5.1.1 - Curva de Emissão	43
5.1.2 - Resposta TL em Função da Concentração do Solvente	45
5.1.3 - Reprodutibilidade TL de Pastilhas Puras de $MgB_4O_7:Dy$	46
5.1.4 - Resposta TL em Função do Tamanho dos Grãos	46
5.1.5 - Lavagem do Pó de $MgB_4O_7:Dy$	47
5.1.6 - Resposta TL em Função da Porcentagem de Teflon	48
5.1.7 - Curva de Dependência Energética	48
5.1.8 - Curva de Resposta TL em Função da Exposição	49
5.1.9 - Curva de Decaimento Térmico	55
5.1.10 - Exposição Mínima Detectável	55
5.2 - Resposta TL à Radiação de Nêutrons	59
5.2.1 - Taxa de Fluência de Nêutrons Térmicos	59
5.2.2 - Curva de Emissão	60
5.2.3 - Resposta TL em Função do Tamanho dos Grãos	60
5.2.4 - Resposta TL em Função da Porcentagem de Teflon	64
5.2.5 - Curva de Resposta TL em Função da Fluência de Nêutrons Térmicos	66
5.2.6 - Curva de Decaimento Térmico	69

5.2.7 - Reprodutibilidade da Resposta TL em Função do Tratamento Térmico	71
5.2.8 - Pastilhas Contendo Boro Enriquecido em ¹⁰ B	73
5.2.9 - Exemplo de Aplicação Prática	74
6 - CONCLUSÕES	77
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	78

1. INTRODUÇÃO

1.1 Objetivos da Proteção Radiológica

No campo da energia nuclear, como em muitos outros, as atividades humanas são sempre precedidas de uma planificação dos procedimentos a serem seguidos no sentido de evitar ou minimizar os danos que possam ocorrer diretamente ao indivíduo ou à sua espécie, ou ainda, indiretamente na inter-relação homem e meio ambiente. Portanto, o objetivo fundamental da Radioproteção é reduzir ao mínimo a exposição do homem às radiações ionizantes, objetivando a sua proteção, a de seus descendentes e a da espécie humana como um todo contra os efeitos nocivos daquelas radiações, permitindo ao mesmo tempo o desenvolvimento seguro de atividades necessárias que possam resultar em exposição⁽¹²⁾.

1.2 Monitoração Individual

A monitoração individual se constitui numa parte importante de qualquer programa de proteção radiológica e serve, como tal, como um meio para se alcançar e manter, nos locais de trabalho, condições radiológicas satisfatórias e seguras.

O principal propósito da monitoração individual é

obter uma estimativa da dose equivalente média. Esta informação é útil na limitação das doses individuais de trabalhadores e em demonstrar a eficácia do sistema de radioproteção no local de trabalho.

A monitoração individual pode ser externa e interna, dependendo do risco envolvido: exposição à radiação e contaminação. A monitoração individual externa é feita através do uso de dosímetros pessoais adequados para cada tipo de radiação (gama, raios-X, nêutrons, beta) e a monitoração interna pode ser feita através da análise de excreta e pela monitoração no contador de corpo inteiro.

Com o progressivo aumento de instalações nucleares e a utilização cada vez maior da radiação de nêutrons em tratamentos radioterápicos, o interesse pela dosimetria pessoal de nêutrons tem aumentado em todo o mundo.

Uma das necessidades encontrada na área é a de desenvolver um detector que possa ser utilizado junto ao corpo do trabalhador e que seja de pequeno porte.

Por outro lado, os nêutrons por serem partículas não carregadas são de difícil detecção, pois não causam ionização direta como as partículas carregadas. A ionização é causada de maneira indireta via interações nucleares com outros núcleos.

Sabe-se que em todo campo de radiação de nêutrons há

a presença da radiação eletromagnética. Desta forma presume-se que a grande dificuldade é a discriminação da componente da radiação gama, para se obter uma avaliação separada da radiação de nêutrons. Outro grande obstáculo na dosimetria de nêutrons, sob o ponto de vista da Proteção Radiológica é a ampla faixa de energia (10^{-2} - 10^7 eV)⁽¹⁸⁾ a que pertencem os nêutrons de interesse, sugerindo o uso combinado de diferentes tipos de dosímetros. Uma solução possível pode ser o uso da dosimetria de albedo e de detectores que detectam nêutrons a partir de um certo limiar.

1.3 Tipos de Dosímetros para Nêutrons em Uso

Existem diversos tipos de dosímetros em uso, baseados em diferentes técnicas de detecção de nêutrons, como os filmes fotográficos, as emulsões nucleares, as câmaras de bolhas superaquecidas, os dosímetros termoluminescentes e outros^(2,9,35).

Nos últimos anos, muitos pesquisadores têm trabalhado no desenvolvimento de dosímetros termoluminescentes (TLD) por apresentarem vantagens, tais como⁽²⁶⁾:

- Tamanho reduzido;
- Sistema de leitura simples e rápido;
- Produção relativamente simples e de baixo custo;
- Possibilidade de utilizá-lo várias vezes sem comprometer

o resultado.

1.4 Objetivos do Trabalho

Este trabalho faz parte da pesquisa de novos materiais TL para uso em monitoração de nêutrons.

O objetivo é caracterizar o material termoluminescente Tetraborato de Magnésio Dopado com Disprósio ($\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$) para a detecção de nêutrons térmicos. A detecção é possível através da reação $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$ onde o isótopo ^{10}B possui alta secção de choque para nêutrons térmicos.

Para que se possa avaliar a resposta TL desse material devida a nêutrons, será preciso utilizar um outro material, insensível a nêutrons térmicos, que possibilite discriminar a componente gama usualmente presente num campo neutrônico. Será usado para este fim o material termoluminescente Sulfato de Cálcio Dopado com Disprósio ($\text{CaSO}_4:\text{Dy}$) utilizado em monitoração da radiação gama no IPEN.

2. TERMOLUMINESCÊNCIA

2.1 Descrição do Fenômeno

A termoluminescência caracteriza-se pela emissão de luz termicamente estimulada, consequência da remoção de cargas previamente armazenadas num material por agentes externos, entre eles as radiações ionizantes^{*(19)}.

Um dosímetro termoluminescente é qualquer material que apresente a termoluminescência como o parâmetro mensurável que varia com a dose absorvida^{**}. Os materiais TLs utilizados em dosímetros são chamados fósforos termoluminescentes⁽²²⁾.

2.2 Modelo simples da Termoluminescência

Na rede de um cristal inorgânico, um elétron fica submetido a um potencial periódico que de acordo com a mecânica quântica leva ao conceito de bandas de energia permitida e

* Radiações Ionizantes consistem de partículas carregadas (ex: elétrons, pósitrons, prótons ou outros íons pesados) e ou partículas não carregadas (ex: fótons ou nêutrons) capazes de causar ionização num material por processos primários ou secundários, transferindo energia para o mesmo.

** Dose Absorvida, D, é o quociente de dE por dm, onde dE é a energia média cedida pela radiação ionizante ao elemento de massa dm do meio. Sua unidade é o $J.kg^{-1}$ que corresponde a 1 Gray (Gy). A unidade especial para Dose Absorvida é o rad, onde 1 Gy equivale a 100 rad.

proibida⁽¹⁾. A banda permitida se divide em banda de valência, repleta de elétrons e em banda de condução, vazia, separadas por um intervalo de energia chamado banda proibida. A presença de uma impureza cria defeitos na rede do cristal, aparecendo como níveis metaestáveis discretos de energia na banda proibida. Esses níveis são denominados armadilhas⁽¹⁹⁾.

A interação da radiação ionizante com o fósforo resulta na transferência de energia suficiente aos elétrons da banda de valência, para levá-los à banda de condução, deixando lacunas (buracos) na banda de valência⁽³⁾. Os elétrons e as lacunas estão livres para vaguar independentemente através de suas respectivas bandas até se recombinarem, ou serem capturados pelas armadilhas.

Quando o cristal é aquecido, pode-se fornecer energia suficiente ao elétron para desarmadilhá-lo, e uma vez livre ele pode vaguar novamente pelo cristal até ser recapturado ou recombinar-se com uma lacuna. Quando o processo de recombinação for acompanhado pela liberação de energia na forma de luz, obtém-se a termoluminescência.

A representação da termoluminescência como descrita está apresentada na figura 2.1.

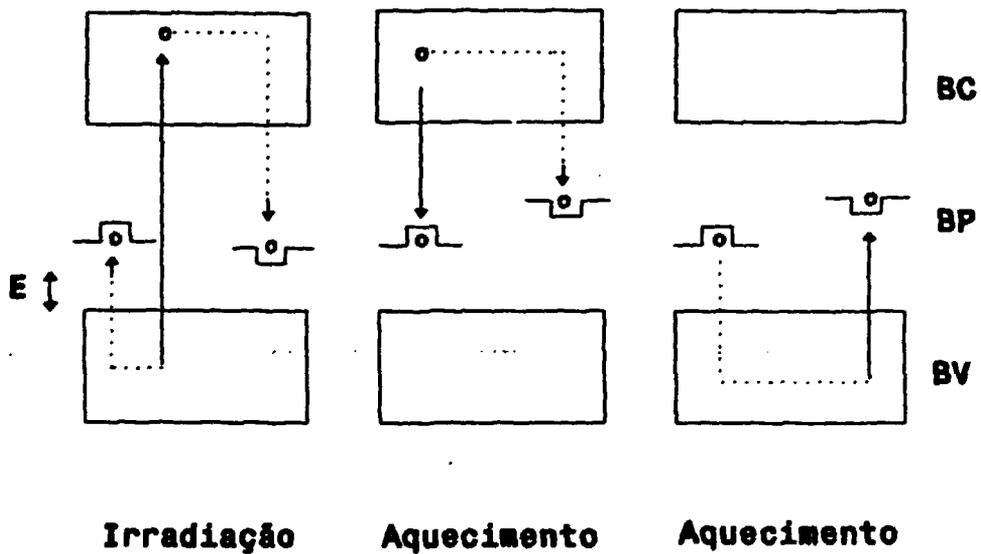


Figura 2.1 - Representação do fenômeno da termoluminescência (TL) segundo o modelo de bandas de energia num cristal. Aqui BC, BV e BP referem-se à bandas de condução, de valência e proibida, respectivamente e E à profundidade das armadilhas⁽²⁸⁾.

2.3 Propriedades da Termoluminescência

2.3.1 Curva de Emissão

É o registro da intensidade de luz emitida pelo fósforo TL em função da temperatura ou do tempo de aquecimento. O formato da curva depende da taxa de aquecimento empregada e do fósforo em si. A curva de emissão caracteriza-se pelo aparecimento de picos de emissão. Há duas maneiras de se determinar a resposta TL através da curva de emissão: medindo-se a área total sob a curva ou a altura de um dos picos, chamado pico dosimétrico.

2.3.2 Espectro de Emissão

É o registro da intensidade de luz emitida pelo fósforo TL em função do comprimento de onda dessa luz. Assim, como a curva de emissão, o espectro de emissão também se caracteriza pelo aparecimento de picos, relacionados com a natureza do próprio fenômeno e substâncias componentes do fósforo, principalmente o(s) dopante(s).

2.3.3 Curva de Resposta à Radiação

A curva de resposta TL em função da dose absorvida ou exposição^{*} caracteriza-se por uma região de crescimento que pode ser linear, sublinear ou supralinear. O ideal seria que essa curva fosse linear no intervalo de dose utilizado para as diversas aplicações em dosimetria e monitoração, simplificando a calibração e o uso.

Para doses acima de um certo limite a resposta TL não mais se altera, caracterizando uma região de saturação. Quando o fósforo é submetido à doses muito altas pode sofrer danos irreversíveis causando diminuição da resposta TL.

2.3.4 Sensibilidade

A sensibilidade TL de um fósforo pode ser definida como a quantidade de luz emitida por unidade de dose absorvida ou exposição.

^{*}Exposição, X, é o quociente de dQ por dm onde dQ é o valor absoluto da carga total de íons de mesmo sinal produzidos no ar quando todos os elétrons (e pósitrons) liberados por fótons no elemento de massa dm, do ar são completamente parados no ar. Sua unidade é o C.kg⁻¹ e sua unidade especial é o Roentgen (R), que equivale a $2,58 \times 10^{-4}$ C.kg⁻¹ (exatamente). A grandeza exposição só é definida para fótons.

2.3.5 Estabilidade

A estabilidade TL de um fósforo caracteriza-se pela diminuição ou não da resposta TL entre a irradiação e a leitura. Essa diminuição ocorre nos picos que se encontram a baixas temperaturas. A diminuição pode ser causada pelo armazenamento do fósforo em locais expostos à luz ou simplesmente por aquecimentos indesejáveis. Para se manter a estabilidade do fósforo é conveniente submetê-lo a tratamento térmico adequado após a irradiação para eliminar picos de baixa temperatura.

2.3.6 Dependência Energética

A curva de resposta TL por unidade de exposição ou dose absorvida em função da energia da radiação X e γ é conhecida como Curva de Dependência Energética.

O processo de absorção fotoelétrica é geralmente o processo predominante para fótons de energias baixas, abaixo de 100 keV. Essa interação é fortemente dependente do número atômico do meio, variando com Z^4 .

É definido para substâncias compostas um número atômico efetivo⁽¹⁶⁾. Conseqüentemente, fósforos TL com diferentes números atômicos efetivos respondem diferentemente a fótons de

baixa energia. A resposta energética de um fósforo a uma energia particular pode ser definida como a resposta a uma energia de referência (geralmente 1 a 3 MeV) onde o processo de absorção fotoelétrica é inoperante.

2.3.7 Sensibilização

Obtém-se um aumento na sensibilidade TL do fósforo através de tratamentos térmicos adequados ou submetendo-o a uma dose elevada, seguido de tratamento térmico conveniente.

2.3.8 Tratamentos Térmicos

Os tratamentos térmicos são diferenciados por serem realizados antes ou depois da irradiação do fósforo TL. Com a finalidade de reutilizá-lo, o fósforo deve ser tratado termicamente antes da irradiação sob condições especiais de tempo e temperatura. Deve-se levar em consideração que tratamentos térmicos inadequados podem causar danos irreversíveis à sensibilidade de um fósforo.

2.3.9 Reprodutibilidade e Reutilização

Se a curva de resposta TL de um fósforo em função da exposição ou dose absorvida for reprodutível, o material pode ser reutilizado após passar por tratamento térmico adequado. Este tratamento tem por objetivo a eliminação da TL anteriormente induzida.

