



CNEN/SP

ipen Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares

AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE
DE SÃO PAULO

**DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE EMISSÃO
EXOELTRÔNICA TERMICAMENTE ESTIMULADA
PARA APLICAÇÃO EM DOSIMETRIA**

FELÍCIA DEL GALLO ROCHA

**Tese apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Doutor em Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear.**

**Orientadora:
Dra. Linda V. E. Caldas**

São Paulo

1997

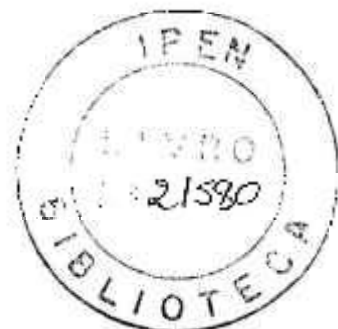


**DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE EMISSÃO EXOELETRÔNICA
TERMICAMENTE ESTIMULADA PARA APLICAÇÃO EM DOSIMETRIA**

FELÍCIA DEL GALLO ROCHA

Tese apresentada como parte dos requisitos
para obtenção do grau de Doutor em Ciências
na Área de Tecnologia Nuclear.

Orientadora:
Dra. Linda V.E. Caldas



SÃO PAULO
1997

*Ao Ricardo, ao Lucas e à Gabriela,
motivos de minhas alegrias.*

Agradecimentos

Agradeço de forma especial à Dra. Linda V.E. Caldas pela orientação segura e dedicada, pelas sugestões e pela oportunidade de realização deste trabalho.

Os meus agradecimentos se estendem:

Ao Sr. Marcos Xavier, pelo auxílio técnico na construção e montagem do sistema leitor de TSEE, assim como na confecção de algumas figuras.

À Dra. Letícia L. Campos, pela sugestões e discussões, e também pelo fornecimento das amostras de sulfato de cálcio puro e com grafite.

À MSc. Cláudia L.P. Maurício do Instituto de Radioproteção e Dosimetria (IRD), ao Dr. Dieter Regulla do Institut für Strahlenschutz, GSF - Forschungszentrum für Umwelt und Gesundheit - Alemanha, ao Dr. Luiz Antonio Ribeiro da Rosa do Instituto de Engenharia Nuclear (IEN), e ao Dr. José F.D. Chubaci do Instituto de Física da Universidade de São Paulo (IFUSP), pelo fornecimento das amostras para a realização deste trabalho.

Ao Dr. Mauro S. Dias e Dra. Marina F. Koskinas, pelas valiosas discussões e também pelo fornecimento do programa BINACE.

À Sra. Elizabeth S.R. Somessari e ao Sr. Carlos G. da Silveira da Coordenadoria de Aplicações na Engenharia e Indústria, pelas irradiações de amostras no acelerador de elétrons e na fonte panorâmica.

Ao Sr. Hélio S. Myaki, pelo programa COLUNA.

À minha família, pela confiança, apoio e compreensão durante todo o desenvolvimento do trabalho, em especial à Sra. Thereza T. da Rocha que sempre esteve à disposição para todo tipo de ajuda.

Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), pela possibilidade oferecida de realização deste trabalho.

À Coordenadoria de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, pelo suporte financeiro.

Aos amigos sempre presentes.

DESENVOLVIMENTO DE UM SISTEMA DE EMISSÃO EXOELETRÔNICA TERMICAMENTE ESTIMULADA PARA APLICAÇÃO EM DOSIMETRIA.

Felícia Del Gallo Rocha

RESUMO

Um sistema de emissão exoeletrônica termicamente estimulada (TSEE), constituído de um sistema leitor e de um sistema de aquecimento, foi projetado, construído e testado para aplicação em dosimetria das radiações pouco penetrantes, como radiações alfa, beta e X de energias baixas. O sistema leitor consiste de um detector proporcional de fluxo contínuo de gás, com geometria 2π , enquanto que o sistema de aquecimento é composto por um programador de temperaturas para a obtenção das taxas lineares de aquecimento das amostras. Foram realizados os testes para a caracterização do detector proporcional, bem como a verificação do funcionamento do sistema leitor com materiais de resposta TSEE conhecida, como óxido de berílio (BeO) e monocristais de óxido de magnésio (MgO). Foi feita a caracterização dosimétrica de alguns materiais, como pastilhas sinterizadas de sulfato de cálcio (CaSO₄) puro e com 10% de grafite em sua composição e de fluoreto de lítio dopado com magnésio, cobre e fósforo (LiF:Mg,Cu,P), filmes finos de fluoreto de lítio (LiF) em substratos de alumínio e aço inox e BeO em substratos de grafite. Como uma aplicação, foi estudada a viabilidade do uso de pastilhas sinterizadas de CaSO₄ puro e com 10% de grafite na monitoração de área de um acelerador de elétrons com energia do feixe variável. Os resultados obtidos demonstram a viabilidade do uso deste sistema na dosimetria das radiações pouco penetrantes.

DEVELOPMENT OF A THERMALLY STIMULATED EXOELECTRON EMISSION (TSEE) SYSTEM FOR DOSIMETRIC APPLICATIONS.

Felicia Del Gallo Rocha

Abstract

A thermally stimulated exoelectron emission measuring system (TSEE) with a counting (reader) and a heating system was designed, constructed and tested for the dosimetry of weakly penetrating radiations, such as alpha and beta particles and low energy X rays. The counting system consists of a 2π windowless gas-flow proportional counter, while the heating system is composed by a temperature programmer that provides linear heating of the samples. The characterization of the proportional counter was done, as well as the tests to verify the performance of the counting system with reference TSEE materials, such as beryllium oxide (BeO) and magnesium oxide (MgO) single crystals. The dosimetric characteristics of some materials as pure calcium sulphate (CaSO₄) sintered pellets and with 10% of graphite in its composition, lithium fluoride doped with magnesium, copper and phosphorus (LiF:Mg,Cu,P), lithium fluoride (LiF) thin films on aluminum and stainless steel substrates and BeO on graphite substrates were studied. As an application, the feasibility of the use of pure calcium sulphate sintered pellets and others with 10% of graphite in area monitoring of an electron accelerator with variable energy was studied. The obtained results show the usefulness of this system in the dosimetry of weakly penetrating radiations.

SUMÁRIO

RESUMO	<i>i</i>
ABSTRACT	<i>ii</i>
	Página
1 INTRODUÇÃO	1
2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS	6
2.1 <i>Definições</i>	6
2.1.1 Cristal	6
2.1.2 Defeitos do Cristal	6
2.1.2.1 Defeito Schottky.....	7
2.1.2.2 Defeito Frenkel	7
2.1.2.3 Centros de cor	7
2.2 <i>Teoria de Bandas</i>	8
2.3 <i>Emissão Exoeletrônica: O Fenômeno Propriamente Dito</i>	13
2.4 <i>Modelos Teóricos</i>	15
2.4.1 Modelo Físico-Químico.....	15
2.4.2 Modelo Auger	16
2.4.3 Modelo de Randall-Wilkins.....	17
2.5 <i>Sistemas de Detecção</i>	20
3 MATERIAIS E MÉTODOS	24
3.1 <i>Sistemas de Irradiação</i>	24
3.1.1 Radiação Gama.....	24
3.1.2 Radiação X de Energias Baixas (60 kV).....	25
3.1.3 Radiação Beta	27
3.1.4 Radiação Alfa	27
3.1.5 Radiação de Elétrons	27

3.2	<i>Sistema Leitor TSEE</i>	31
3.2.1	Fonte Radioativa de Controle.....	31
3.3	<i>Sistemas Auxiliares</i>	31
3.4	<i>Materiais Utilizados</i>	32
3.4.1	Pastilhas de Sulfato de Cálcio (CaSO_4)	32
3.4.2	Filmes Finos de Fluoreto de Lítio (LiF).....	32
3.4.3	Pastilhas de Fluoreto de Lítio Dopadas com Magnésio, Cobre e Fósforo (LiF: Mg,Cu,P)	33
3.4.4	Óxido de Berílio (BeO)	33
3.5	<i>Materiais para Testes do Sistema Leitor TSEE</i>	33
4	PROJETO E CONSTRUÇÃO DO SISTEMA DE DETECÇÃO	34
4.1	<i>Introdução</i>	34
4.2	<i>Detector Proporcional</i>	35
4.3	<i>Equipamento Eletrônico Associado</i>	38
5	CARACTERIZAÇÃO DO DETECTOR PROPORCIONAL	40
5.1	<i>Testes Preliminares</i>	40
5.2	<i>Região de Operação</i>	40
5.3	<i>Testes de Estabilidade a Curto e a Longo Prazos</i>	43
5.4	<i>Testes do Sistema Leitor TSEE com Materiais de Resposta Conhecida</i>	44
6	CARACTERIZAÇÃO DOSIMÉTRICA DAS AMOSTRAS	48
6.1	<i>Curvas de Emissão TSEE</i>	48
6.2	<i>Reprodutibilidade de Resposta</i>	55
6.3	<i>Curva de Resposta TSEE em Função da Dose</i>	57
6.3.1	Radiação Gama.....	57
6.3.2	Radiação X de Energias Baixas.....	62
6.3.3	Radiação Beta.....	67

6.3.4 Radiação Alfa	71
6.4 <i>Limite Mínimo Detectável</i>	79
6.5 <i>Dependência Energética</i>	80
6.5.1 Radiação X	80
6.5.2 Radiação Beta	82
6.5.3 Radiação Alfa	84
7 APLICAÇÃO: IRRADIAÇÃO COM ELÉTRONS	86
8 CONCLUSÕES.....	96
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	98

1 INTRODUÇÃO

O avanço contínuo do uso das radiações ionizantes em processos associados às aplicações médicas, industriais e de pesquisas contribuiu para que o número de pessoas expostas a algum tipo de radiação aumentasse, fazendo então com que novas técnicas e materiais fossem desenvolvidos para a monitoração individual, e em especial para a dosimetria das radiações pouco penetrantes, como no caso das radiações X de energias baixas, alfa e beta.