3. INTERAÇÃO DOS NÊUTRONS COM A MATÉRIA

3.1 Secção de Choque

As interações conhecidas de nêutrons com a matéria são expressas quantitativamente em termos de secção de choque para as várias interações, sendo a secção de choque fortemente dependente da energia dos nêutrons incidentes.

Ao analisar o comprimento de onda de de Broglie, verifica-se que para nêutrons de energias altas, portanto de comprimentos de onda pequenos, predomina o caráter de partícula. Então, pode-se visualizar geometricamente a secção de choque como uma área alvo apresentada por um núcleo ao nêutron que se aproxima. Para nêutrons de energias baixas, portanto de comprimentos de onda grandes, predomina o caráter ondulatório e a interação passa a ocorrer com um conjunto de núcleos^(4,20,21).

O número de interações por unidade de tempo, r , quando n nêutrons por unidade de volume movem-se com velocidade V em direção a N núcleos alvo é dado por⁽²⁰⁾:

$$r = \sigma \cdot n \cdot V \cdot N$$

onde $n \cdot V$ é a densidade de fluxo de nêutrons e σ a secção de choque.

A unidade de medida da secção de choque é o barn (1 barn = 10^{-24} cm²).

3.2 Reações com Nêutrons

De uma maneira diferente das partículas carregadas que causam ionização direta, ou dos fótons que causam ionização por processos secundários (Efeito Fotoelétrico, Efeito Compton e Produção de Pares), os nêutrons o fazem através de reações com os núcleos dos elementos. Na reação, a captura de um nêutron corresponde um excesso de energia igual à soma das energias cinética e de ligação do nêutron capturado, constituindo um núcleo excitado composto^(4,10,20,21).

A cada um desses estados compostos que são níveis discretos de energia, está associado uma largura de energia^(4,20,21) Γ , relacionada com seu tempo de vida, τ , pelo princípio da incerteza de Heisenberg, de acordo com a expressão:

$$\Gamma = \tau \cdot \hbar$$

onde \hbar é a constante de Planck, h , dividida por 2π .

O inverso do tempo de vida fornece a probabilidade de transição do estado composto.

O decaimento de um núcleo composto pode se dar de diversas maneiras:

1. Quando um raio γ é emitido, a reação é dita de captura radiativa ou (n,γ) . Em geral o núcleo resultante é instável, emitindo radiação β .

2. Quando um nêutron é emitido com a mesma energia do nêutron incidente, o processo é chamado espalhamento elástico ou reação (n,n) .

3. Quando um nêutron é emitido com energia menor que a do nêutron incidente, então há espalhamento inelástico ou reação (n,n') . O núcleo residual permanece excitado com subsequente decaimento por emissão de radiação γ .

4. Para energias de excitação suficientemente altas, o núcleo composto emite partículas carregadas ou mais de um nêutron. Estas são as reações do tipo (n,α) , (n,p) , (n,t) , (n,np) , $(n,2n)$.

5. Quando o núcleo alvo é pesado pode ocorrer o fenômeno da fissão nuclear.

3.3 Dependência da Secção de Choque com a Energia dos Nêutrons e Número Atômico do Núcleo Alvo

Em consequência da forte dependência da secção de choque com a energia dos nêutrons, é conveniente classificá-los quanto a: intervalo de energia e número de massa do núcleo alvo.

3.3.1 Intervalo de Energia

1. Nêutrons Térmicos

São nêutrons que estão em equilíbrio térmico com o meio em que se encontram e obedecem a distribuição de energia de Maxwell⁽²⁴⁾.

$$dn = n(E) \cdot dE = \frac{2 \cdot \pi \cdot n}{(\pi \cdot k \cdot T)^{3/2}} \cdot e^{-E/kT} \cdot E^{1/2} \cdot dE$$

onde dn é o número de nêutrons por unidade de volume com energia E , entre E e $E+dE$, k é a constante de Boltzmann, T a temperatura absoluta (K) e n a densidade total de nêutrons.

Nessa distribuição a velocidade mais provável de um nêutron a 20 °C é 2200 m/s, correspondente à energia de

0,025 eV. Todos os nêutrons com energias menores que 0,5 eV são considerados nêutrons térmicos⁽³⁷⁾.

Uma das formas mais importantes de interação dos nêutrons térmicos com a matéria é a captura radiativa, embora ocorram outras reações muito importantes empregadas na detecção de nêutrons, como $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$ utilizada neste trabalho.

2. Nêutrons Intermediários

Essa classificação se refere a nêutrons com energia maior que 0,5 eV e menor que 10 keV. Nêutrons de energias intermediárias são geralmente obtidos pela moderação de nêutrons rápidos, por colisões elásticas num meio moderador⁽³⁷⁾. Nessa região a distribuição da densidade do fluxo de nêutrons é inversamente proporcional à energia, ou seja, apresenta um espectro $dE/E^{(21)}$. Entretanto, na região abaixo de 100 eV a secção de choque exibe picos de ressonância e por esta razão também se emprega o termo nêutrons de ressonância.

Para nêutrons intermediários também ocorrem reações de captura radiativa e espalhamento inelástico.

3. Nêutrons Rápidos

Foi considerada a energia de 10 keV para distinguir os nêutrons intermediários dos nêutrons rápidos porque para energias menores, os prótons de recuo gerados por colisões de nêutrons com átomos de hidrogênio no tecido humano não têm velocidade suficiente para ionizar a matéria⁽³⁷⁾. No tecido humano a interação predominante é o espalhamento elástico no intervalo de energia entre 10 keV e 10 MeV onde a secção de choque varia lentamente.

Nêutrons com energias superiores a 10 MeV são considerados relativísticos. Suas energias excedem as energias de ligação dos nucleons e reações como fragmentação⁽³⁷⁾ se tornam importantes.

3.3.2 Distinção entre Núcleos

Pode-se distinguir os núcleos considerando o número de nucleons, ou seja, seu número de massa (A). Dessa forma os núcleos se separam em núcleos leves ($A < 25$), intermediários ($25 < A < 80$) e pesados ($A > 80$).

Na faixa de energia de interesse, ou seja, dos nêutrons térmicos (energias menores que 0,5 eV), os tipos de reação que ocorrem são as seguintes:

NÚCLEOS LEVES A < 25	Espalhamento Potencial
NÚCLEOS INTERMEDIÁRIOS 25 < A < 80	Espalhamento Potencial
	Espalhamento de Ressonância
	Captura Radiativa
NÚCLEOS PESADOS A > 80	Captura Radiativa

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais Utilizados

Foram utilizados dois materiais termoluminescentes: o Sulfato de Cálcio dopado com Disprósio ($\text{CaSO}_4:\text{Dy}$) e o Tetraborato de Magnésio dopado com Disprósio ($\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$).

a) Sulfato de Cálcio Dopado com Disprósio

Os dosímetros de $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ são utilizados com sucesso em dosimetria termoluminescente da radiação gama.

Utilizou-se este dosímetro para discriminar a componente gama usualmente presente num campo neutrônico.

O material utilizado é produzido pelo Laboratório de Produção de Materiais Dosimétricos do IPEN, nas formas de pó e pastilhas. Ele já foi exaustivamente estudado para aplicação em dosimetria da radiação X e gama^(6,8).

As principais características das pastilhas de $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ são: $Z_{\text{ef}} = 15,4$, alta sensibilidade, baixo custo, contém 0,1 % em mol de Dy, diâmetro = 6,0 mm, espessura = 0,8 mm, massa = 50 mg.

As pastilhas são obtidas por compactação a frio e posterior sinterização. O agregante utilizado é o teflon na proporção de 2:1 em relação ao $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$.

O tamanho dos cristais de $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ está entre 74 e 174 μm , que resulta em uma granulação ótima para esse tipo de aplicação^(6,8).

O limite inferior de detecção é 1,5 μGy (150 μrad). A resposta TL das pastilhas em função da dose é linear no intervalo de dose entre $1,5 \times 10^{-6}$ a 3×10^1 Gy ($1,5 \times 10^{-4}$ a 3×10^3 rad).

O porta-dosímetros utilizado consta de um estojo plástico, onde são colocadas 4 pastilhas de $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$. Essas quatro pastilhas são posicionadas sob filtros diferentes. Os filtros utilizados no porta-dosímetro têm por finalidade a determinação da energia da radiação gama. Os filtros são:

- Janela aberta;
- 3 mm de plástico (do próprio porta-dosímetro);
- 0,8 mm de chumbo com furo central de 2 mm de diâmetro;
- 1,0 mm de chumbo.

b) Tetraborato de Magnésio Dopado com Disprósio

A escolha desse material se deve ao fato dele apresentar vantagens tais como^(5,7,29,31,32,33):

- Alta sensibilidade;
- Boa reprodutibilidade;
- Não é higroscópico;
- Produção relativamente simples e barata;
- Número atômico próximo ao do tecido;
- Presença do elemento Boro.

O Boro natural tem em sua composição dois isótopos: o Boro-10 (19,8 %) e o Boro-11 (80,2 %). O Boro-11 possui secção de choque desprezível para nêutrons térmicos ($\sigma = 0,0055$ barns), e o Boro-10 possui alta secção de choque para a reação $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$ ($\sigma = 3837$ barns).

O $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ possui um número atômico efetivo aproximadamente igual a 8,4, próximo ao do tecido humano mole⁽³⁰⁾.

4.2 Interação dos Nêutrons Térmicos com Elementos do Dosímetro

É necessário conhecer o tipo de interação dos nêutrons térmicos com os elementos constituintes dos dosímetros

utilizados nesse trabalho.

A tabela 4.1, fornece a secção de choque de absorção e ativação de nêutrons térmicos para os elementos de interesse citados anteriormente. Os dados se referem a nêutrons de velocidade igual a 2200 m/s e a 20 °C, correspondente à energia de 0,0253 eV.

De particular interesse estão as seguintes reações^(4,24):

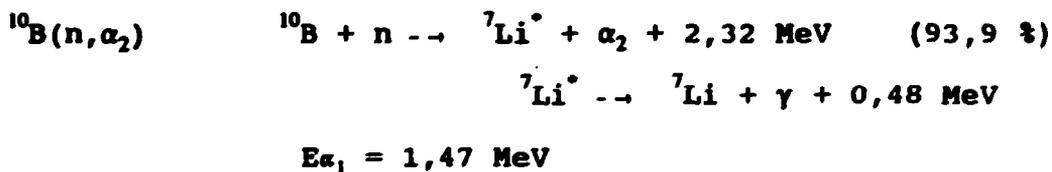


Tabela 4.1 - Valores de secções de choque de absorção para nêutrons térmicos dos núclídeos componentes dos materiais utilizados, adaptado de Gryntakis et al⁽¹⁷⁾.

Núcleo Alvo	Abund. ou meia vida	Meia vida Núcl. A+1	Tipo Reação	Secção de Choque (barns)
⁵ B:nat. ¹⁰ B	19,8 %	0,0203 s	Ativação	0,10 ± 0,09
¹¹ B	80,2 %		Absorção	767 ± 4
			Ativação (n,α)	0,5 ± 0,2 3837 ± 9
				0,0055 ± 0,0033
⁸ O:nat. ¹⁶ O	99,755 %	27,1 s	Ativação	(0,19±0,19)×10 ⁻³
¹⁷ O	0,039 %		Ativação	(0,19±0,02)×10 ⁻³
¹⁸ O	0,205 %		Ativação (n,α)	(0,54±0,07)×10 ⁻³ 0,235 ± 0,010
			Ativação	(0,16±0,01)×10 ⁻³
¹² Mg:nat. ²⁴ Mg	78,99 %	9,46 min 21,1 h	Ativação	0,063 ± 0,005
²⁵ Mg	10,00 %		Ativação	0,051 ± 0,005
²⁶ Mg	11,01 %		Ativação	0,190 ± 0,030
²⁷ Mg	9,46 min		Ativação	0,035 ± 0,002
			Ativação	0,07 ± 0,02
²⁰ Ca:nat. ⁴⁰ Ca	96,4 %	1,3×10 ⁵ a 165 dias 4,54 dias 8,72 dias	Ativação	0,43 ± 0,02
			Ativação (n,α)	0,41 ± 0,02 0,0025 ± 0,0011
⁴¹ Ca	1,3×10 ⁵ a		Ativação	4
⁴² Ca	0,65 %		Ativação	0,630 ± 0,070
⁴³ Ca	0,14 %		Ativação	6,2 ± 0,6
⁴⁴ Ca	2,08 %		Ativação	0,88 ± 0,05
⁴⁵ Ca	165 dias		Ativação	15
⁴⁶ Ca	0,03 %		Ativação	0,74 ± 0,07
⁴⁸ Ca	0,19 %	Ativação	1,09 ± 0,14	

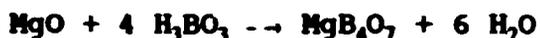
Tabela 4.1 (Continuação).

Núcleo Alvo	Abund. ou meia vida	Meia vida Núcl. A+1	Tipo Reação	Secção de Choque (barns)
$^{16}\text{S}:\text{nat}$			Ativação	$0,52 \pm 0,01$
			Absorção	$0,53 \pm 0,01$
^{32}S	95,0 ‰		(n, α)	$0,008 \pm 0,004$
			(n,p)	$(0,15 \pm 0,08) \times 10^{-4}$
^{33}S	0,75 ‰		Ativação	$0,53 \pm 0,04$
			(n, α)	$0,007 \pm 0,004$
^{34}S	4,2 ‰		Ativação	$0,35 \pm 0,04$
			(n, α)	$0,190 \pm 0,080$
^{36}S	0,015 ‰	5,1 min	(n,p)	$0,002 \pm 0,001$
			Ativação	$0,240 \pm 0,010$
$^{66}\text{Dy}:\text{nat}$			Ativação	1000 ± 40
			Ativação	33 ± 3
^{156}Dy	0,0524 ‰	8,1 h	Ativação	43 ± 6
			Ativação	95 ± 10
^{158}Dy	0,0902 ‰	144 dias	Ativação	510 ± 30
			Ativação	245 ± 40
^{160}Dy	2,294 ‰		Ativação	305 ± 25
			Ativação	1700 ± 250
^{161}Dy	18,88 ‰	1,15 min	Ativação	1000 ± 150
			Ativação	2700 ± 75
^{162}Dy	25,53 ‰	2,35 h	Ativação	3900 ± 300
			Ativação	
^{163}Dy	24,97 ‰		Ativação	
			Ativação	
^{164}Dy	28,18 ‰		Ativação	
			Ativação	
^{165}Dy	2,35 h	81,5 h	Ativação	

Observando-se a Tabela 4.1 verificou-se que exceto a reação (n, α) para o ^{10}B , as outras reações relativas aos elementos empregados nos dosímetros apresentam baixa secção de choque de interação para nêutrons térmicos, não devendo desempenhar papel relevante na exposição a nêutrons nessa faixa de energia.

4.3 Produção do $MgB_4O_7:Dy$

O $MgB_4O_7:Dy$ é produzido através da reação:



Utiliza-se óxido de disprósio (Dy_2O_3), na proporção de 0,35% em mol para a dopagem. Os materiais utilizados são os seguintes:

- Óxido de Magnésio P.A. da Merck;
- Ácido Bórico Cristalino P.A. da Merck;
- Óxido de Disprósio (99,99 %) da Research Chemicals - NCA.

4.3.1 Reação

A reação ocorre em meio ácido⁽²⁵⁾, misturando-se os reagentes de partida a uma solução contendo ácido nítrico (HNO_3) diluído, em um Becker de teflon com o auxílio de um agitador magnético por \pm 5 minutos.

Para cada lote produzido, levando-se em conta a

capacidade volumétrica dos recipientes, foram utilizados:

- 15 g de H_3BO_3 ;
- 2 g de MgO ;
- 33 mg de Dy_2O_3 ;
- 50 ml de solução diluída de HNO_3 .

Para os 50 ml de HNO_3 diluído, utilizou-se inicialmente a proporção de 4 ml de HNO_3 para cada 1 ml de água destilada (4:1). Variou-se essa proporção procurando obter a melhor sensibilidade TL do $MgB_4O_7:Dy$. As proporções utilizadas foram :

- (4 : 1);
- (1 : 4);
- (1 : 9).

Ao final da reação obtém-se um líquido transparente pronto para a secagem.

4.3.2 Secagem e Fusão

O líquido resultante é seco em uma estufa cirúrgica a 100 °C por 24 horas.

Essa etapa consiste da eliminação do HNO_3 diluído utilizado para auxiliar a reação. Ao seu final obtém-se um

material pastoso, ainda úmido que deve ser submetido à fusão.

A seguir o material é transferido do Becker de teflon para um cadinho de platina e fundido em um forno tipo mufla a uma temperatura de 800 °C por 2 horas. Essa temperatura foi determinada experimentalmente, levando-se em conta o diagrama de fases MgO-B₂O₃⁽²⁷⁾. Posteriormente o material foi resfriado rapidamente à temperatura ambiente. O material obtido é sólido, de coloração esbranquiçada e de textura porosa, o que facilita a sua trituração.

4.3.3 Trituração e Homogeneização

O material obtido após a fusão é triturado utilizando-se almofariz e pilão de porcelana e peneirado com peneiras comerciais, de modo a obter-se três granulações diferentes:

- Entre 74 e 174 µm (200 e 80 Mesh Tyler);
- Entre 37 e 74 µm (400 e 200 Mesh Tyler);
- Menores que 37 µm (400 Mesh Tyler).

As granulações do material foram escolhidas levando-se em conta o trabalho realizado por Szabó⁽³⁶⁾, onde os grãos com tamanho entre 74 e 174 µm apresentam maior sensibilidade à radiação gama. Para a escolha da granulação menor considerou-se

o fato de que são as partículas alfa produzidas na reação (n,α) no boro que vão ionizar o material quando da irradiação com nêutrons térmicos.

Utilizando-se uma regra empírica descrita por Bragg-Kleeman (com precisão dentro de 15 %) ⁽¹⁴⁾ estimou-se o alcance daquelas partículas alfa nos materiais de interesse. Os alcances são mostrados na Tabela 4.2.

Esses alcances são muito pequenos e o tamanho dos grãos poderá ter influência na sensibilidade à radiação neutrônica do material.

Por outro lado, a sensibilidade de um material TL à radiação depende de sua granulação ⁽³⁸⁾, diminuindo com a redução do tamanho dos grãos. Outro fator a ser considerado é a facilidade de se identificar uma granulação e de se obter uma mistura homogênea.

Tabela 4.2 - Estimativa do alcance das partículas alfa produzidas nas reações $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$, em função de suas energias e do material em que se propagam⁽¹⁴⁾.

Material	Energia (MeV)	Alcance (μm)
$\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$	1,78	18
	1,47	15
Ar	1,78	8600
	1,47	7200

4.3.4 Tratamento Térmico de Sensibilização

Os pós resultantes, nas diferentes granulações, são lavados com água destilada com o objetivo de eliminar o excesso de ácido bórico, colocado propositadamente para garantir a reação total do Óxido de Magnésio.

A princípio a lavagem não fazia parte do processo de obtenção do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$, sendo que esta etapa não foi realizada no primeiro lote de produção. Observou-se que as pastilhas de $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ produzidas neste lote, quando submetidas ao aquecimento apresentavam bolhas, grudando na prancheta do aparelho leitor de termoluminescência e desprendiam um pó branco (possivelmente

H₃BO₃, que não reagiu) que se depositava no filtro da fotomultiplicadora.

Quando a lavagem do pó foi introduzida no processo, além de solucionar tais problemas, observou-se um aumento na resposta TL do material.

Após a lavagem, o pó, ainda úmido, é seco durante 20 minutos a 100 °C e então é tratado termicamente a 500 °C por 2 horas, com a finalidade de sensibilizar e estabilizar as propriedades termoluminescentes.

4.4 Produção das Pastilhas de MgB₄O₇:Dy

4.4.1 Prensagem

A partir do pó de MgB₄O₇:Dy são produzidas pastilhas, por compactação a frio em uma prensa hidráulica. Tais pastilhas medem 1 mm de espessura por 6 mm de diâmetro e cuja massa é (49,0 ± 0,2) mg.

4.4.2 Sinterização das Pastilhas

Uma vez prensadas, as pastilhas são submetidas à sinterização que consiste de um tratamento térmico a temperaturas adequadas. O processo de sinterização utilizado neste trabalho, para as pastilhas puras, ocorreu a 800 °C por 2 horas em atmosfera ambiente com aquecimento e resfriamento lentos.

4.5 Mistura com Teflon

As pastilhas produzidas pela compactação direta do pó de $MgB_4O_7:Dy$ em 4.4.1 mostraram-se frágeis, ou seja, com baixa resistência mecânica quebrando-se ou perdendo massa durante o manuseio.

Para contornar esse problema misturou-se teflon (Politetrafluoretileno) ao pó de $MgB_4O_7:Dy$, onde o teflon atua como agregante, tornando as pastilhas mais resistentes.

A mistura é feita resfriando-se os pós à temperatura do nitrogênio líquido, onde o teflon, que é encontrado na forma pastosa se cristaliza, tornando mais fácil a homogeneização.

Sabe-se que aumentando a quantidade de teflon na

mistura, obtém-se uma maior resistência mecânica das pastilhas, porém perde-se em sensibilidade. Para efetuar o estudo da sensibilidade TL em função das proporções de tetraborato de magnésio e teflon utilizou-se as seguintes composições: 10, 20, 30, 40 e 50 % em massa de teflon.

Para as pastilhas com teflon efetuou-se a sinterização à temperatura de 300 °C por 0,5 horas seguido de 400 °C por 1,5 horas, com aquecimento e resfriamento lentos. A temperatura de sinterização das pastilhas contendo teflon é menor do que para as que não contêm teflon, devido ao fato da temperatura de sublimação do teflon estar em torno de 400 °C.

4.6 Tratamento Térmico para Reutilização

Para que uma pastilha possa ser usada várias vezes é necessário que mantenha as propriedades termoluminescentes de uma irradiação para outra. Para isso é conveniente submeter as pastilhas a um tratamento térmico antes da irradiação. Um tratamento térmico adequado elimina a termoluminescência anteriormente induzida, deixando as pastilhas sempre nas mesmas condições iniciais, tornando os resultados reprodutíveis.

O tratamento térmico utilizado para as pastilhas de tetraborato de magnésio varia de autor para autor^(5,7,13,34,36). Para esse trabalho foi utilizado um tratamento térmico a 200 °C por

1 hora seguido de 600 °C por 1 hora, efetuado por Prokic⁽³²⁾ para as pastilhas puras. Para as pastilhas contendo teflon será realizado um estudo da reprodutibilidade TL, levando-se em conta o tempo de tratamento térmico. Szabó⁽³⁶⁾ utiliza um tratamento térmico para reutilização a 300 °C por 15 minutos.

4.7 Sistema de Irradiação Gama

As exposições à radiação gama foram efetuadas utilizando-se uma fonte de ⁶⁰Co de 15 TBq, montada em um arranjo especial que permite a irradiação dos dosímetros livres no ar (Figura 4.1), para se obter um mínimo de espalhamento e manter a isotropia. Foi utilizado também um irradiador de ¹³⁷Cs de 3,7 GBq da JL Sheperd and Associates. As pastilhas foram sempre irradiadas entre placas de lucite com espessura adequada para garantir equilíbrio eletrônico.

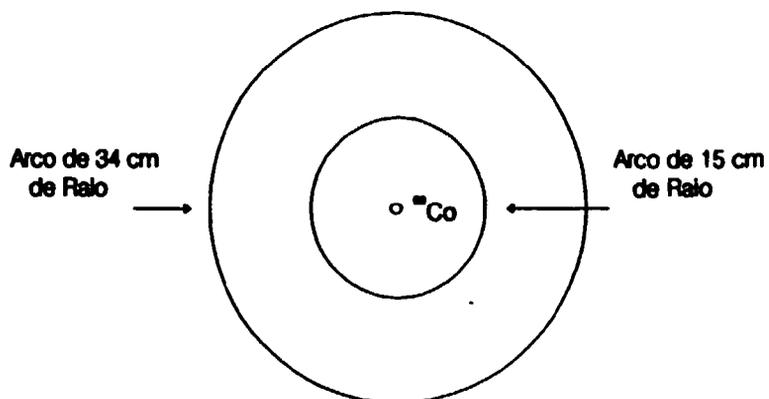


Figura 4.1 - Arranjo para Irradiação do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ com Radiação Gama do ^{60}Co livre no ar.

As exposições, X, foram calculadas pela expressão⁽²³⁾:

$$X = \frac{\Gamma \cdot A \cdot \Delta t}{d^2}$$

onde:

A (Bq) = Atividade da fonte - ⁶⁰Co : 15 TBq;

- ¹³⁷Cs: 3,7 GBq.

d (m) = Distância fonte-TLD.

Δt (s) = Tempo de irradiação em horas.

Γ = Constante gama específica*

- ⁶⁰Co = $9,19 \times 10^{-15}$ C.kg⁻¹.m².Bq⁻¹.h⁻¹.

- ¹³⁷Cs = $2,30 \times 10^{-15}$ C.kg⁻¹.m².Bq⁻¹.h⁻¹.

T_{1/2} : - ⁶⁰Co = 5,27 anos.

- ¹³⁷Cs = 30 anos.

4.8 Sistema de Irradiação com Nêutrons

As irradiações com nêutrons foram efetuadas utilizando-se uma fonte de ²⁴¹Am-Be, onde os nêutrons são obtidos através da reação ⁹Be(α,n)¹²C, pertencente ao Instituto de Física da Universidade de São Paulo (IFUSP). O ²⁴¹Am, radioisótopo emissor α, é disponível comercialmente na forma de óxido, AmO₂,

* A constante gama específica de um material radioativo fornece a taxa de exposição produzida por uma fonte puntual de $3,7 \times 10^7$ Bq (1 mCi) desse material a 1 cm de distância.

sendo a fonte de nêutrons produzida pela compactação desse óxido com o material alvo⁽¹⁵⁾. O ^{241}Am possui todas as propriedades desejáveis numa fonte (α, n) ^(11,15), ou seja, dimensões reduzidas, alta atividade específica do emissor alfa, baixa taxa de emissão de radiação gama, espectro de energia dos nêutrons reproduzível de fonte para fonte, meia vida longa e boa estabilidade mecânica. A radiação gama produzida na fonte é devida ao ^{241}Am e tem como componente principal um raio gama de 60 keV. As características da fonte são:

- Fonte : $^{241}\text{Am-Be}$
- Fabricante : Amersham International plc.
- Código : AMN24
- Nêutrons produzidos pela reação (α, n) no Be: $Q = 5,71 \text{ MeV}$
- Radioisótopo emissor alfa : ^{241}Am
- Energia da partícula alfa : $5,48 \text{ MeV}$
- Meia vida, $T_{1/2}$: 458 anos
- Atividade nominal : 185 GBq (5Ci)
- Atividade específica : $119,5 \text{ GBq.g}^{-1}$ ($3,23 \text{ Ci.g}^{-1}$)
- Rendimento de nêutrons : $59,4 \text{ nêutrons.s}^{-1}.\text{MBq}^{-1}$
 $(2,2 \times 10^6 \text{ nêutrons.s}^{-1}.\text{Ci}^{-1})$
- Dimensões da fonte : 30,0 mm de diâmetro por 60,0 mm
de comprimento
- Espessura da parede da cápsula de aço inox : 2,4 mm

O dispositivo de irradiação consiste de um sistema de roldanas que faz com que a fonte seja retirada da blindagem, localizada abaixo do solo, suspensa à altura desejada e fixada

onde se queira. Todo esse sistema faz com que a fonte corra por um tubo de alumínio. O arranjo para irradiação com nêutrons térmicos foi montado no centro da sala de nêutrons do Laboratório de Dosimetria do Instituto de Física da USP. Essa sala tem dimensões 10 m x 14 m x 4m, sendo que não há forro abaixo do telhado de aço-inox. As paredes são de alvenaria. Este arranjo é apresentado na Figura 4.2.

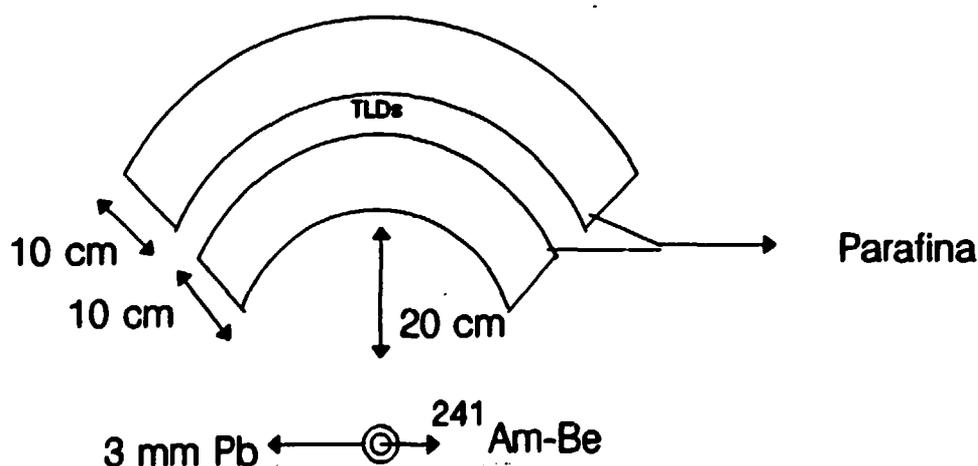


Figura 4.2 - Arranjo para irradiação com nêutrons térmicos montado no Instituto de Física da USP (IFUSP). O esquema não guarda as proporções reais dos componentes.