Nas últimas décadas, uma atenção especial vem sendo dada à dosimetria da radiação beta, principalmente após os acidentes nucleares de Three Mile Island e de Chernobyl, onde se verificou que a contribuição principal para a dose equivalente de corpo inteiro foi devida a este tipo de radiação^[1,2]. A determinação da dose devida à radiação beta enfrenta várias dificuldades; entre elas pode-se citar a necessidade de se medir a dose nas camadas muito finas da pele. Para se ter medidas precisas, são necessários dosímetros de dimensões reduzidas, acarretando assim uma diminuição de sua sensibilidade. A emissão exoeletrônica (EE), por envolver uma técnica muito sensível para a detecção de radiações pouco penetrantes, e por ser considerada um fenômeno de superfície, vem sendo empregada nestes casos^[3 - 13].

A emissão exoeletrônica é a emissão de elétrons de energias baixas, que ocorre da superfície de muitos sólidos isolantes, a temperaturas abaixo daquelas em que ocorre a emissão termoiônica, provocada por deformação mecânica, mudanças de fase, reações químicas ou exposição à radiação ionizante^[14 - 21]. Este efeito também é conhecido como pós-emissão de elétrons ou emissão fria.

Inicialmente, foi suposto que processos exotérmicos estariam envolvidos neste fenômeno, daí o nome de exoeletrons. Quando um suprimento extra de energia (térmica) estimula uma emissão adicional, essa emissão é chamada de emissão exoeletrônica termicamente estimulada, ou em Inglês ***Thermally Stimulated Exoelectron Emission (TSEE)***^[20, 22].

A emissão exoeletrônica pode também ser opticamente estimulada, expondo-se a superfície da amostra à luz visível, ultravioleta ou infravermelha, dependendo da profundidade das armadilhas. Este fenômeno é chamado de efeito fotoelétrico induzido ou de emissão exoeletrônica opticamente estimulada ou ***Optically Stimulated Exoelectron Emission (OSEE)***^[16, 18, 22].

As primeiras investigações do fenômeno datam de 1897 e foram descritas por Crase^[18], quando Russel, repetindo o experimento de Becquerel, observou que folhas de zinco tratadas mecanicamente ou expostas a raios-X causavam o escurecimento de emulsões fotográficas. Curie, em 1899, observou que certos materiais colocados próximos a uma fonte de ²²⁶Ra apresentavam uma emissão radioativa em decaimento. Rutherford, em 1900, notou o mesmo efeito para materiais que haviam sido colocados próximos a compostos de Tório.

O primeiro trabalho tratando especificamente da emissão exoeletrônica foi apresentado por McLennan em 1902, citado por outros autores^[15, 16, 18], que expôs sulfatos, sulfetos e cloretos a um feixe de raios catódicos, e identificou a carga negativa e a energia baixa das partículas emitidas, medidas com um eletrômetro folhado a ouro, enquanto as amostras eram aquecidas. Pela primeira vez, as curvas de emissão foram estudadas relacionando esse fenômeno com um outro tipo de emissão, denominado termoluminescência.

Apesar de ter sido frequentemente observada, somente após a publicação em 1949 dos primeiros estudos feitos por Kramer, descritos por Becker^[16] e Spurny^[20], foi que a emissão exoeletrônica começou a ser investigada

a fundo. Seus estudos incentivaram outras investigações e o fenômeno passou a ser chamado de “*Efeito Kramer*”.

Desde a contribuição inicial de Kramer muitos trabalhos têm sido publicados relacionados com a possível aplicação do fenômeno à dosimetria das radiações (devido à alta sensibilidade), estudo das propriedades superficiais de muitos sólidos (processos de fraturas), investigações geológicas, etc.

No entanto, em 1957, Becker^[16] descreveu como Kramer observou uma proporcionalidade da emissão exoeletrônica induzida pela radiação com a dose recebida em amostras de CaSO_4 , mas somente em 1962 foi publicado o primeiro estudo das possíveis aplicações dosimétricas da emissão exoeletrônica. A partir dessa data, o interesse pela TSEE em dosimetria das radiações fez surgir vários laboratórios com equipes trabalhando na pesquisa deste fenômeno.

Os trabalhos apresentados nos simpósios internacionais trouxeram a maioria das contribuições mais importantes ao estudo da emissão exoeletrônica. Dentre eles, destacam-se alguns que são mencionados a seguir.

O primeiro simpósio para o estudo da emissão exoeletrônica foi realizado em Innsbruck, Áustria, em 1956, onde foram discutidos os conceitos fundamentais da EE e os primeiros resultados das medidas da EE feitas no vácuo.

Bohun^[23], no III Simpósio Internacional de Exoeletrons, realizado em Braunschweig, Alemanha, em 1970, utilizou a técnica de TSEE e os efeitos correlacionados, isto é, a luminescência, a condutividade e a absorção óptica, para o estudo dos cristais iônicos, que são fortemente influenciados por fatores internos e externos, como o arranjo das imperfeições, impurezas, irradiação, tratamento térmico, etc.

Scharmman^[24], no IV Simpósio Internacional de Emissão Exoeletrônica e Dosimetria, realizado em Liblice, Rússia, em 1973, apresentou

uma revisão dos mecanismos de emissão e também dos efeitos que podem contribuir para a exoemissão, que eram utilizados até aquele momento.

Petel e Holzapfel^[25, 26] apresentaram no V Simpósio Internacional de Emissão Exoeletrônica e Dosimetria, em Zviskoske, Rússia, em 1976, e a seguir, em 1977, no IV Congresso Internacional de Proteção Radiológica, em Paris, França, os primeiros resultados da utilização de uma mistura de óxido de alumínio nas fases α e β , para a dosimetria das radiações.

Em 1983, no VII Simpósio de Emissão Exoeletrônica e suas Aplicações, realizado em Estrasburgo, França, Herbaut e colaboradores^[27] caracterizaram pastilhas sinterizadas de fluoreto de lítio (LiF) com grafite para a dosimetria beta e gama. Neste mesmo simpósio, foi apresentado um leitor comercial de TSEE, usado tanto em pesquisas como em trabalhos de rotina^[28].

Materiais como Al_2O_3 , BeO e LiF foram testados para a dosimetria beta e gama^[17, 29, 30 - 38], enquanto que amostras de Al_2O_3 na fase alfa ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) foram caracterizadas para aplicação em dosimetria acidental^[14].

Chubaci, Watanabe e colaboradores estudaram a emissão exoeletrônica de monocristais de MgO puro com implantação de íons de H^+ , He^+ e Al^+ , verificando uma alteração na resposta TSEE, que depende da natureza do íon implantado, da energia e da dose do implante (n° . de íons/ cm^2)^[39, 40].

A técnica TSEE tem atraído a atenção de pesquisadores em todo o mundo, diante da potencialidade de aplicações deste fenômeno; novos tipos de materiais e dosímetros, além de sistemas leitores de TSEE, têm sido desenvolvidos.

No momento, o interesse está estimulado por um aumento na demanda de dosímetros apropriados para medidas de dose em camadas extremamente finas, e também para as radiações de curto alcance.

O fato da técnica TSEE envolver principalmente fenômenos superficiais faz com que seja especialmente interessante aplicá-la para a detecção das radiações de pouca penetração na matéria como radiação X de energias baixas, alfa e beta, que agem essencialmente na superfície, bem como na determinação das taxas de doses de superfícies contaminadas, detecção de trítio em superfícies contaminadas de difícil acesso, onde somente dosímetros (detectores) de dimensões reduzidas podem ser introduzidos e também na determinação da concentração de radônio de até 10 Bq.m^{-3} em períodos de um a dois dias^[2].

O objetivo deste trabalho é o desenvolvimento de um sistema de detecção da emissão exoeletrônica termicamente estimulada, estudando suas características e a possibilidade da utilização de materiais como BeO em substratos de grafite, CaSO_4 e $\text{CaSO}_4 + 10\%$ de grafite, LiF: Mg,Cu,P e filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox, para a dosimetria das radiações X de energias baixas, alfa e beta.

Serão apresentados os resultados obtidos em relação à reprodutibilidade, dependência energética, intervalo de dose, etc. dos materiais citados, utilizando-se um detector proporcional de fluxo contínuo de gás juntamente com todo o sistema de aquecimento das amostras desenvolvido neste trabalho.

2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Neste capítulo serão apresentados os modelos teóricos utilizados para se explicar o fenômeno da emissão exoeletrônica. Para isto são necessários alguns conceitos a respeito de cristais iônicos e da teoria de bandas. Serão também apresentados os sistemas leitores comumente usados na detecção da TSEE.

2.1 Definições

2.1.1 Cristal

Um cristal pode ser definido como um arranjo tridimensional periódico de átomos^[41,42]. A estrutura dos cristais pode ser descrita em termos de uma rede com um grupo de átomos ligados a cada ponto da rede. Este grupo é denominado base, e se repete no espaço para formar a estrutura cristalina.

Para formar um cristal, associa-se a cada ponto da rede uma base idêntica formada por s átomos situados nas posições:

$$\vec{r} = x_j \vec{a} + y_j \vec{b} + z_j \vec{c} \quad \text{com } j = 1, 2, 3, \dots, s \quad (2.1)$$

onde \vec{a} , \vec{b} e \vec{c} : vetores de translação fundamentais.

2.1.2 Defeitos do Cristal

Qualquer desvio da estrutura de uma rede periódica constitui uma imperfeição ou um defeito. As imperfeições puntiformes mais comuns são as impurezas químicas, sítios vazios da rede e átomos extra situados em posições regulares da rede. A cor de muitos cristais deve-se à introdução de impurezas.

2.1.2.1 Defeito Schottky

O defeito mais simples é a vacância da rede ou defeito Schottky, que corresponde à ausência de um átomo ou de um íon. O defeito Schottky num cristal perfeito é criado pela transferência de um átomo do interior da rede até um sítio da rede na superfície do cristal^[41, 43, 44].

2.1.2.2 Defeito Frenkel

O defeito Frenkel é aquele em que um átomo se transfere de um sítio da rede até uma posição intersticial, que é uma posição que não é normalmente ocupada por um átomo^[42].

2.1.2.3 Centros de cor

Define-se um centro de cor como uma configuração eletrônica associada com defeitos na rede cristalina, tais como vacâncias e impurezas ou aglomerados destes, que causam a absorção de fótons numa região do espectro (região visível) para o qual o sólido é ordinariamente transparente^[41, 45]. O termo também é usado no caso das bandas de absorção na região do espectro infravermelho e ultravioleta.

Os cristais iônicos, incluindo os haletos alcalinos, que possuem uma estrutura cristalina simples, são transparentes na região visível do espectro; no entanto, podem apresentar cores de diversas maneiras pela introdução de impurezas químicas, exposição à radiação ionizante, pela implantação de íons metálicos, etc.

Em haletos alcalinos, os centros de cor mais estudados são os centros de elétrons ou centros F, e os centros de buracos, ou centros V_k e H.

O centro F consiste de um elétron armadilhado em uma vacância de um íon negativo; o centro V_k consiste de um buraco compartilhado por dois

íons halogêneos adjacentes, enquanto que o centro H corresponde a um buraco armadilhado ao longo de quatro íons halogêneos em três sítios de rede adjacentes.

2.2 Teoria de Bandas

Um cristal consiste de um arranjo tridimensional periódico de átomos, sendo que os elétrons podem estar em níveis de energia permitidos, que são as chamadas bandas de energia. Estas bandas de energia são separadas por bandas de energia proibidas, também chamadas de "gaps" de energia. A ocupação de qualquer banda é caracterizada pela função de densidade de estados dada por^[46] :

$$N(E_i) = Z(E_i) \cdot f(E_i) \quad (2.2)$$

onde $Z(E_i)$: densidade dos estados disponíveis

$f(E_i)$: função de distribuição de Fermi-Dirac, dada por

$$f(E_i) = \frac{1}{\exp((E_i - E_f) / kT) + 1} \quad (2.3)$$

onde E_i : energia do estado considerado

E_f : energia de Fermi ou potencial químico

k : constante de Boltzmann

T : temperatura

À temperatura $T = 0$ K, em um semiconductor ou isolante, todos os níveis de energia abaixo do nível de Fermi estão repletos; é a chamada banda de valência (BV). Os níveis permitidos, acima do nível de Fermi, encontram-se vazios; constituem a chamada banda de condução (BC). A representação esquemática das bandas de energia, para $T = 0$ K, pode ser vista na figura 2.1.

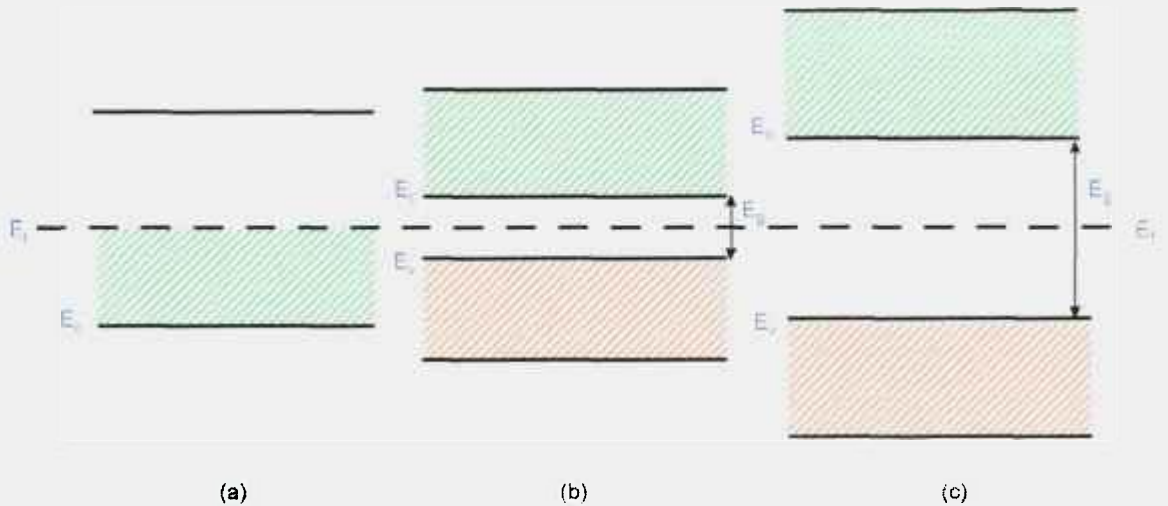


Figura 2.1 - Representação esquemática das bandas de energia para $T = 0$ K, em um metal (a), um semicondutor (b) e um isolante (c)^[46], onde:

E_v : energia do topo da banda de valência

E_c : energia do fundo da banda de condução

E_g : largura da banda proibida

E_f : energia de Fermi ou potencial químico

A incorporação de impurezas ou a formação de defeitos na rede cristalina introduz níveis de energia metaestáveis localizados na banda proibida, denominados armadilhas^[21, 44, 46], que consistem de centros de elétrons ou de buracos respectivamente, como mostra a figura 2.2.

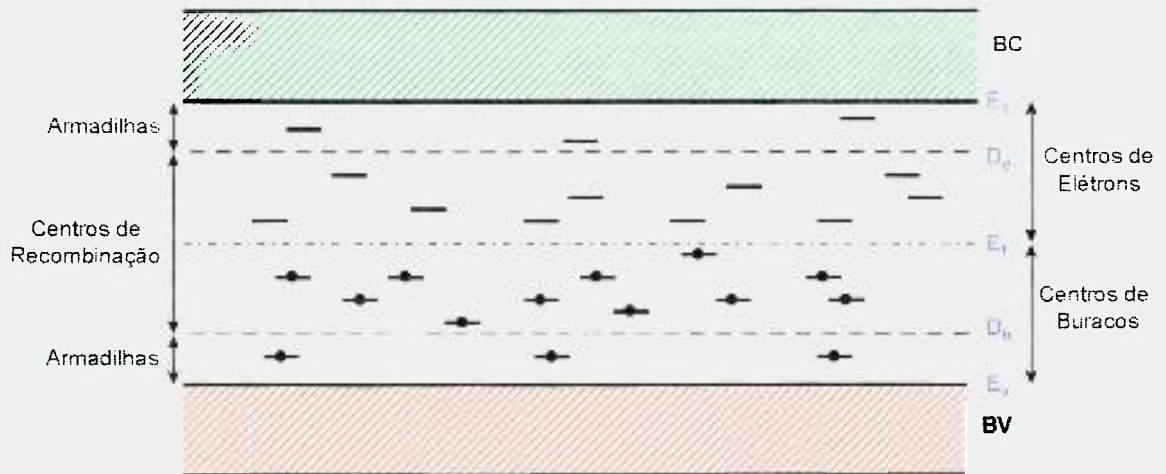


Figura 2.2 - Representação esquemática dos níveis de energia em um isolante em $T = 0$ K. Os níveis abaixo de E_f estão repletos de elétrons, enquanto que os acima encontram-se vazios^[46], onde:

BC : banda de condução

BV : banda de valência

D_e : nível de energia com probabilidade de armadilhamento e recombinação para elétrons

D_h : nível de energia com probabilidade de armadilhamento e recombinação para buracos

A uma temperatura T , define-se um nível de energia D , no qual as probabilidades de armadilhamento e recombinação são iguais (D_e para elétrons e D_h para buracos). Todos os níveis com energia E , onde $E > E_c - D_e$, são considerados centros de recombinação, e, se $E > D_h - E_v$, os níveis são considerados como armadilhas.