4.9 Sistema de Irradiação com Raios-X

As irradiações com raios-X foram efetuadas utilizando-se um aparelho da marca Stabilipan, pertencente ao Hospital A. C. Camargo. As condições de irradiação são apresentadas na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 - Parâmetros de operação do aparelho de raios-X utilizado na irradiação das pastilhas de $MgB_2O_7:Dy$.

Tensão kV	Corrente mA	Filtro Adicional	C.S.R.	E_{ef} keV	Exposição	
					R	mC.kg ⁻¹
60	20	2 mm Al	1,7 mm Al	28	29,1	7,51
80	20	2 mm Al	2,2 mm Al	30	40,8	10,53
120	20	0,2 mm Cu	0,32 mm Cu	52	40,6	10,47
160	20	0,5 mm Cu	0,80 mm Cu	75	44,3	11,43
200	20	1,0 mm Cu	1,5 mm Cu	96	45,6	11,76
250	15	Thoraesus	2,7 mm Cu	135	57,4	14,81

Obs.: Distância Focal - 50 cm.

Cone Localizador - 10 x 8 x 50 cm.

C. S. R. = Camada Semi-redutora.

4.10 Leitura Termoluminescente

A leitura TL das pastilhas foi efetuada utilizando-se um aparelho leitor termoluminescente Harshaw, modelo 2000 AB.

As condições de leitura são:

- H. V. = 500 V.
- Taxa de aquecimento = $10 \text{ }^\circ\text{C.s}^{-1}$;
- Intervalo de integração de 100 a 300 $^\circ\text{C}$;
- Tempo de integração de 30 s;
- Fluxo de $\text{N}_2 = 4 \text{ l.min}^{-1}$.

Todas as leituras realizadas para a caracterização dos parâmetros estudados foram efetuadas imediatamente após o término da irradiação, salvo nas medidas de decaimento térmico.

Cada ponto considerado é a média aritmética de 5 leituras e as barras de erro o desvio padrão da média ($1 \sigma_m$).

4.11 Pastilhas com Boro Enriquecido em ^{10}B

Foi produzido um lote de pastilhas com boro enriquecido com ^{10}B com a finalidade de verificar qual o incremento na sensibilidade TL, e se uma eventual melhoria

compensaria o custo e a dificuldade para a obtenção do material.

As pastilhas obtidas com boro enriquecido com ^{10}B são produzidas de maneira idêntica às outras pastilhas, sendo que neste caso o reagente de partida, H_3BO_3 , contém 92,41 % de ^{10}B , contra 19,8 % contidos no boro natural.

4.12 Medida da Taxa de Fluência de Nêutrons Térmicos nos Locais de Irradiação

A taxa de fluência de nêutrons térmicos no arranjo descrito no item 4.8 foi medido pelo método de ativação de folhas de ouro, através da reação $^{197}\text{Au}(n, \gamma)^{198}\text{Au}$, pelo Laboratório de Metrologia Nuclear do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares de São Paulo (IPEN-CNEN/SP).

As folhas de Au foram dispostas entre os blocos de parafina, nas posições onde são irradiadas as pastilhas de $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$, para que fosse feito um mapeamento da região de irradiação. As posições são mostradas na Figura 4.3.

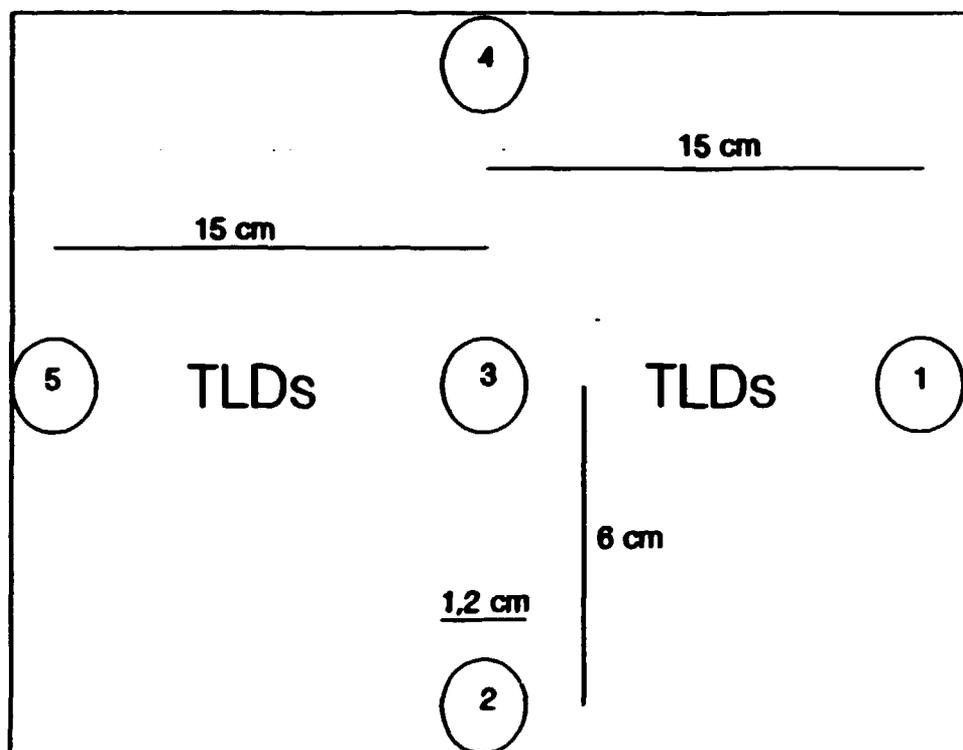


Figura 4.3 - Esquema da disposição das folhas de Au no arranjo descrito no item 4.8. As folhas são representadas pelos círculos 1, 2, 3, 4 e 5.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Resposta TL à Radiação Gama

5.1.1 Curva de Emissão

A curva de emissão TL do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ submetido a uma exposição de $2,58 \times 10^{-5} \text{ C.kg}^{-1}$ de radiação gama do ^{60}Co é mostrada na Figura 5.1. Verifica-se um pico pronunciado à temperatura de 180°C . Este pico foi considerado, neste trabalho, como o pico dosimétrico, cuja área integrada será a resposta TL do material. Outros dois picos menores aparecem às temperaturas de 150 e 280°C . A relação de amplitudes entre os picos 2 e 3 é um fator 8. A sensibilidade média do pó é de $1,8 \times 10^6 \text{ nC. (C.kg}^{-1}\text{)}^{-1}.\text{g}^{-1}$.

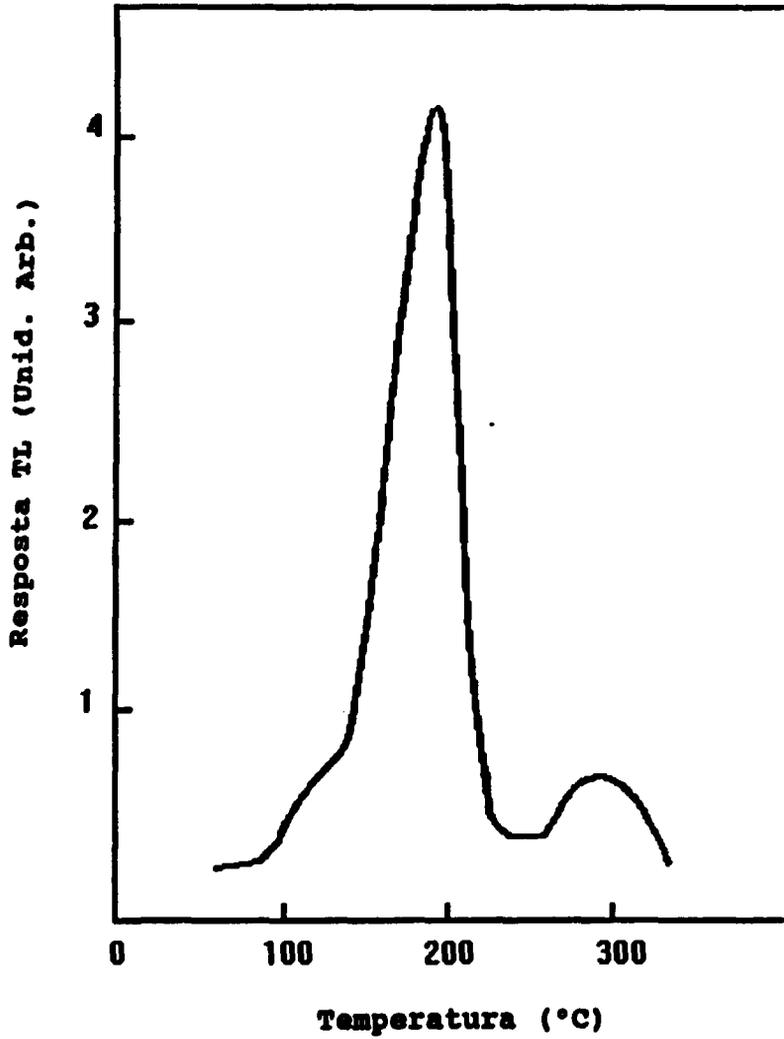


Figura 5.1 - Curva de Emissão TL do MgB₄O₇:Dy Submetido à Radiação Gama.

5.1.2 Resposta TL do $MgB_4O_7:Dy$ em Função da Concentração do Solvente

A resposta TL de amostras produzidas com diferentes concentrações de ácido nítrico é apresentada na Tabela 5.1. As amostras, na forma de pó, foram submetidas à radiação gama do ^{137}Cs . Todas as respostas foram normalizadas para uma mesma massa.

Tabela 5.1 - Resposta TL em função da concentração do Solvente.

Concentração do Solvente (HNO_3 :água destilada)	Resposta TL (nC)
(4 : 1)	26,12 ± 2,28
(1 : 4)	28,75 ± 0,51
(1 : 9)	33,16 ± 0,88

Com base nos resultados, observa-se que a concentração do solvente (HNO_3 :água destilada) de (1:9) corresponde às amostras com maior resposta TL, ou seja, maior sensibilidade.

5.1.3 Reprodutibilidade TL de Pastilhas Puras de $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$

As pastilhas puras de $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ foram submetidas a vários ciclos de irradiação com radiação gama do ^{137}Cs ($2,58 \times 10^{-5} \text{ C.kg}^{-1}$). As amostras foram sempre irradiadas em condições de equilíbrio eletrônico, mantendo sempre constantes os demais parâmetros.

Os resultados de sete irradiações seguidas, intercaladas por leituras TL e tratamentos térmicos de 200°C por 1 hora seguido de 600°C por 1 hora, são apresentados no gráfico da Figura 5.2. Analisando os resultados observa-se que as primeiras leituras TL mantêm-se reprodutíveis, mas à medida que as pastilhas são reutilizadas verifica-se uma diminuição na resposta TL. Pode-se atribuir essa diminuição ao fato das pastilhas puras perderem massa durante o manuseio em virtude de serem frágeis.

5.1.4 Resposta TL em Função do Tamanho dos Grãos

Pastilhas de $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ puras, confeccionadas a partir de diferentes granulações, foram expostas à radiação gama do ^{137}Cs , sob condições de equilíbrio eletrônico. Os resultados são apresentados na Figura 5.3. Verifica-se que as pastilhas com tamanho de grãos entre 74 e $174 \mu\text{m}$ se mostram mais sensíveis à

radiação gama, conforme descrito por Szabó⁽³⁶⁾.

5.1.5 Lavagem do pó de $MgB_4O_7:Dy$

Com a introdução da lavagem do pó de $MgB_4O_7:Dy$, as pastilhas puras produzidas apresentaram um aumento de sensibilidade de 22 %. Resolveu-se também dois problemas: o de embaçamento do filtro da fotomultiplicadora durante o processo de aquecimento e o das pastilhas grudarem na prancheta do aparelho leitor de termoluminescência.

Para se poder criterizar o método de lavagem foram feitas medidas de pH da água resultante da lavagem do pó. Os resultados são apresentados na Figura 5.4.

Analisando os resultados, verifica-se que o pH da água resultante da primeira lavagem é ácido, concluindo-se que o pó de $MgB_4O_7:Dy$ ainda contém ácido bórico, que foi colocado em excesso na etapa de produção do fósforo. Quando o pó é lavado outras vezes, percebe-se que ele vai se tornando neutro. Então, pode-se concluir que 3 lavagens são suficientes para eliminar todo o resíduo de ácido. Para padronização do método foi fixado um número de 4 lavagens.

5.1.6 Resposta TL em Função da Porcentagem de Teflon

As pastilhas de $MgB_4O_7:Dy$ contendo diferentes concentrações de teflon foram expostas à radiação gama do ^{137}Cs . Os resultados obtidos são apresentados na Figura 5.5.

Analisando os resultados verifica-se, como esperado, uma redução na sensibilidade com o aumento da quantidade de teflon. As pastilhas contendo 40 e 50 % de teflon misturados ao pó de $MgB_4O_7:Dy$ apresentam resistência mecânica adequada e sua sensibilidade ainda é satisfatória para utilização em monitoração pessoal, $(7,7 \times 10^4 \text{ nC.}(C.kg^{-1})^{-1}.g^{-1})$.

5.1.7 Curva de Dependência Energética

As pastilhas de $MgB_4O_7:Dy$ com teflon foram submetidas a irradiações com radiação X de diferentes energias para determinar a dependência energética de sua resposta TL. As condições de irradiação são apresentadas no item 4.9. Os resultados são apresentados na Figura 5.6.

As amostras foram irradiadas entre placas de lucite de 3,0 mm de espessura, que garantem equilíbrio eletrônico para radiação gama do ^{60}Co . Todas as respostas foram normalizadas em relação à resposta TL do ^{60}Co . Observa-se que na região de

energias de predominância do efeito fotoelétrico, a dependência máxima é de um fator 2 em relação à energia do ^{60}Co .