Quando um cristal está sendo irradiado a uma temperatura T_0 por algum tipo de radiação ionizante (radiação X, γ , partículas α , β , etc), são produzidos neste material pares elétrons-buracos, que migram através do mesmo

até se recombinarem ou serem capturados em armadilhas. Este processo é ilustrado na figura 2.3.

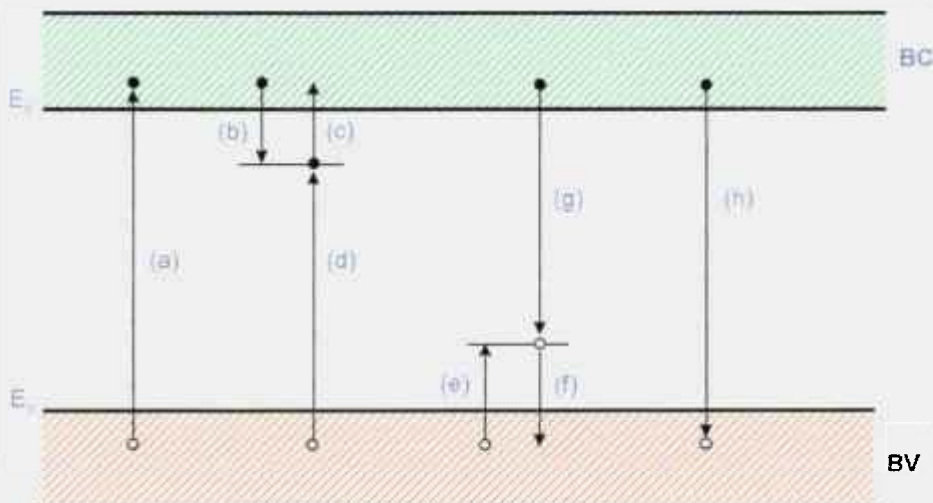


Figura 2.3 - Transições eletrônicas em um cristal (isolante ou semiconductor)^[46].

- a - ionização
- b - elétron armadilhado
- c - liberação de um elétron
- e - buraco armadilhado
- f - liberação de um buraco
- d e g - recombinações indiretas
- h - recombinação direta

A interação da radiação ionizante com o cristal resulta na transferência de elétrons da banda de valência para a banda de condução. Uma porcentagem desses elétrons liberados se recombina em um curto período de tempo com ativadores, liberando sua energia na forma de luz (fluorescência), enquanto que os elétrons remanescentes são capturados em armadilhas. Este processo é ilustrado na figura 2.4.a. Se as armadilhas não forem muito profundas, o esvaziamento das mesmas e também a recombinação de elétrons-buracos pode ocorrer próximo à temperatura ambiente, sendo estas transições posteriores à excitação. Este efeito é comumente chamado de fosforescência^[16, 46].

Ao se aquecer o cristal, os elétrons escapam das armadilhas ao absorverem energia térmica, indo para a banda de condução. A maioria dos elétrons retorna para a banda de valência após um curto período de tempo ($\sim 10^{-8}$ s) dando origem à luminescência. No entanto, alguns dos elétrons são mantidos em armadilhas dentro da banda proibida (associadas a defeitos da rede como intersticiais ou impurezas). Cada elétron armadilhado deixa um buraco na banda de valência, que é rapidamente armadilhado ou então se recombina com um elétron. O buraco na sua armadilha, neste caso, é chamado centro de recombinação ou centro de luminescência^[21]. Quando estas recombinações ocorrem durante o aquecimento do cristal, parte da energia é liberada como luz visível ou ultravioleta, observando-se a termoluminescência como mostrado na figura 2.4.b.

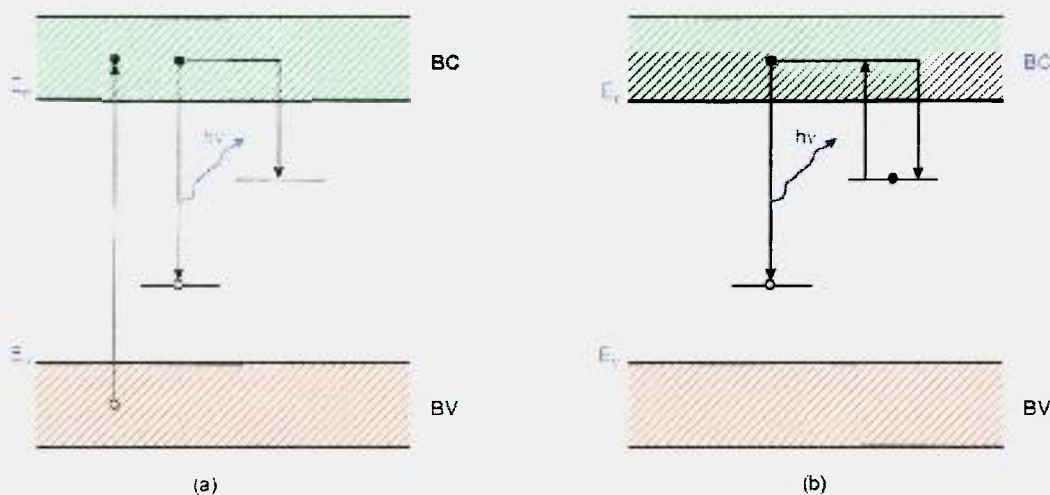


Figura 2.4 - Processos que ocorrem em um cristal: a) durante a exposição à radiação ionizante e b) durante o aquecimento posterior desse mesmo cristal^[16].

Supondo-se que a termoluminescência é causada pela liberação térmica dos elétrons de uma armadilha simples, a uma profundidade E (na banda proibida), então a probabilidade de escape de um elétron por segundo é dada por:

$$p = \frac{1}{\tau} = s \cdot \exp(-E/kT) \quad (2.4)$$

onde τ : vida média do elétron

s : fator de frequência

E : profundidade da armadilha

k : constante de Boltzmann

T : temperatura do cristal

Em temperaturas baixas do cristal, a vida média dos elétrons armadilhados relativos aos picos dosimétricos é grande, e poucos (ou mesmo nenhum dos) elétrons são liberados. Aumentando-se a temperatura, essa vida média diminui, causando um aumento da emissão, que é máxima à temperatura do pico. Após atingir o máximo, a emissão decresce à medida que as armadilhas ou centros de recombinação são esvaziados. Os diferentes picos da curva de emissão indicam grupos de armadilhas de diferentes profundidades, e a forma da curva de emissão varia de um material para outro, dependendo não somente de parâmetros intrínsecos como da energia de ativação E e do fator de frequência s , mas também da taxa de aquecimento, da dose de radiação e da concentração de armadilhas.

2.3 Emissão Exoeletrônica: O Fenômeno Propriamente Dito

Como já visto anteriormente, a emissão exoeletrônica consiste da emissão de elétrons de energias baixas de vários sólidos isolantes (cristais iônicos) e não depende somente das suas características físicas e químicas, mas também das características da superfície dos materiais. Para a descrição do fenômeno da TSEE, utiliza-se, como na termoluminescência, a teoria das bandas de energia.

Devido à excitação pela radiação ionizante (α , β , γ , X), os elétrons são transferidos da banda de valência para a banda de condução, mas alguns podem ser armadilhados. Entre estas armadilhas existem as chamadas

superficiais e outras chamadas volumétricas, sendo que elas possuem os níveis de energia situados na banda proibida, de largura E_g , como mostra a figura 2.5.