5.1.8 Curva de Resposta TL em Função da Exposição

As pastilhas de $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ com teflon foram submetidas à radiação gama do ^{60}Co . Todas as irradiações foram efetuadas em condições de equilíbrio eletrônico. As exposições utilizadas estão no intervalo de $5,16 \times 10^{-6} \text{ C.kg}^{-1}$ (20 mR) a $12,90 \times 10^{-4} \text{ C.kg}^{-1}$ (5 R). Os resultados são apresentados na Figura 5.7. Analisando a curva observa-se que o $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ apresenta resposta linear no intervalo de exposição estudado, o qual está na região de utilização em monitoração pessoal. O fator de calibração (F_c) obtido foi $48,4 \times 10^{-6} (\text{C/kg}) \cdot \text{nC}^{-1}$.

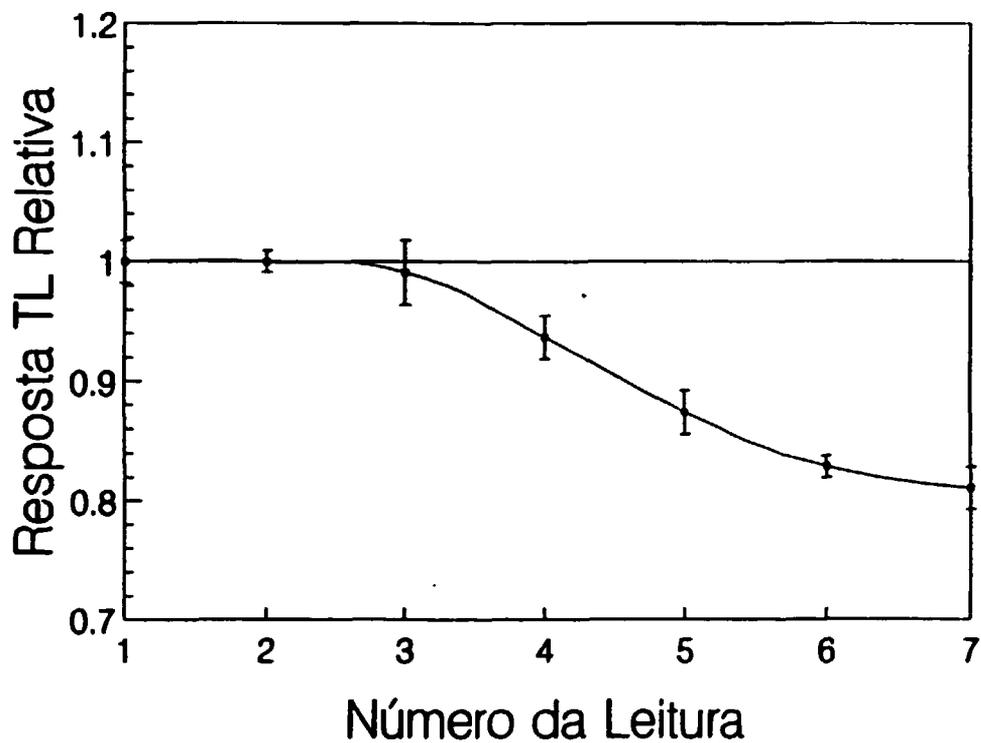


Figura 5.2 - Reprodutibilidade da Resposta TL das Pastilhas Puras de $MgB_4O_7:Dy$.

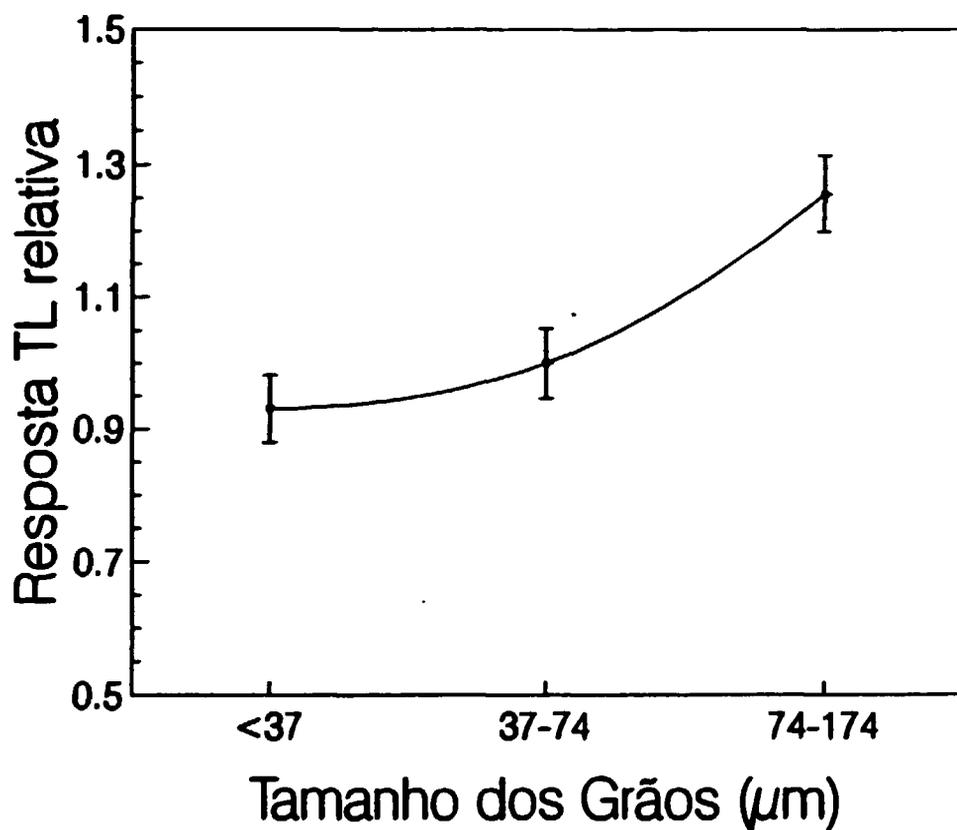


Figura 5.3 - Resposta TL das Pastilhas de $MgB_4O_7:Dy$ Puras em Função do Tamanho dos Grãos.

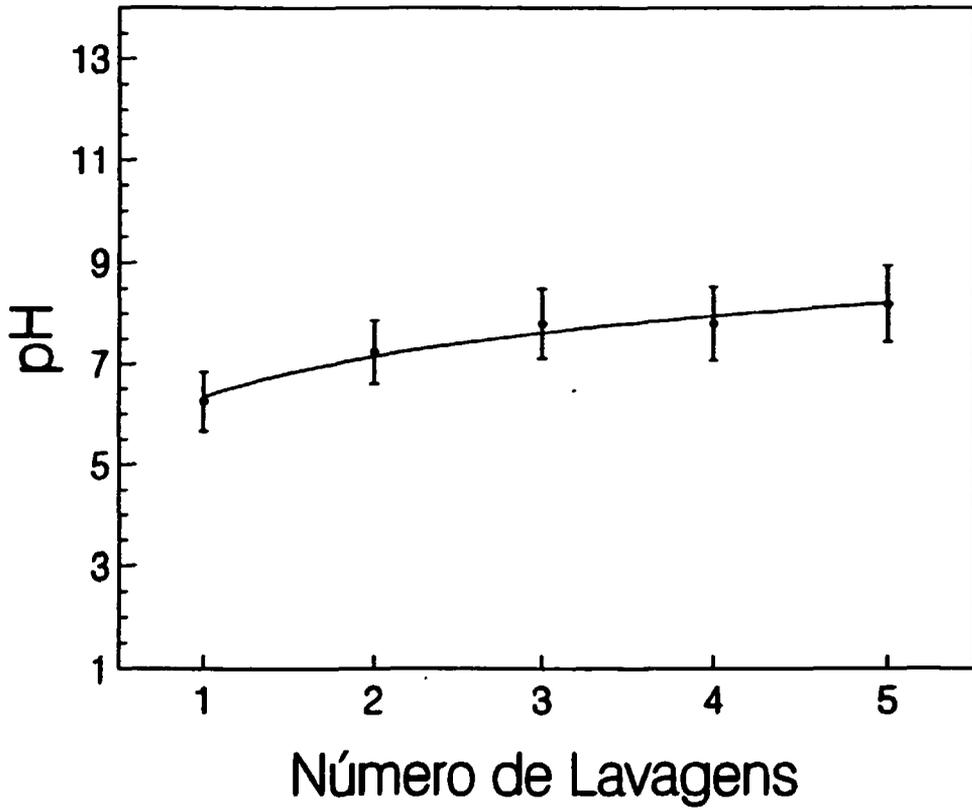


Figura 5.4 - Controle do pH da água de lavagem do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ para Eliminação do Excesso de Ácido Bórico.

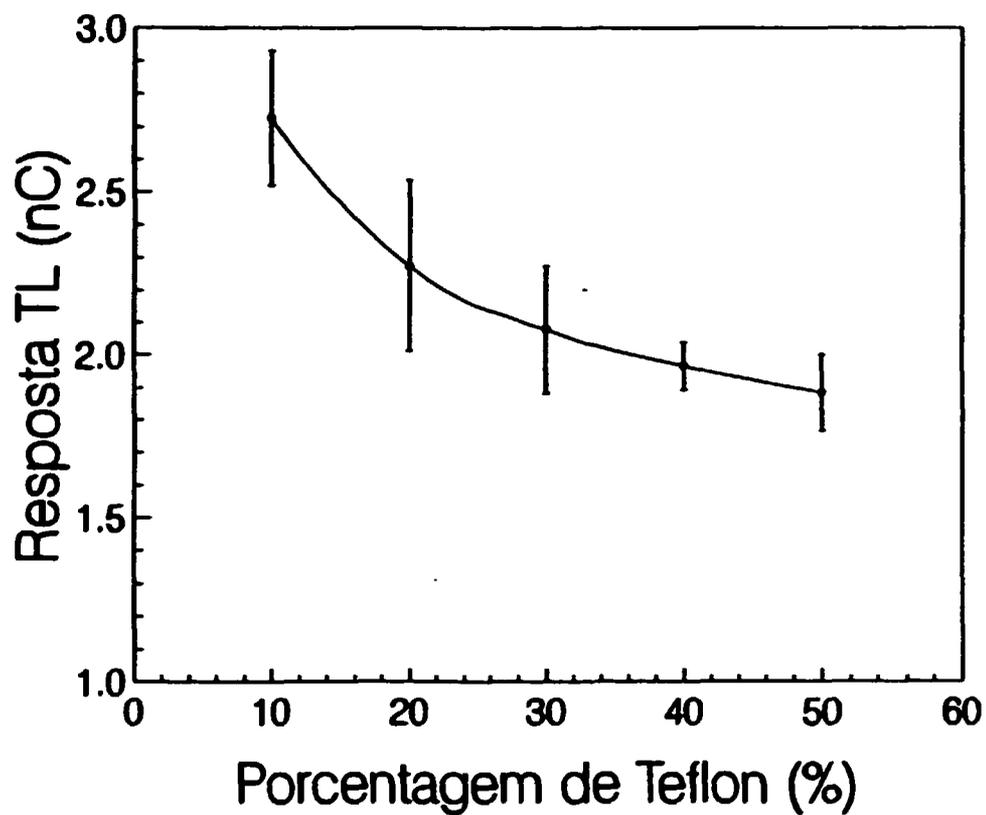


Figura 5.5 - Resposta TL das Pastilhas de $MgB_4O_7:Dy$ em Função da Porcentagem de Teflon.

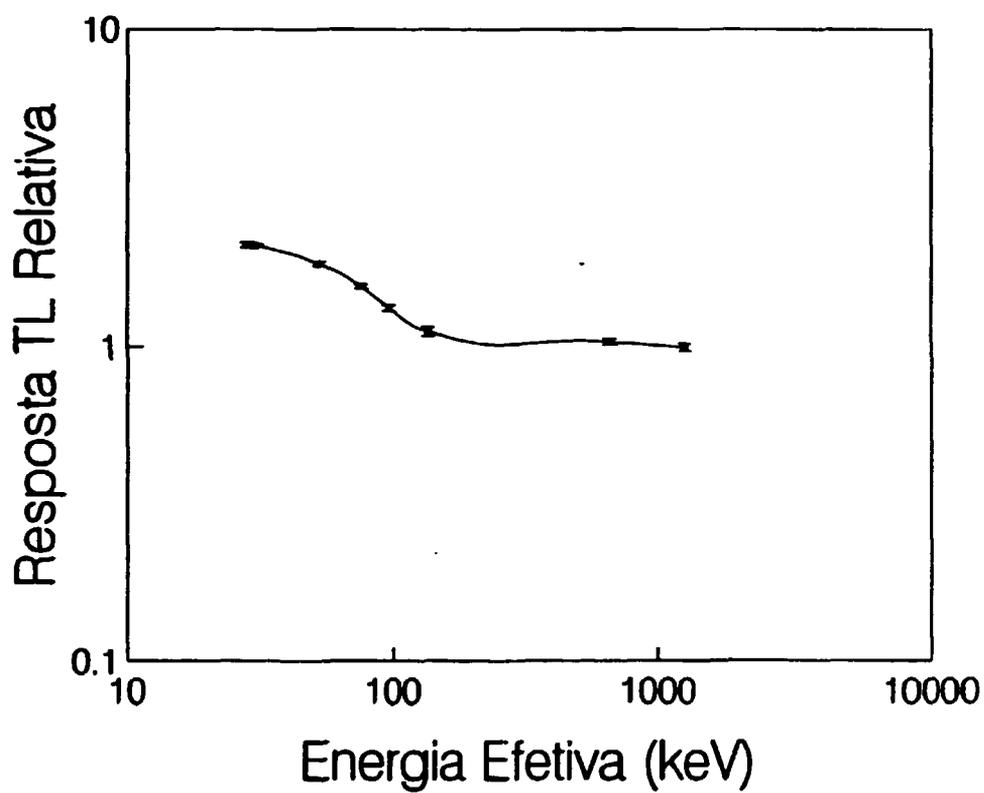


Figura 5.6 - Curva de Dependência Energética do $MgB_4O_7:Dy$ na forma de pastilhas com teflon.

5.1.9 Curva de Decaimento Térmico

A curva de decaimento térmico foi obtida expondo-se as pastilhas com teflon a $5,16 \times 10^{-5} \text{ C.kg}^{-1}$ (200 mR) de radiação gama do ^{60}Co . Após o término da irradiação as pastilhas receberam um tratamento térmico de 100 °C por 15 minutos⁽⁷⁾, cuja finalidade é eliminar o pico de baixa temperatura, isto é, aquele situado abaixo do pico dosimétrico, para que não haja nenhuma interferência desse pico.

Após o tratamento térmico as pastilhas foram armazenadas sob condições especiais, para se evitar a exposição à luz ultravioleta. As leituras foram efetuadas para períodos de armazenamento de até 30 dias. Os resultados estão apresentados na Figura 5.8.