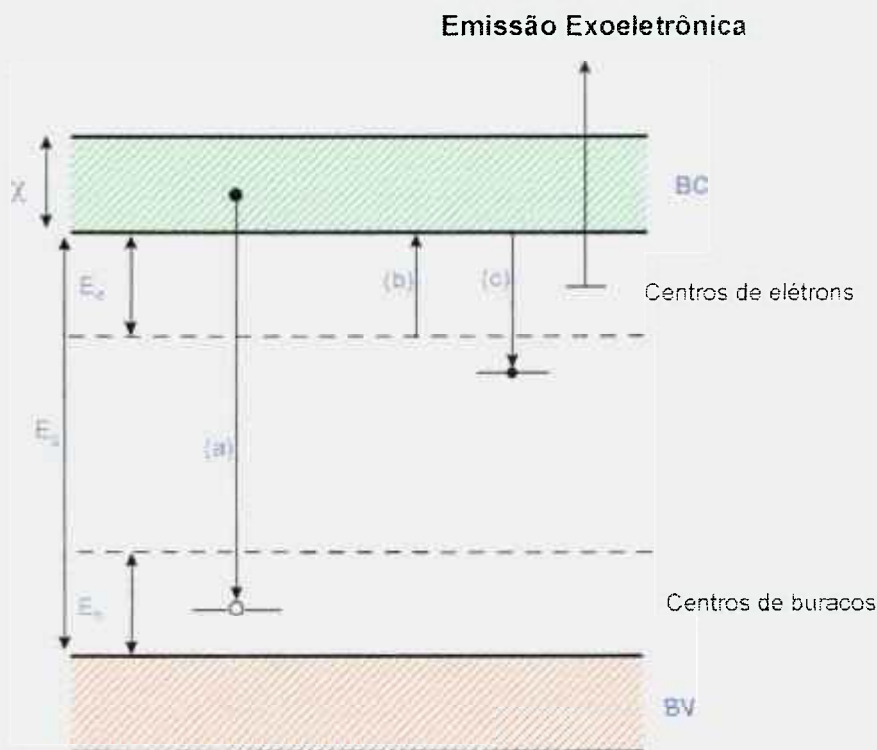


Figura 2.5 - Localização dos elétrons após a excitação^[14], onde:

(a) luminescência

(b) excitação

(c) rearmadilhamento

E_e : energia de ativação dos elétrons

E_h : energia de ativação dos buracos

χ : afinidade eletrônica.

Os exoeletrons, como são chamados, originam-se em uma camada muito fina da superfície, da ordem de 10^{-4} a 10^{-3} mm^[16]. Portanto, espera-se que a exoemissão seja muito sensível a variações na estrutura da superfície de um dado material, devido a defeitos na superfície e também à presença de impurezas no material. Dependendo da profundidade das armadilhas dos elétrons, a

exoemissão pode ocorrer desde temperaturas de $-240\text{ }^{\circ}\text{C}$ (KBr)^[16] até superiores a $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)^[14]. A energia média observada para a exoemissão é de 0,1 a 0,7 eV e a energia máxima, cerca de 2 a 8 eV^[16, 31].

A liberação dos elétrons de suas armadilhas pode ser feita através de um fornecimento de energia na forma de estimulação térmica (elevação da temperatura) ou óptica (excitação luminosa). Os elétrons liberados pela estimulação podem então deixar a banda de condução, por rearmadilhamento ou recombinação em centros de luminescência, ou então ainda deixar a superfície do cristal: trata-se da exoemissão. A emissão exoeletrônica em função da temperatura da amostra gera a chamada curva de emissão exoeletrônica^[15, 19].

2.4 Modelos Teóricos

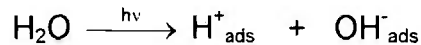
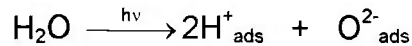
Os modelos utilizados para explicar o fenômeno da TSEE podem ser divididos em duas categorias: modelos químicos ou físico-químicos, como o de Krylova, e os modelos físicos ou de volume, como o modelo de Randall-Wilkins, em que as reações cinéticas são descritas por uma estrutura de um modelo de bandas de energia simplificado, incluindo o modelo Auger.

2.4.1 Modelo Físico-Químico

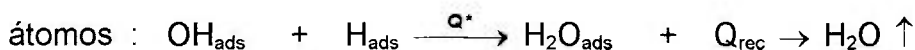
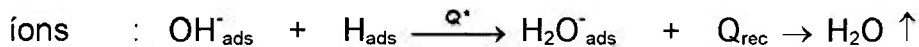
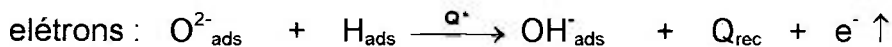
Neste modelo, desenvolvido por Krylova e descrito por Alessandri-Fraccaro^[14] e Chubaci^[22], a excitação da TSEE é obtida por mudanças físico-químicas induzidas por irradiação ou deformação mecânica e o processo se dá por aquecimento com conversão de fase em compostos adsorvidos, formação de camada adsorvida móvel, recombinação termicamente estimulada de íons (H^+_{ads} , $\text{O}^{2-}_{\text{ads}}$) e radicais (H_{ads} , OH_{ads}), emissão de elétrons, íons e átomos neutros. Neste processo, as cargas estão situadas nas camadas de adsorção na superfície do cristal, e os elétrons são liberados de suas armadilhas através de reações físico-químicas das moléculas, provocadas pela estimulação; os elétrons da banda de condução não participam do processo. Como exemplo, são

mostradas as transformações físico-químicas da água adsorvida num cristal, induzidas por raios X^[14, 22]:

1) Excitação de emissão (criação de íons e radicais)



2) Estimulação da emissão (recombinação de íons e radicais) de



sendo Q^* : quantidade de energia térmica fornecida durante o aquecimento

Q_{rec} : quantidade de energia térmica necessária para o processo de emissão.

2.4.2 Modelo Auger

A energia $E = E_h - E_e$, que é liberada da recombinação de um buraco (energia E_h) com um elétron (energia E_e), é cedida para um outro elétron armadilhado. Se essa energia for superior à afinidade eletrônica do cristal, poderá ocorrer a emissão exoeletrônica (figura 2.6). Este modelo foi primeiramente proposto por Bohun e descrito por Scharmann^[24], sendo os melhoramentos introduzidos por Tolpygo e Sheikman, conforme descrito por Alessandri-Fraccaro^[14].

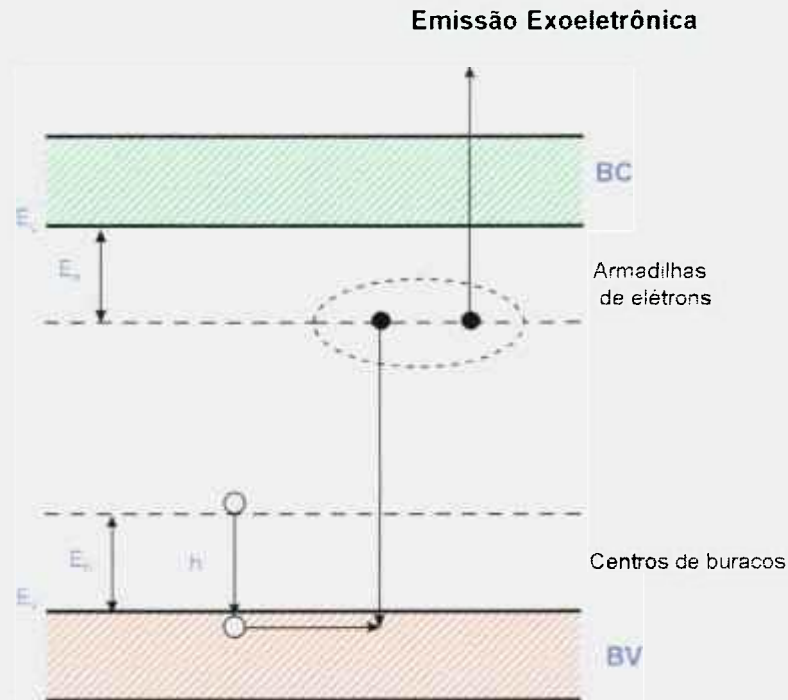


Figura 2.6 - Modelo Auger de exoemissão^[14]

2.4.3 Modelo de Randall-Wilkins

Devido à existência da grande similaridade entre as curvas de emissão TSEE e TL, são utilizados os mesmos argumentos para a análise da exoemissão por meio de modelos de TL como o de Randall-Wilkins, descritos por vários autores^[16, 18, 21, 22].

A equação da TSEE é estabelecida partindo-se da hipótese que a energia dos elétrons armadilhados segue uma distribuição de Boltzmann, pela teoria da cauda de Maxwell, ou seja, após a absorção de energia E , os elétrons que estão armadilhados são liberados para a banda de condução, conforme uma distribuição Maxwelliana de energia; estes elétrons termicamente liberados podem se rearmadilhar, se recombinar ou escapar do sólido dando origem à exoemissão. A emissão será possível se a afinidade eletrônica χ , ou função trabalho ϕ , for suficientemente baixa e existirem elétrons com energia cinética maior que χ .

A probabilidade p de um elétron escapar de uma armadilha de profundidade E abaixo da banda de condução, a uma temperatura T , como na termoluminescência, é dada por:

$$p = \frac{1}{\tau} = s \cdot \exp(-E/kT) \quad (2.5)$$

Se o número de armadilhas é designado por c , então a sua redução $\left(-\frac{dc}{dT}\right)$, durante uma taxa de aquecimento linear $q = \frac{dT}{dt}$, obedece à seguinte equação, que é a equação de Randall-Wilkins:

$$-\frac{dc}{dT} = \frac{c}{q} \cdot s \cdot \exp(-E/kT) \quad (2.6)$$

ou então

$$c = c_0 \cdot \exp\left[-\frac{s}{q} \cdot \int_0^T e^{-E/kT} \cdot dT\right] \quad (2.7)$$

onde c_0 : fração de armadilhas que se dissociam entre T e $T + dT$.