Ao analisar os resultados observa-se que o decaimento térmico das pastilhas de $\text{MgB}_2\text{O}_7\text{:Dy}$ é satisfatório, estando em torno de 9,7 % em 30 dias.

5.1.10 Exposição Mínima Detectável

O limite mínimo de detecção foi calculado tomando-se três vezes o desvio padrão (3σ) da média da leitura TL de 20 pastilhas não irradiadas, multiplicado pelo fator de calibração

obtido em 5.1.8.

A exposição mínima detectável é de $5,2 \times 10^{-6}$ C.kg⁻¹
(20 mR).

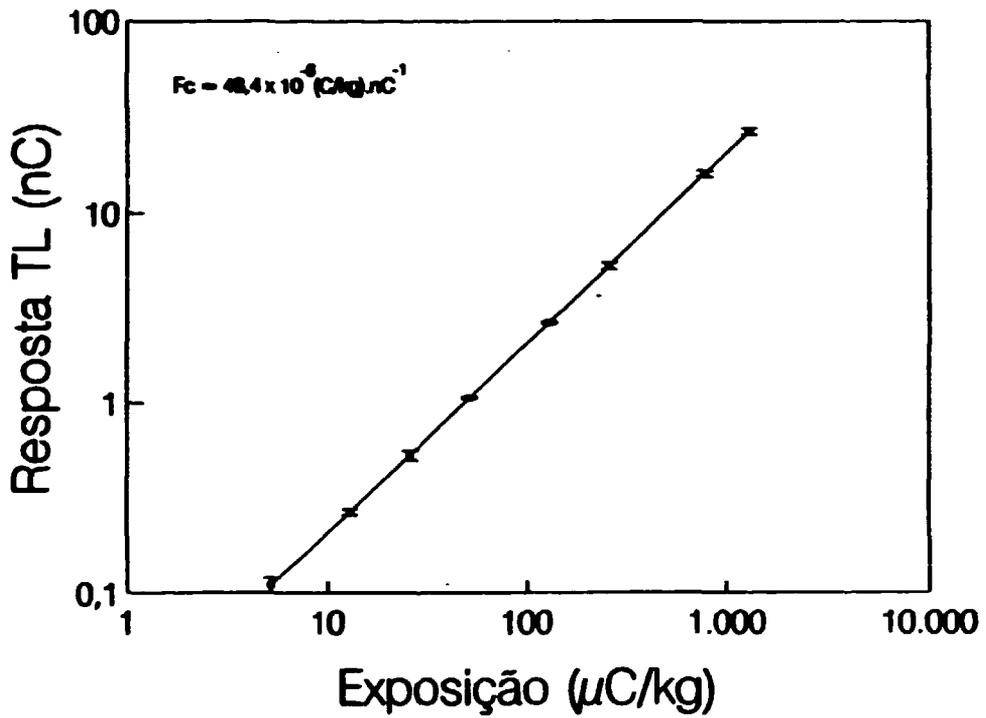


Figura 5.7 - Curva de Resposta TL do $\text{MgB}_4\text{B}_7:\text{Dy}$ em Função da Exposição à Radiação Gama do ^{60}Co .

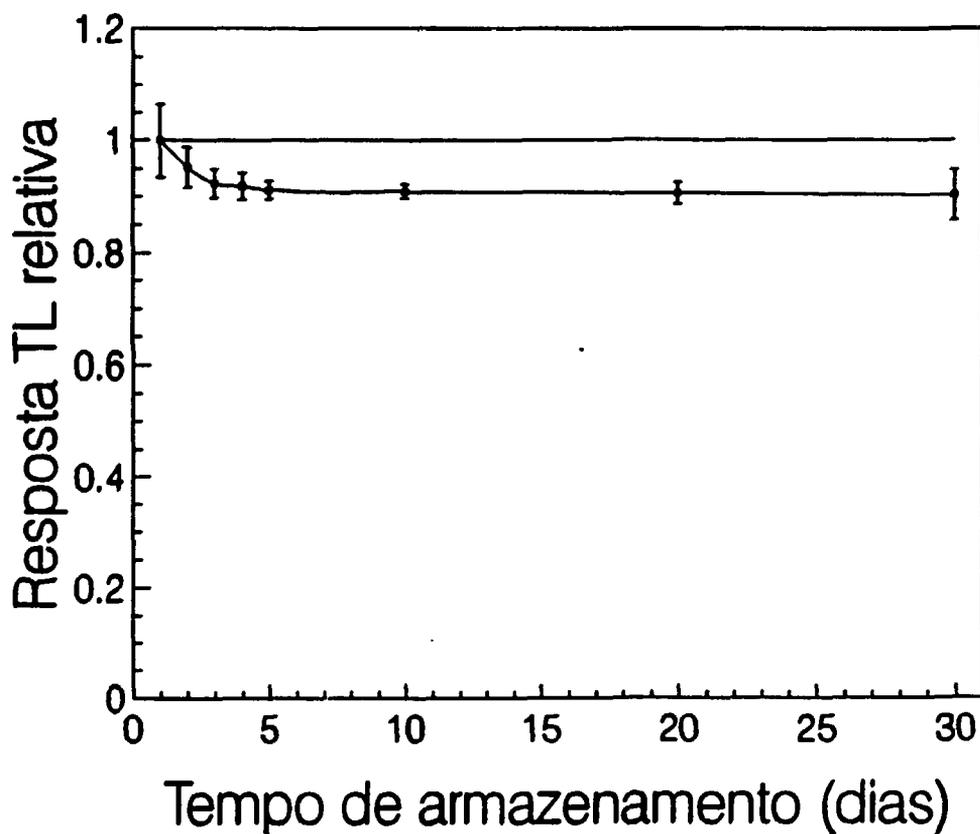


Figura 5.8 - Decaimento Térmico da Resposta TL do MgB₄O₇:Dy em Função do Tempo de Armazenamento.

5.2 Resposta TL à Radiação de Nêutrons

5.2.1 Taxa de Fluência de Nêutrons Térmicos

Os resultados das medidas referentes à irradiação de 216,1 horas, ou 3,3 meias vida do ^{198}Au , com nêutrons térmicos são apresentados na Tabela 5.2.

Tabela 5.2 - Taxa de Fluência de Nêutrons Térmicos, n_t , nas posições indicadas na Figura 4.3.

Posição de Irradiação	Taxa de Fluência $n_t \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$	Erro Relativo (%)	Erro Absoluto (%)
1	487	3,0	4,0
2	326	4,5	6,0
3	389	4,5	6,0
4	370	4,5	6,0
5	384	4,5	6,0

Em virtude das pastilhas de $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ terem sido irradiadas entre as posições 1, 3 e 5 do esquema da Figura 4.3, foi utilizada uma taxa de fluência média de $(420 \pm 58) \times n_t \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ e respectivo erro de para o cálculo da fluência de nêutrons térmicos nas posições onde as pastilhas foram irradiadas. Os erros absoluto e relativo têm grau de

confiança de 68 %.

5.2.2 Curva de Emissão

Na Figura 5.9 é mostrada a curva de emissão TL do $MgB_4O_7:Dy$ na forma de pastilhas com teflon submetido a uma fluência de nêutrons térmicos de $1,9 \times 10^7 \text{ n}_t \cdot \text{cm}^{-2}$ provenientes da fonte de $^{241}\text{Am-Be}$.

Verifica-se na curva de emissão os mesmos picos apresentados em 5.1.1, referentes à radiação gama. A particularidade é que o pico localizado à temperatura de 280 °C mostra-se mais pronunciado. A relação de amplitudes, neste caso, entre os picos 2 e 3 passou de 8 para 4.

5.2.3 Resposta TL em Função do Tamanho dos Grãos

As pastilhas de $MgB_4O_7:Dy$ com teflon confeccionadas com diferentes tamanhos de grãos foram submetidas a uma fluência de nêutrons térmicos de $3,3 \times 10^7 \text{ n}_t \cdot \text{cm}^{-2}$ provenientes da fonte de $^{241}\text{Am-Be}$. Os resultados são apresentados na Figura 5.10. Verifica-se que tanto as pastilhas contendo grãos com tamanho entre 37 e 74 μm quanto aquelas entre 74 e 174 μm mostram aproximadamente a mesma sensibilidade, diferentemente do que se

verificou em relação à radiação gama, onde pastilhas com grãos entre 74 e 174 μm são nitidamente mais sensíveis.

Por questão de rendimento no processo de obtenção optou-se por utilizar as pastilhas contendo grãos com tamanho entre 74 e 174 μm .

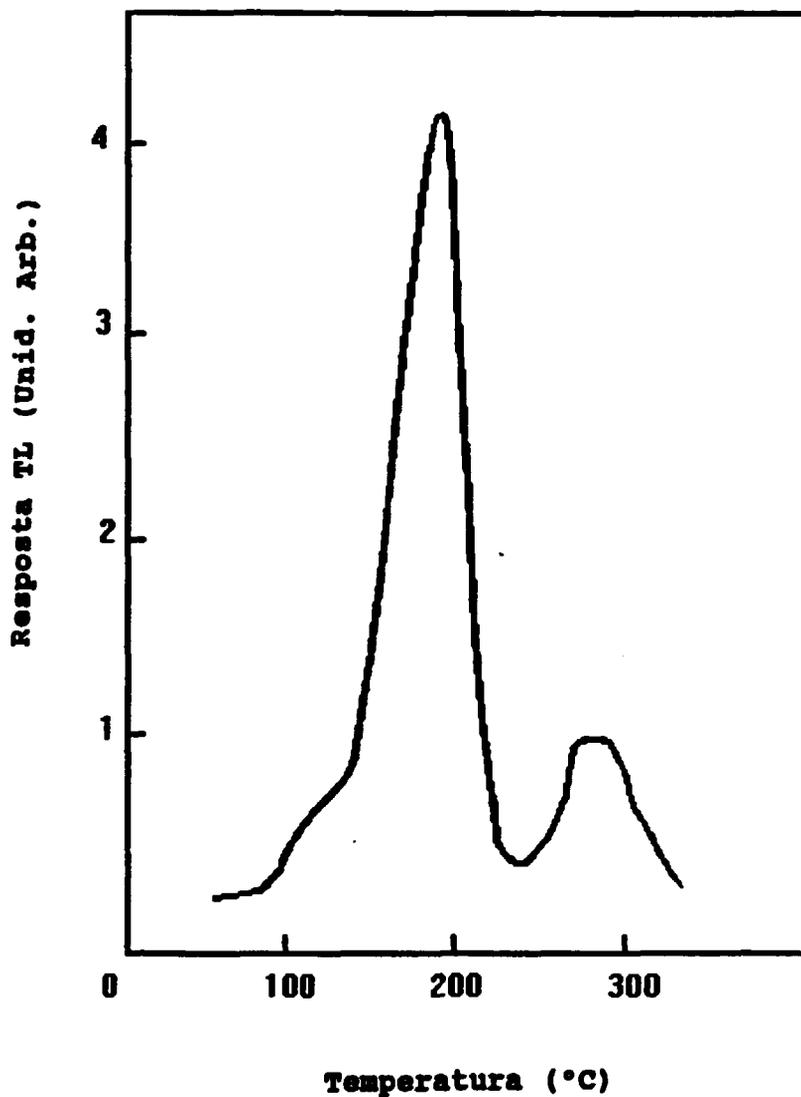


Figura 5.9 - Curva de Emissão do $MgB_4O_7:Dy$ submetido à radiação de nêutrons.

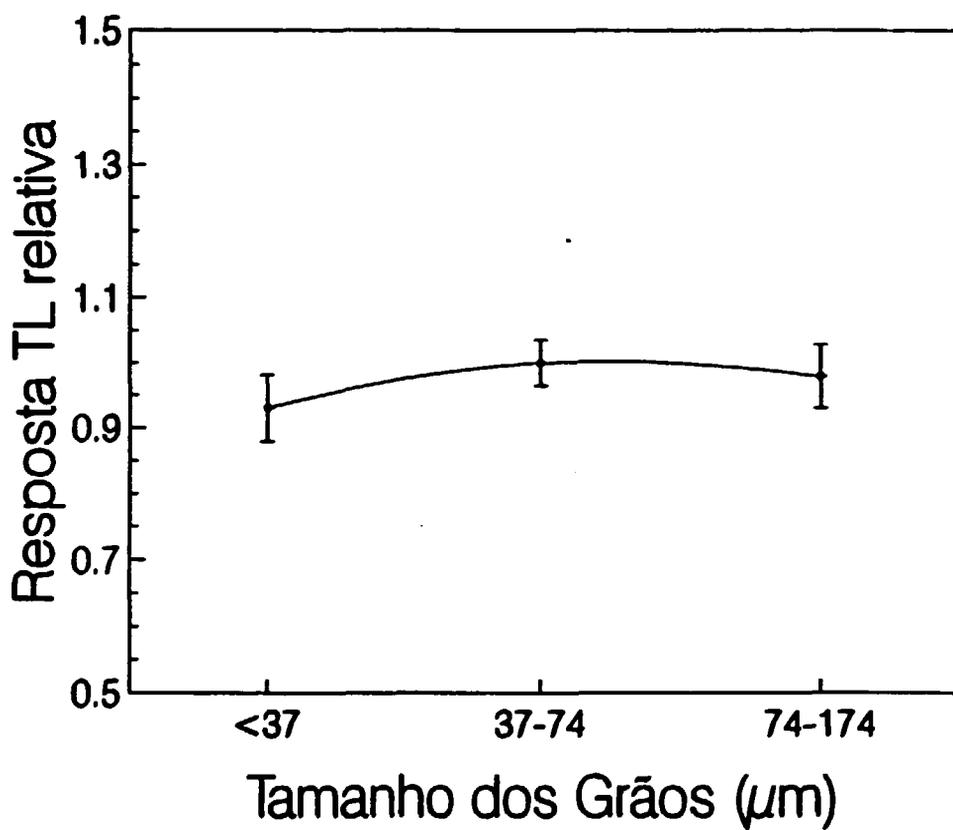


Figura 5.10 - Resposta TL do $MgB_4O_7:Dy$ na Forma de Pastilhas com Teflon à Radiação de Nêutrons em Função do Tamanho dos Grãos.

5.2.4 Resposta TL em Função da Porcentagem de Teflon

As pastilhas de $MgB_4O_7:Dy$ com teflon foram submetidas a radiação de nêutrons térmicos provenientes da fonte de $^{241}Am-Be$. A fluência utilizado foi de $3,6 \times 10^7$ n. cm^{-2} . Os resultados são apresentados na Figura 5.11. Analizando os resultados, observa-se da mesma maneira que para radiação gama, uma redução na sensibilidade termoluminescente com o aumento da quantidade de teflon. Da mesma forma, as pastilhas com 40 e 50 % de teflon apresentam sensibilidade satisfatória e boa resistência mecânica.

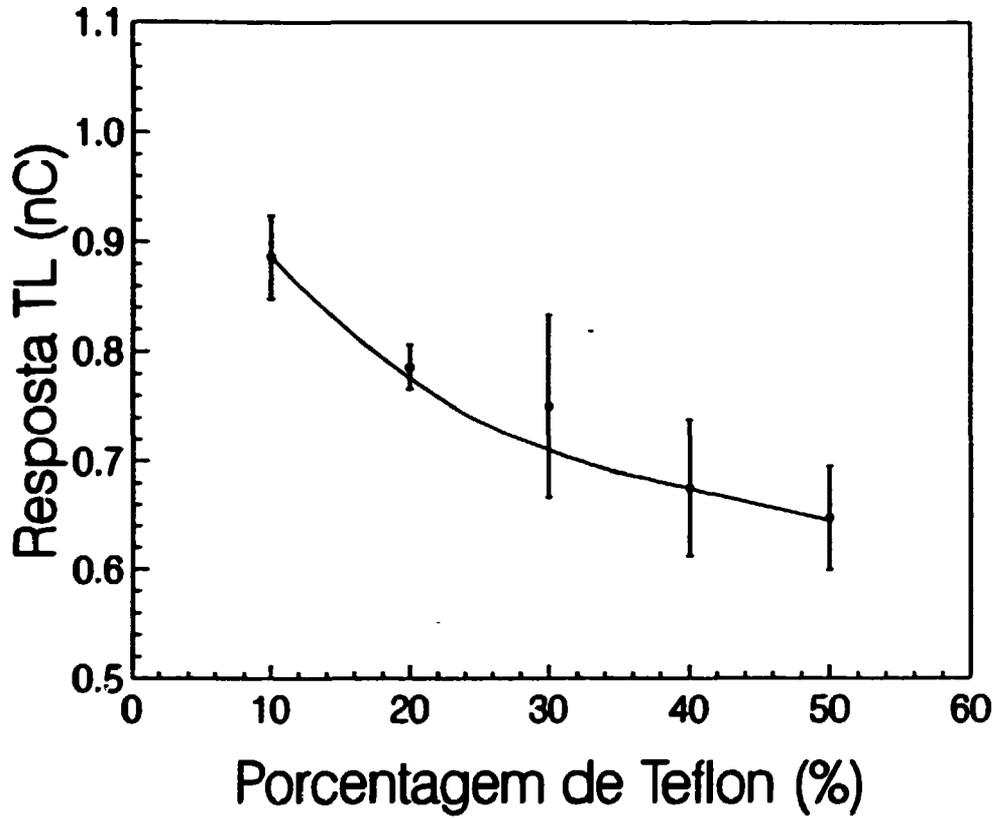


Figura 5.11 - Resposta TL do $MgB_4O_7:Dy$ à Radiação de Nêutrons em Função da Porcentagem de Teflon.

5.2.5 Curva de Resposta TL em Função da Fluência de Nêutrons Térmicos

As pastilhas de $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ com teflon foram submetidas à radiação de nêutrons provenientes da fonte de $^{241}\text{Am-Be}$. As fluências utilizadas estão no intervalo de 1,8 a $29,0 \times 10^7 \text{ n}_t \cdot \text{cm}^{-2}$. Os resultados são apresentados na Figura 5.12. Analisando a curva observa-se que o $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ apresenta resposta linear no intervalo de fluência estudado.

Na Figura 5.12 é apresentada a curva de resposta TL total em função do tempo de irradiação (curva A). Na curva B é apresentada a resposta TL do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ devida exclusivamente à nêutrons térmicos. Essa curva foi obtida subtraindo-se a resposta TL em nC equivalente à exposição gama presente no campo neutrônico, utilizando-se a curva de calibração para radiação gama, Figura 5.7.

A taxa de exposição gama presente no campo neutrônico foi determinada utilizando-se dosímetros TL de $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$. O procedimento executado é descrito no item 5.2.9. Na Figura 5.13 é apresentada a curva de resposta TL devida aos nêutrons térmicos, agora, em função da fluência de nêutrons, determinada em 5.2.1.

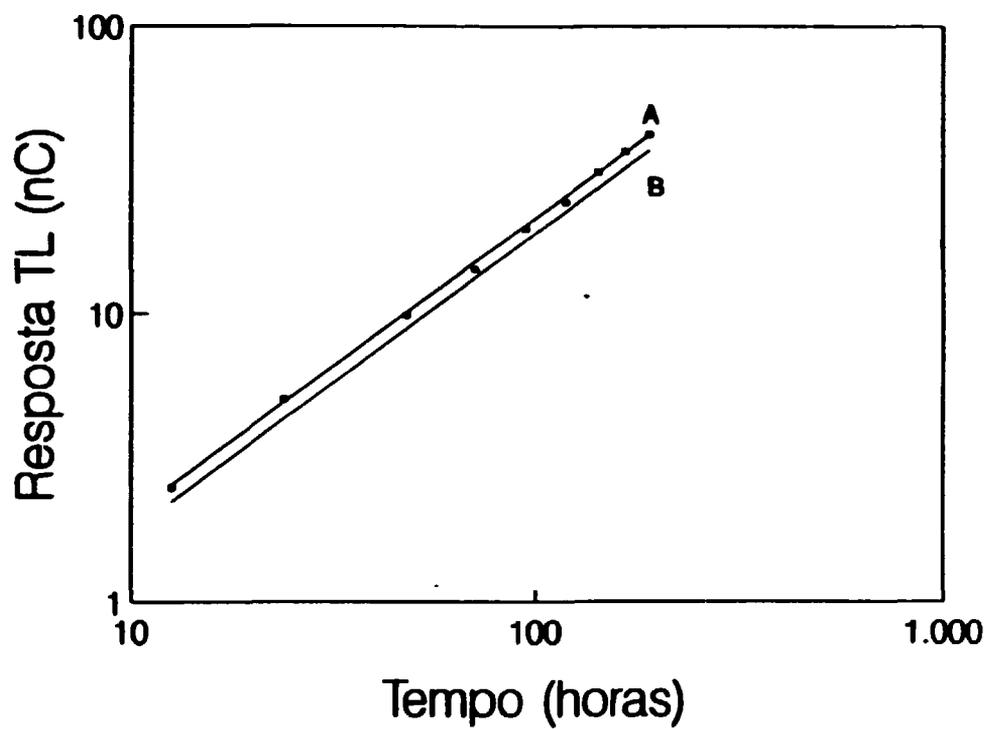


Figura 5.12 - Resposta TL do MgB₄O₇:Dy, em Função do Tempo de Irradiação.

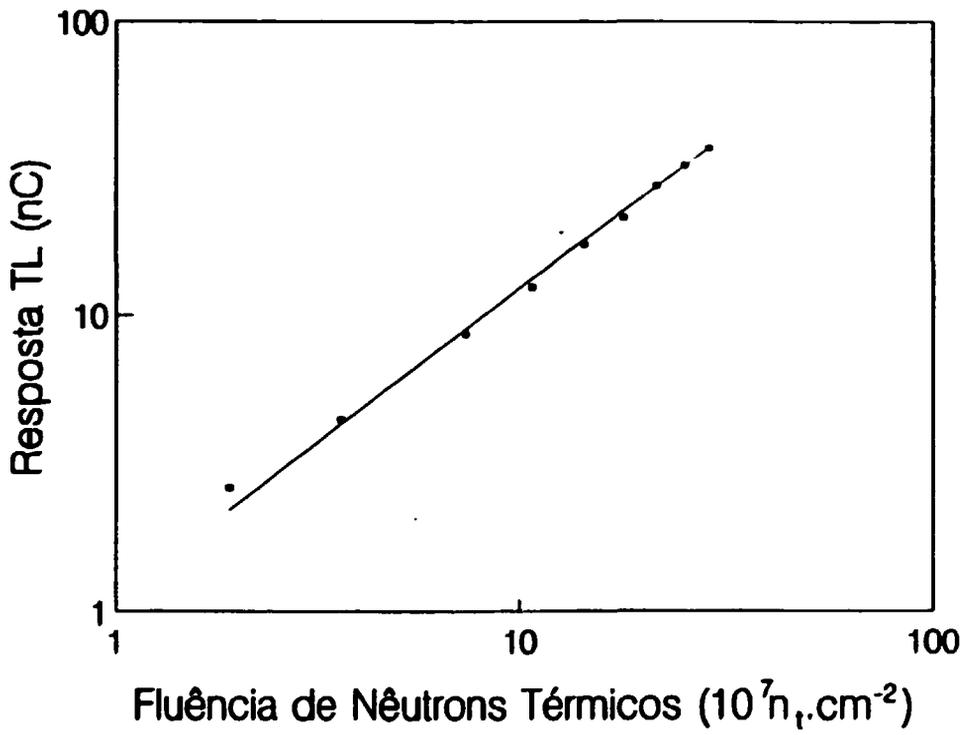


Figura 5.13 - Resposta TL do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$, em Função da Fluência de Nêutrons Térmicos.

5.2.6 Curva de Decaimento Térmico

A curva de decaimento térmico do sinal TL foi obtida submetendo-se as pastilhas com teflon a uma fluência de nêutrons térmicos de $3,6 \times 10^7 \text{ n.cm}^{-2}$ provenientes da fonte de $^{241}\text{Am-Be}$. Após o término da irradiação as pastilhas receberam um tratamento térmico de $100 \text{ }^\circ\text{C}$ por 15 minutos⁽⁷⁾, cuja finalidade é eliminar o pico de baixa temperatura, isto é, aquele situado abaixo do pico dosimétrico, para que não haja nenhuma interferência desse pico.

Após o tratamento térmico as pastilhas foram armazenadas sob condições especiais, para se evitar a exposição à luz ultravioleta semelhante ao que foi feito em 5.1.9. As leituras foram efetuadas para períodos de armazenamento de até 30 dias. Os resultados estão apresentados na Figura 5.14.

Ao analisar os resultados observa-se que o decaimento térmico das pastilhas de $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ é satisfatório, estando em torno de 9,0 % em 30 dias, 7,2 % menor, comparando-se com os resultados obtidos na Figura 5.8 para radiação gama. Essa diferença pode ser devida ao erro no método utilizado.

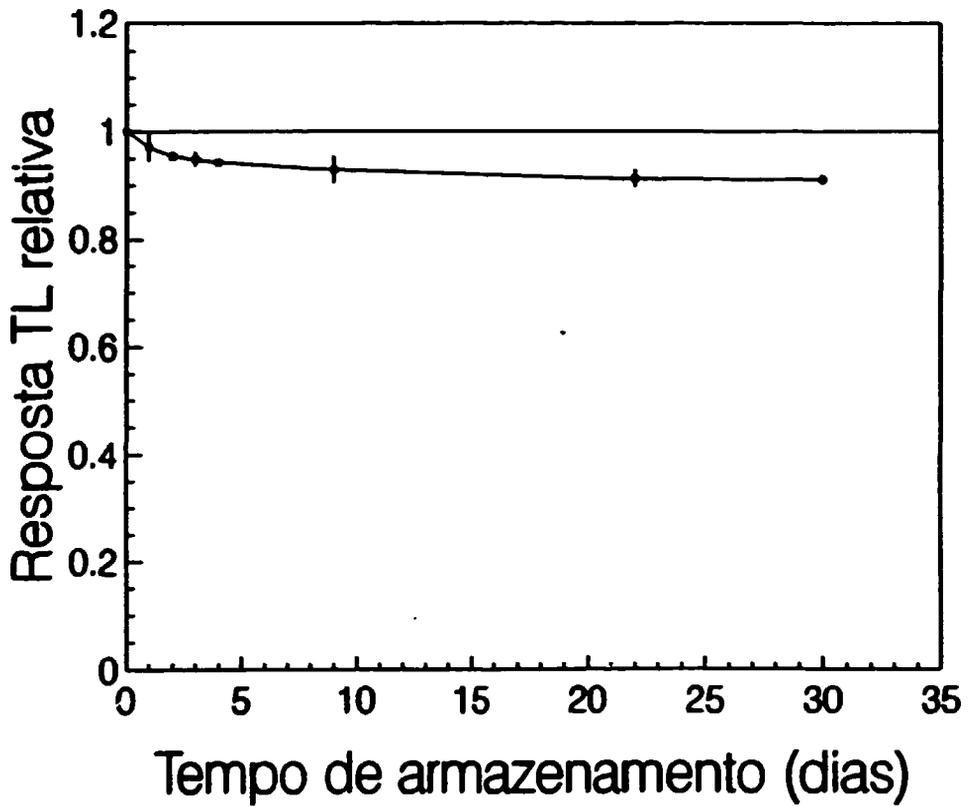


Figura 5.14 - Curva de Decaimento Térmico do $MgB_4O_7:Dy$ Irradiado com Nêutrons Térmicos.

5.2.7 Reprodutibilidade da Resposta TL em Função do Tratamento Térmico

A reprodutibilidade da resposta TL foi estudada submetendo-se as pastilhas de $MgB_4O_7:Dy$ a uma fluência de nêutrons térmicos de $3,0 \times 10^7 \text{ n.cm}^{-2}$ provenientes da fonte de $^{241}\text{Am-Be}$. Os tratamentos térmicos estudados foram efetuados a temperatura de 300 °C, variando-se o tempo do tratamento entre 15 e 180 minutos. Na Tabela 5.3 estão os coeficientes angulares das curvas de reprodutibilidade apresentadas na Figura 5.15.

Tabela 5.3 - Coeficiente Angular das Curvas de Reprodutibilidade do Tratamento Térmico.