Na figura 2.7 é apresentada a curva de emissão TSEE ou $-\frac{dc}{dT}$ como função da temperatura de aquecimento da amostra. A temperatura do pico de emissão T_{\max} é obtida quando $\frac{d^2c}{dT^2} = 0$, ou seja,

$$\frac{s}{q} \cdot \exp\left(-\frac{E}{kT_{\max}}\right) - \frac{E}{kT_{\max}^2} = 0 \quad (2.8)$$

Obtém-se assim a relação entre a taxa de aquecimento e a temperatura T_{\max} do pico de emissão, dada por:

$$q = \frac{s \cdot k \cdot T_{\max}^2}{E} \cdot \exp\left(\frac{E}{kT_{\max}}\right) \quad (2.9)$$

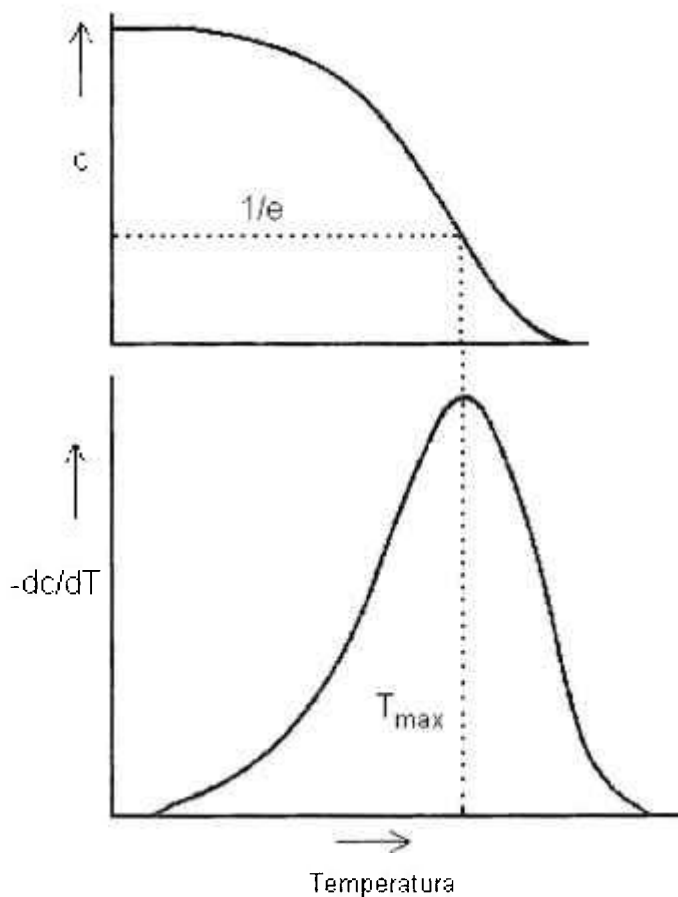


Figura 2.7 - População de elétrons armadilhados c e sua redução ($-dc/dT$) durante aumento linear da temperatura de uma amostra ^[16, 47], constituindo uma curva de emissão TSEE.

Para que os elétrons possam deixar a superfície do cristal, os mesmos devem superar a função trabalho ou afinidade eletrônica, e neste caso a corrente de emissão termicamente estimulada é dada por:

$$j = n(T) \cdot \left(\frac{kT}{2\pi m^*} \right)^{1/2} \cdot \exp\left(-\frac{\phi}{kT}\right) \quad (2.10)$$

onde j : densidade de corrente

$n(T)$: concentração momentânea dos elétrons na banda de condução resultante de todos os centros e armadilhas envolvidos

m^* : massa efetiva do elétron

ϕ : função trabalho

2.5 Sistemas de Detecção

Existem vários sistemas de contagens utilizados para a detecção de elétrons de energias baixas, e entre eles estão os detectores Geiger-Müller, as câmaras de ionização e os detectores proporcionais de fluxo contínuo de gás, juntamente com um sistema de aquecimento para fornecer taxas de aquecimento lineares das amostras no intervalo de 0,5 a 10 °C/s.

Os primeiros resultados experimentais foram obtidos com a utilização de detectores Geiger-Müller de fluxo contínuo de gás convencionais, que empregavam como anodo uma esfera de platina de ~ 0,2 mm presa em uma das extremidades de um fio de platina, ligado ao catodo. Este tipo de detector era utilizado por apresentar um sinal de saída alto; no entanto, as perdas devido ao tempo morto, da ordem de 200 μ s, para altas taxas de emissão (~ 10⁵ cpm), acabaram por limitar o uso deste tipo de detector. Devido a estas limitações, os detectores GM foram sendo adaptados para a obtenção de melhores resultados^[18, 48, 49].

Os detectores GM puntiformes^[14, 50] ou do tipo multi-agulhas^[51], as câmaras de ionização^[52, 53] e os detectores proporcionais^[54, 55] têm sido atualmente utilizados para a medida da TSEE.

*PROCESS for the preparation of materials with an intensive exoelectron emission. Budapest, Novex, Apr., 1975. (Catálogo Comercial)

A figura 2.8 mostra o diagrama esquemático de uma câmara de ionização para a medida da TSEE. Primeiramente a amostra é excitada através da exposição à radiação ionizante. Neste processo, os elétrons podem ser armadilhados. Quando a amostra é então aquecida no sistema leitor, os elétrons são termicamente estimulados das armadilhas, podendo ser liberados da superfície da amostra e acelerados para o outro eletrodo através da diferença de potencial mantida, gerando assim uma corrente elétrica em função da temperatura ou do tempo de aquecimento, o que constitui a curva de emissão TSEE.

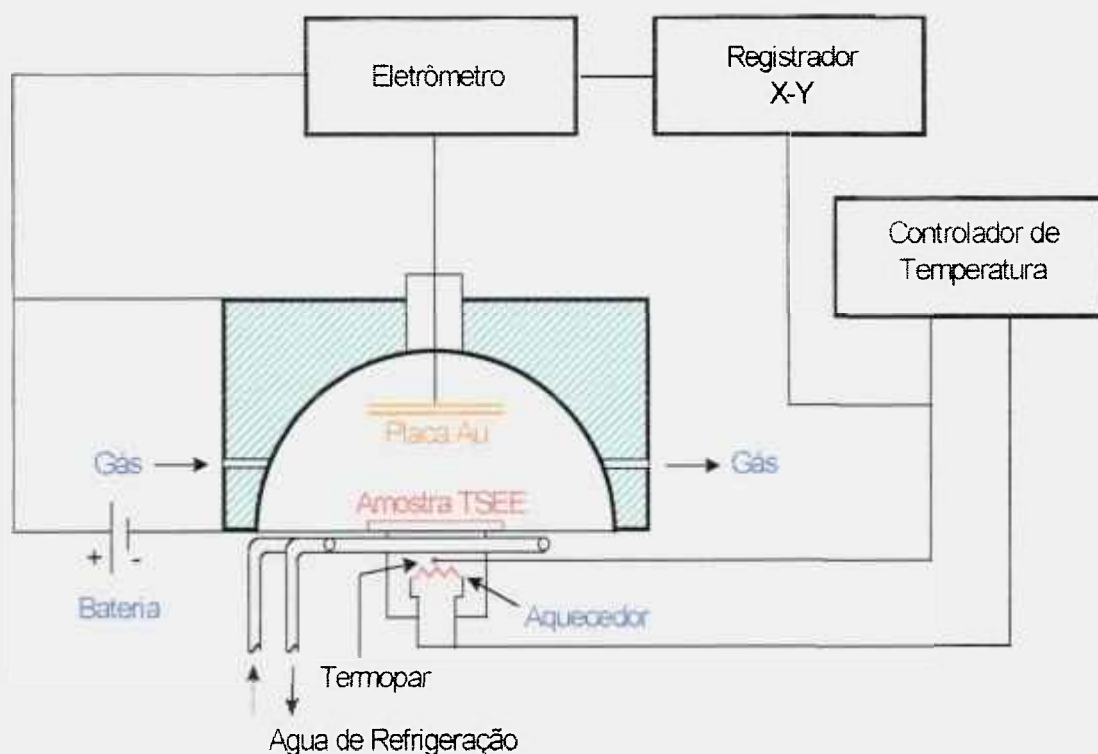


Figura 2.8 - Diagrama de uma câmara de ionização utilizada para a medida da TSEE^[52].

Devido às energias baixas dos elétrons emitidos, não é aconselhável a utilização de detectores com janela para a medida da TSEE. Por

apresentarem um tempo morto da ordem de apenas $0,1 \mu\text{s}$, sinal de saída alto, boa reprodutibilidade, características essas necessárias para a obtenção da TSEE, os detectores proporcionais de fluxo contínuo de gás têm sido os mais recomendados para a detecção do fenômeno em questão.

Geralmente estes detectores são construídos em geometria 2π , sendo a amostra posicionada diretamente no volume ativo do detector^[56, 57, 58]. A figura 2.9 mostra a representação esquemática para este tipo de detector.

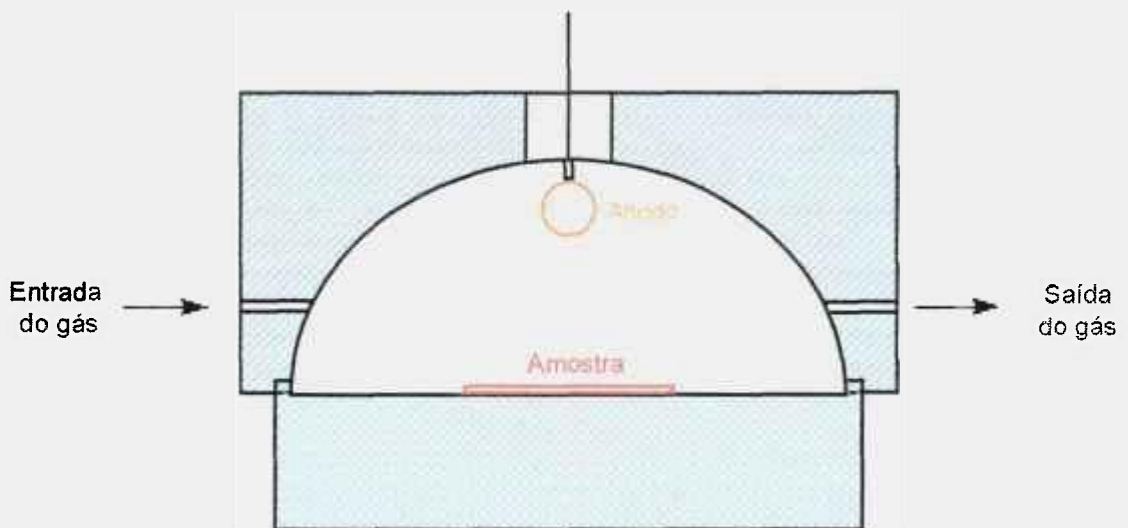


Figura 2.9 - Diagrama de um detector proporcional de fluxo contínuo de gás, com geometria 2π e fio anodo tipo "loop"^[56].

O fio anodo geralmente consiste de um fio preso em ambos os lados do catodo por meio de isolantes, ou então de uma pequena esfera ($0,25$ a $0,30$ mm de diâmetro) presa ao final de um outro fio e inserida em um tubo capilar de aço inox, conectando o anodo com a alta tensão, que pode variar de 1 a 4 kV. Os materiais comumente utilizados como anodo são o aço inox, a platina, o tungstênio, o ouro e o molibdênio. O catodo é mantido aterrado de tal forma que a alta tensão possa ser aplicada para assegurar que todos os elétrons sejam

atraídos em direção à região do campo elétrico alto nas vizinhanças do fio anodo. Os materiais utilizados como catodo são o cobre, o latão e o aço inox.

Para os detectores proporcionais, são utilizados os gases nobres, em particular argônio, com uma pequena porcentagem de um outro gás. Geralmente utiliza-se o gás constituído por metano (10%) e argônio (90%). Pode-se utilizar também uma mistura de 4% de isobutano e 96% de hélio ou então somente o metano. A pressão do gás é da ordem de 1 atm, e o fluxo de gás é da ordem de 200 cm³/h, sendo que o controle do fluxo é feito através de um medidor de vazão com válvula tipo agulha.

O equipamento eletrônico associado ao sistema de medida deve constar dos seguintes itens: fonte de alta tensão, pré-amplificador, discriminador, medidor da taxa de contagens e um registrador X-Y para a obtenção das curvas de emissão TSEE.

Um outro tipo de arranjo experimental para a medida da TSEE consiste de um sistema leitor múltiplo de alto vácuo que foi utilizado por Chubaci^[22] na Universidade de Osaka, Japão, que é composto por um sistema de aquecimento das amostras, um sistema detector e um sistema de alto vácuo. A máxima temperatura obtida foi de 508 °C. Os elétrons emitidos são detectados por um tubo elétron multiplicador (TEM), fornecendo uma corrente que é amplificada e enviada a um analisador multicanal, e as curvas são obtidas em um registrador X-Y ou armazenadas em disquetes de microcomputador. O TEM é alimentado com uma fonte de alta tensão entre 3000 e 3200 V. O suporte de amostras e o TEM ficam localizados dentro de uma cúpula de metal, sendo a pressão no seu interior menor que $1,33 \times 10^{-5}$ Pa. Este sistema leitor múltiplo permite a realização de medidas de termoluminescência, substituindo-se o TEM por uma válvula fotomultiplicadora.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Serão apresentados a seguir os sistemas de irradiação das amostras, e os materiais estudados neste trabalho.

3.1 *Sistemas de Irradiação*

3.1.1 Radiação Gama

No caso da radiação gama foram utilizados os arranjos pertencentes ao Serviço de Proteção Radiológica e à Coordenadoria de Aplicações na Engenharia e Indústria do IPEN:

A. Laboratório de Calibração de Instrumentos, Serviço de Proteção Radiológica:

- I. Unidade de teleterapia de ^{60}Co (energias da radiação gama de 1,17 e 1,33 MeV) da Keleket Barnes Flexaray, modelo IS, com atividade de 0,441 TBq (abril/1997), taxa de exposição de $4,44 \times 10^{-2} \text{ C.kg}^{-1}.\text{h}^{-1}$, à distância de 30 cm e campo de radiação de $10 \times 10 \text{ cm}^2$;
- II. Fonte de ^{60}Co em irradiador construído no IPEN, modelo CPIO-AO 0197/82, série IR - 003, com atividade de 0,119 TBq (abril/1997), taxa de exposição de $15,8 \times 10^{-3} \text{ C.kg}^{-1}.\text{h}^{-1}$, à distância de 26,5 cm e campo de radiação com 8,0 cm de diâmetro;
- III. Fonte de ^{137}Cs (energia da radiação gama de 662 keV), Gamma Calibrator, modelo 64 - 764, com atividade de 1,92 GBq (abril/1997), taxa de exposição de $1,97 \times 10^{-4} \text{ C.kg}^{-1}.\text{h}^{-1}$, à distância de 15 cm e campo de radiação com 6,5 cm de diâmetro;

-
- B. Supervisão de Aplicações da Radiação e Radioisótopos, Coordenadoria de Aplicações na Engenharia e Indústria:
- I. Fonte de ^{60}Co do tipo panorâmica na forma de bastão, da Yoshizawa Kiko Co. Ltd., com atividade de 86,7 TBq (abril/1997), taxa de exposição de $30,8 \text{ C.kg}^{-1}.\text{h}^{-1}$, à distância de 5 cm.

3.1.2 Radiação X de Energias Baixas (60 kV)

A radiação X com energias efetivas de 14,3 a 21,2 keV foi obtida utilizando-se um gerador Rigaku Denki Co. Ltd., Japão, tipo Geigerflex (potencial constante), acoplado a um tubo Philips, Holanda, modelo PW 2184/00, com janela de 1 mm de Berílio e anodo de Tungstênio, pertencente ao Laboratório de Calibração de Instrumentos do IPEN. Na tabela 3.1 encontram-se as características das qualidades de radiação, nível Radioterapia, e na tabela 3.2 as qualidades de radiação, nível Radioproteção. Para o posicionamento das amostras durante a realização das medidas utilizou-se uma garra fixa a uma haste, ambas confeccionadas em alumínio, sendo a irradiação no ar.

Tabela 3.1 - Características das qualidades de radiação, nível Radioterapia, do sistema de radiação X de energias baixas.

Tensão (kV)	Corrente (mA)	Filtração Adicional (mmAl)	Energia Efetiva (keV)	Camada Semi-redutora (mmAl)	Taxa de Exposição (C.kg ⁻¹ .h ⁻¹)
25	30	0,445	14,3	0,26	0,652
30	30	0,545	15,5	0,37	0,684
40	30	0,682	17,7	0,56	0,954
45	25	0,733	18,7	0,65	0,907
50	25	1,021	21,2	0,91	0,749

Tabela 3.2 - Características das qualidades de radiação, nível Radioproteção, do sistema de radiação X de energias baixas.

Tensão (kV)	Filtração Adicional		Energia Efetiva (keV)	Camada Semi-redutora		Taxa de Exposição (mC.kg ⁻¹ .h ⁻¹)
	(mmAl)	(mmCu)		(mmAl)	(mmCu)	
20	0,92		16	0,35		0,116
25	1,70		20	0,66		0,115
30	2,70		24	1,02		0,074
40	4,92		31	1,95		0,117
50	1,12	0,23	38	3,27		0,111
40 (ISO)		0,21	33		0,086	0,021
60 (ISO)		0,57	48		0,232	0,034

3.1.3 Radiação Beta

O sistema de fontes de radiação beta, do Laboratório de Calibração de Instrumentos, é constituído por quatro fontes calibradas de $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$, ^{204}Tl e ^{147}Pm , um porta-fonte e uma unidade de controle de tempo de irradiação da Buchler GmbH & Co., Alemanha, com certificados de calibração do Laboratório de padronização primária alemão Physikalisch - Technische Bundesanstalt (PTB). As principais características deste sistema encontram-se na tabela 3.3.