Tratamento Térmico	Coeficiente Angular
300 °C/15 min.	0,016
300 °C/30 min.	-0,129
300 °C/60 min.	-0,271
300 °C/180 min.	-0,085

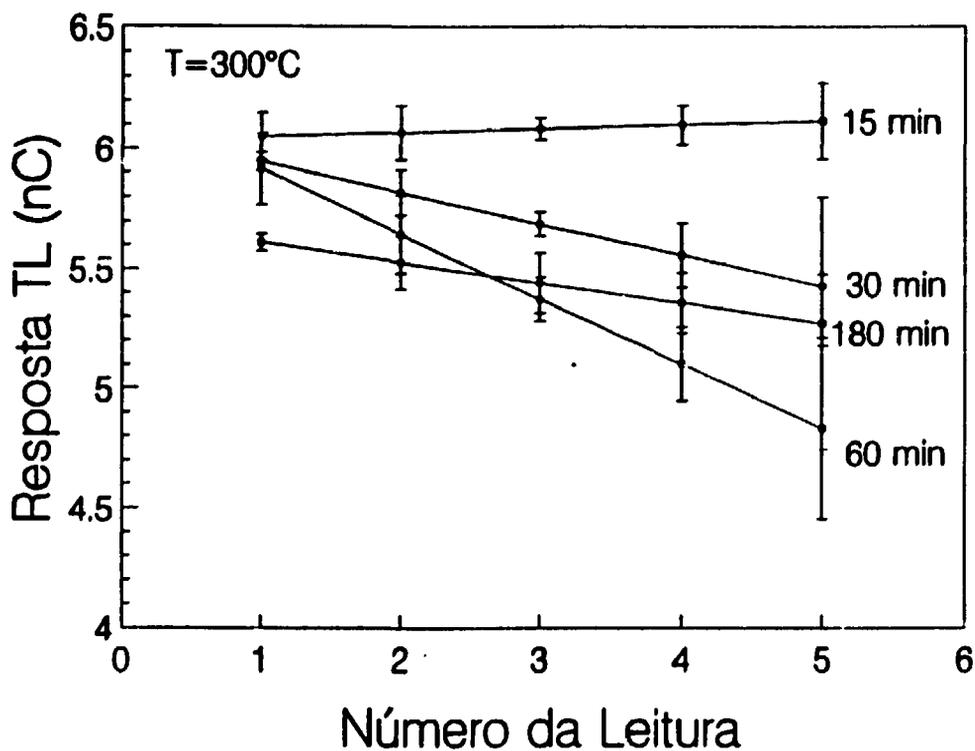


Figura 5.15 - Curvas de Reprodutibilidade da Resposta TL das Pastilhas de $MgB_4O_7:Dy$ Irradiadas com Nêutrons Térmicos em Função do Tempo de Tratamento Térmico para uma Temperatura de 300 °C.

Analisando os resultados, verifica-se uma melhor reprodutibilidade para o tratamento térmico de 300 °C/15 min, levando em consideração o menor valor de coeficiente angular apresentado na Tabela 5.3.

5.2.8 Pastilhas Contendo Boro Enriquecido em ^{10}B

As pastilhas de $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Dy}$ com teflon produzidas com boro enriquecido com ^{10}B em 92,41 %, submetidas à uma fluência de nêutrons térmicos de $1,9 \times 10^7 \text{ n.cm}^{-2}$ provenientes da fonte de $^{241}\text{Am-Be}$, como esperado devido à concentração maior de ^{10}B , mostraram-se 12,5 % mais sensíveis que as pastilhas contendo boro natural (19,8 % de ^{10}B). Esse resultado indica que o incremento que se obtém em termos de sensibilidade não é proporcional ao aumento no grau de enriquecimento. Portanto, não se justifica o emprego de ácido bórico enriquecido, devido ao alto custo do material bem como a dificuldade na sua aquisição, na produção desse tipo de material.

5.2.9 Exemplo de Aplicação Prática

Com o objetivo de testar os dados de calibração obtidos, bem como comprovar a técnica proposta de utilização de dois materiais diferentes para a determinação da dose de nêutrons, efetuou-se um teste preliminar de determinação da fluência de nêutrons térmicos. Deve-se considerar que não foi desenvolvido um porta-dosímetros adequado para a detecção de nêutrons. As amostras de $MgB_4O_7:Dy$ foram irradiadas seladas em filme fino de polietileno.

Para a determinação da exposição devida à radiação gama foram utilizadas pastilhas de $CaSO_4:Dy$ previamente calibradas com radiação gama do ^{60}Co . As amostras foram irradiadas no porta-dosímetros descrito em 4.1, que permite a determinação da exposição bem como da energia efetiva da radiação.

Os dosímetros de $CaSO_4:Dy$ bem como as pastilhas de $MgB_4O_7:Dy$ foram submetidas a 12,63 horas de irradiação com a fonte de $^{241}Am-Be$ o que corresponde a uma fluência de $1,91 \times 10^7 \text{ n. cm}^{-2}$.

a) Determinação da Exposição Gama

A exposição gama (Exp_γ) foi determinada a partir da resposta $TL(\gamma)$ do $CaSO_4:Dy$ sob os filtros de chumbo e chumbo com

furo, subtraindo-se a resposta TL média de amostras não irradiadas $TL_m(OR)$, multiplicando-se o resultado pelo fator de calibração F_c .

$$Exp_m(\gamma) = [TL(\gamma) - TL_m(OR)] * F_c$$

A determinação da energia efetiva (E_{ef}) foi feita analisando-se as relações entre as respostas TL das amostras sob os diferentes filtros.

Tanto as pastilhas e os porta-dosímetros como a curva de calibração e as curvas de dependência energética utilizadas foram fornecidas pelo Laboratório de Dosimetria Termoluminescente do IPEN.

Os resultados encontrados foram:

$$Exp_m = 1,47 \times 10^{-5} C/kg (57 mR)$$

$$E_{ef} > 1000 \text{ keV}$$

b) Determinação da Fluência de Nêutrons Térmicos

Utilizando-se a curva de calibração para radiação gama (Figura 5.7) determinou-se a resposta TL em nC ($TL(\gamma)$) do $MgB_4O_7:Dy$ referente a $1,47 \times 10^{-5} C/kg$ (57 mR) de radiação gama.

O valor encontrado foi de 0,32 nC.

Tomando-se a resposta TL total (TL_T) das pastilhas de $MgB_4O_7:Dy$, subtraiu-se a resposta TL referente à radiação gama ($TL(\gamma)$) e a TL média de amostras não irradiadas ($TL_m(OR)$), obtendo-se a resposta TL líquida devida aos nêutrons térmicos ($TL(n)$).

$$TL(n) = TL_T - TL(\gamma) - TL_m(OR)$$

$$TL(n) = 2,85 - 0,322 - 0,389 = 2,14 \text{ nC}$$

Utilizando-se a curva da Figura 5.13 determinou-se uma fluência média de $1,86 \times 10^7 \text{ n}_t \cdot \text{cm}^{-2}$ (o que corresponde a 12,3 horas). Esse resultado difere da fluência real em apenas 2,6 %, o que demonstra a viabilidade do método sugerido.

6. CONCLUSÕES

O material termoluminescente tetraborato de magnésio dopado com disprósio foi submetido aos testes para avaliação do seu desempenho para utilização em monitoração da radiação de nêutrons. Os estudos mostraram que o material apresenta propriedades satisfatórias como: sensibilidade adequada, pequena dependência energética para radiação X e gama, equivalência com o tecido humano devido ao seu número atômico baixo ($Z_{ef} = 8,4$), linearidade no intervalo de dose necessário em monitoração tanto para radiação gama quanto para radiação de nêutrons e decaimento térmico pequeno quando armazenado sob condições ambientais normais, além da facilidade de obtenção e de seu custo baixo de produção.

O $MgB_4O_7:Dy$ pode ser utilizado juntamente com outros materiais termoluminescentes não sensíveis à radiação de nêutrons, assim como o sulfato de cálcio dopado com disprósio, constituindo um par de dosímetros para discriminação da radiação gama sempre presente num campo neutrônico.

Concluindo, o $MgB_4O_7:Dy$ é potencialmente adequado para utilização em monitoração pessoal de nêutrons, necessitando de um desenvolvimento no sentido de se projetar um porta-dosímetros e o estudo de seu desempenho para outros espectros de energia de nêutrons.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - ASHCROFT, N. W. & MERMIN, N. D. Solid State Physics, New York, Holt. Rinehart and Winston, 1976.
- 2 - BECKER, K. & CRASE, K. W. A Sensitive Integrating Fast Dosimeter Based on TSSE. Nucl. Instr. Met., 82 : 297, 1980.
- 3 - BECKER, K. Solid State Dosimetry, CRC Press, 1973.
- 4 - BECKURTS, K. H. & WIRTZ, K. Neutron Physics. Berlin, Springer-Verlag, 1964.
- 5 - BÖHM, M. PITT, E. & SCHARMANN, A. Uncommon TLD Materials Radiat. Prot. Dosim., 8(1/2) : 139-143, 1984.
- 6 - CAMPOS, L. L. Determination of TL Parameters of CaSO₄:Dy Produced at Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN). Appl. Radiat. Isot., 39(3) : 233-236, 1988.
- 7 - CAMPOS, L. L. & FERNANDES FILHO, O. O. Thermoluminescent Characterization of MgB₂O₇:Dy Sintered Pellets. Radiat. Prot. Dosim., 33(1/4) : 111-113, 1990.

- 8 - CAMPOS, L. L. & LIMA, M. F. Dosimetric Properties of $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ Teflon Pellets Produced at IPEN. Radiat. Prot. Dosim., 14(4) : 333-335, 1986.
- 9 - CAMPOS, L. L.; SUAREZ, G. G.; MASCARENHAS, S. A New Elettect Dosimeter for Fast Neutrons. Health Phys., 43, 731, 1982.
- 10 - CURIS, L. F. Introduction to Neutron Physics. Princeton, D. Van Nostrand Co., Inc., 1959.
- 11 - De PANGHER, J. & TOCHILIN, E. Neutron Sources. Radiat. Dosim., 3 : 309-350, 2nd ed.. New York, Academic Press, 1969.
- 12 - DEUS, S. F. Riscos das Radiações Nucleares e os Procedimentos Gerais de Radioproteção. São Paulo, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN).
- 13 - DRISCOLL, C. M. H.; MUNDY, S. J.; ELLIOT, J. M. Sensitivity and Fading Characteristics of Thermoluminescent Magnesium Borate. Radiat. Prot. Dosim., 1(2) : 135-137, 1981.
- 14 - EVANS, R. D. The Atomic Nucleus. New York, MacGraw-Hill Book Co., Inc., 1955.

- 15 - GEIGER, K. W. & HARGROVE, C. K. Neutron Spectrum of an $^{241}\text{Am-Be}(\alpha, n)$ Source. Nucl. Phys., 53 : 204-208, 1964.
- 16 - GRIFFITH, R. V.; HANKINS, D. E.; GAMMAGE, R. B. ; TOMMASINO, L. Recent Developments in Personnel Neutron Dosimeters - A Review. Health Phys., 36: 235-260, 1979.
- 17 - GRYNTAKIS, E.; CULLEN, D. E.; MUNDY, G. Thermal Neutron Cross Section and Infinite Dilution Resonance Integrals In : Handbook on Nuclear Activation Data, Vienna, 1987, p. 199-260. (IAEA, Technical Reports Series, 273).
- 18 - HARRISON, K. G. & TOMMASINO, L. Damage Track Detectors for Neutron Dosimetry: II Characteristics of Different Detection Systems. Radiat. Prot. Dosim., 10 : 219-235, 1985.
- 19 - HOROWITZ, Y. S. Thermoluminescence and Thermoluminescent Dosimetry, Vol. I.
- 20 - HUGHES, D. J. Neutron Cross Sections. London, Pergamon Press, 1957.
- 21 - HUGHES, D. J. Pile Neutron Research. Cambridge, Addison-Wesley Publishing Co., Inc., 1953.

- 22 - INTERNATIONAL COMMISSION ON RADIOLOGICAL UNITS AND MEASUREMENTS. Radiation Quantities and Units., Washington, 1980. (ICRU-33).
- 23 - JOHNS, H. E. & CUNNINGHAM, J. R. The Physics of Radiology Illinois, Charles C. Thomas Publishers, 1983.
- 24 - KAPLAN, I. Física Nuclear. Rio de Janeiro, Guanabara Dois S. A., 1978.
- 25 - LAKSHMANAN, A. R.; CHANDRA, B.; PRADHAN, A. J.; BHATT, R. C. Development of $MgB_4O_7:Dy$ TLD Phosphor. Radiochem. Radioanal. Letters, 37(6) : 377-382, 1979.
- 26 - MEREDITH, W. J. & MASSEY, J. B. Fundamental Physics of Radiology. 3rd ed.. Year Book Medical Publishers, Inc., 1976.
- 27 - MIYAGANA, S.; HIRANO, S.; SOMIYA, S. Phase Diagram of the $MgO-B_2O_3$ System. J. Amer. Ceram. Soc., 53(2) : 97-100, 1970.
- 28 - NAMBI, K. S. V. Thermoluminescence: Its Understanding and Applications. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, 1977. (IEA-Inf. 54).

- 29 - OGUNLEYE, O. T.; RICHMOND, R. G. & CASH, B. L. Use of Sintered Magnesium Borate Thermoluminescent Dosimeters for Low Dose Measurements. Health Phys., 49(3): 527-532, 1985.
- 30 - PORTAL, G. Review of the Principal Materials Available for Thermoluminescent Dosimetry. Radiat. Prot. Dosim., 17 : 351-357, 1986.
- 31 - PRADHAN, A. S.; CHANDRA, B. & BHATT, R. C. TL Emission Spectra of Dy Doped TLDs. Int. J. Appl. Radiat. Isot., 35(3) : 226-227, 1984.
- 32 - PROKIC, M. Magnesium Borate in TL Dosimetry . Radiat. Prot. Dosim., 17 : 393-396, 1986.
- 33 - PROKIC, M. Progress in Thermoluminescence Dosimetry at the Institute of Nuclear Sciences, Vinca. Radiat. Prot. Dosim., 33(1/4) : 99-102, 1990.
- 34 - RICHMOND, R. G.; OGUNLEYE, O. T.; CASH, B.L.; JONES, K. L. On the Phototransferred Thermoluminescence in $MgB_4O_7:Dy$ Appl. Radiat. Isot., 38(4) : 313-314, 1987.
- 35 - SMITH, J. W. Personal Dosimetry for Neutrons, HMSO, 1966. (AERE - R - 5125).

- 36 - SZABÓ, P. P.; PRADHAN, A.S. & CHANDRA, B. Some Dosimetric Parameters of $MgB_4O_7:Dy$ Sintered Pellets and $CaSO_4:Dy$ Teflon Discs - A Comparative Study. Int. J. Appl. Radiat. Isot., 35(5) : 415-417, 1984.
- 37 - TOCHILIN, E. & SHUMWAY, B. W. Dosimetry of Neutron and Mixed $n+\gamma$ Fields. Radiat. Dosim., 3 : 247-308, 2nd ed., New York, Academic Press, 1969.
- 38 - ZANNELLI, G. D. The Effect of Particle Size on the Thermoluminescence of Lithium Fluoride. Phys. Med. Biol., 13 : 393-399, 1968.