3.1.4 Radiação Alfa

Os sistemas de fontes de radiação alfa utilizados são constituídos por quatro fontes de ^{238}Pu , ^{239}Pu , ^{244}Cm e ^{241}Am , confeccionadas e calibradas no Laboratoire de Métrologie des Rayonnements Ionisants (LMRI - França), e por onze fontes padrões secundárias confeccionadas e calibradas no Laboratório de Metrologia Nuclear do IPEN (LMN), e pertencentes ao Laboratório de Calibração de Instrumentos. As principais características deste sistema encontram-se nas tabelas 3.4 e 3.5 respectivamente.

3.1.5 Radiação de Elétrons

As irradiações com elétrons foram feitas utilizando-se o acelerador de elétrons da Radiation Dynamics, Inc., modelo Dynamitron nº E00-10210, pertencente à Coordenadoria de Aplicações na Engenharia e Indústria. A energia do feixe de elétrons pode variar de 0,5 a 1,5 MeV, a corrente de feixe de 0,3 a 25 mA e a largura de varredura de 60 a 112 cm. Neste trabalho, os parâmetros selecionados na irradiação com feixes de elétrons são mostrados na tabela 3.6.

Tabela 3.3 - Características do sistema padrão secundário de radiação beta.

Radionuclídeo	¹⁴⁷ Pm	²⁰⁴ Tl	⁹⁰ Sr + ⁹⁰ Y	⁹⁰ Sr + ⁹⁰ Y
Atividade nominal (MBq)	518	18,5	74	1.850
Energia média da radiação beta (MeV)	0,06	0,24	0,80	0,80
Taxa de dose absorvida no ar (μGy/s)	0,366	0,412	1,707	518,4
Taxa de dose absorvida no tecido (μGy/s)	0,411	0,462	1,896	575,9
Distância de calibração (cm)	20	30	30	11
Data de referência	25.05.90	09.06.90	12.01.81	04.02.81

Tabela 3.4 - Características do sistema de radiação alfa, com fontes padrões secundárias do LMRI. (Os valores de fluxo de emissão são referentes a 19.10.1989)

Radionuclídeo (identificação)	Meia-Vida $T_{1/2}$ (anos)	Energia (keV)	Intensidade (%)	Fluxo de Emissão (s^{-1})
^{238}Pu (1319)	$(87,74 \pm 0,09)$	5.456,3	28,8	1.140
		5.499,1	71,0	
^{239}Pu (1617)	$(2,411 \pm 0,003) \times 10^4$	5.105,1	11,7	2.110
		5.143,1	15,1	
		5.155,8	73,0	
^{241}Am (1396)	$(432,7 \pm 0,5)$	5.388,0	1,4	1.773
		5.442,9	12,8	
		5.485,6	85,2	
^{244}Cm (1636)	$(18,1 \pm 0,1)$	5.762,70	23,6	1.700
		5.804,82	76,4	

Tabela 3.5 - Características do sistema de radiação alfa (^{241}Am), com fontes padrões secundárias do LMN.

Radionuclídeo (identificação)	Fluxo de Emissão (s^{-1})
E-11	3,5
E-10	55,3
E-40	102
E-31	506
E-37	1.050
E-05	2.328
E-34	3.601
E-35	6.292
E-12	11.100
E-25	48.500
E-23	95.000

Tabela 3.6 - Parâmetros selecionados no acelerador de elétrons Dynamitron.

Parâmetro	Valores Escolhidos
Energia	entre 0,6 e 1,5 MeV
Velocidade da bandeja	6,72 m/min
Largura de varredura	100 cm
Corrente	variável
Taxa de dose absorvida	2,01 - 44,89 kGy/s

3.2 Sistema Leitor TSEE

O sistema leitor utilizado consiste de um detector proporcional de fluxo contínuo de gás e eletrônica associada, e de um programador de temperaturas que fornece taxas lineares de aquecimento de 0,1 a 5,0 °C/s. A descrição detalhada do sistema leitor desenvolvido no presente trabalho será apresentada no capítulo 4.

3.2.1 Fonte Radioativa de Controle

Para o controle e a calibração do detector proporcional, utilizou-se uma fonte de Carbono (^{14}C) com taxa de emissão beta de 1.244 s^{-1} (emissor beta com energia máxima de 156,5 keV), calibrada pelo Laboratório de Metrologia Nuclear do IPEN.

3.3 Sistemas Auxiliares

Os tratamentos térmicos intermediários das amostras foram feitos em um forno elétrico de temperatura regulável, identificação n^o. 671, que fornece temperaturas de 22 a 500 °C, com variação de 1 °C, fabricado pelo Instituto de Radioproteção e Dosimetria (IRD/CNEN).

As irradiações das amostras com radiação alfa e beta foram feitas utilizando-se simuladores de Lucite (polimetilmetacrilato) de $30 \times 30 \times 1,0 \text{ cm}^3$ e $11 \times 11 \times 1,5 \text{ cm}^3$ respectivamente.

Para a observação da amplitude de pulsos do detector proporcional, utilizou-se um osciloscópio marca Tektronix, modelo TAS 465, 100 MHz.

O controle das condições ambientais foi feito com o auxílio de climatizadores e desumidificadores de ambiente, termômetros e barômetros pertencentes ao Laboratório de Calibração de Instrumentos.

Para a obtenção do equilíbrio eletrônico durante as irradiações (gama) das amostras, foram utilizadas placas de Lucite de 3,5 mm de espessura.

3.4 Materiais Utilizados

Para o estudo da resposta TSEE foram utilizados os seguintes materiais:

3.4.1 Pastilhas de Sulfato de Cálcio (CaSO_4)

Cristais de CaSO_4 e pó de grafite quimicamente puro foram utilizados para a fabricação de pastilhas sinterizadas de CaSO_4 puro e de CaSO_4 + 10% de grafite em sua composição. As pastilhas apresentam diâmetro de 6,0 mm e espessura de 0,8 mm e foram fornecidas pelo Laboratório de Produção de Materiais Dosimétricos do IPEN. Utilizou-se o grafite para assegurar uma boa condutividade elétrica das amostras e também para que não ocorressem discontinuidades no campo elétrico entre o anodo e as amostras durante as leituras. De acordo com a literatura^[26], o grafite é utilizado para a obtenção de resultados reprodutíveis.

3.4.2 Filmes Finos de Fluoreto de Lítio (LiF)

Os filmes finos de LiF (espessura de 2 μm) foram produzidos pela técnica de evaporação por feixe de elétrons sobre substratos de alumínio e aço inox de 6,0 mm de diâmetro^[59]. Os filmes finos foram produzidos com LiF em pó sem especificação da pureza da firma *Aldrich* e fornecidos pelo Departamento de Física da Pontifícia Universidade Católica, Rio de Janeiro.

3.4.3 Pastilhas de LiF Dopadas com Magnésio, Cobre e Fósforo (LiF: Mg,Cu,P)

As pastilhas de LiF:Mg,Cu,P apresentam diâmetro de 4,5 mm e espessura de 0,8 mm e são conhecidas comercialmente como GR - 200, sendo fabricadas pelo *China Scientific Instruments Materials Corporation*, Beijing, China; foram fornecidas pelo *Institut für Strahlenschutz, GSF - Forschungszentrum für Umwelt und Gesundheit*, Alemanha.

3.4.4 Óxido de Berílio (BeO)

As amostras consistem de substratos de grafite, onde foram depositadas camadas finas de BeO (50 μm). Possuem diâmetro externo de 12,0 mm, espessura de 0,6 mm e uma parede lateral de altura de 0,4 mm, para a proteção da camada sensível de BeO. O material foi produzido pela *Material Testing Office*, Dortmund, Alemanha e desenvolvido em cooperação entre *Batelle Institut*, Frankfurt e *Physik Institut, Universität Giessen*, Alemanha; estas amostras foram também fornecidas pelo *GSF*.

3.5 Materiais para Testes do Sistema Leitor TSEE

A verificação do funcionamento do sistema leitor TSEE foi feita com materiais de resposta conhecida, como o óxido de berílio (BeO) em substrato de quartzo e monocristais de óxido de magnésio (MgO). As amostras de BeO em quartzo foram utilizadas por Caldas^[17] e são constituídas por uma película de BeO depositada pela técnica da evaporação numa base de quartzo, de dimensões 16x12 mm². A película apresenta uma espessura aproximada de 1000 Å e diâmetro de 10 mm. As amostras de monocristais de MgO da *Tateho Co.*, Japão, foram utilizadas por Chubaci^[22] e cedidas pelo Instituto de Física/USP, possuindo as dimensões de 10x10x0,5 mm³.

4 PROJETO E CONSTRUÇÃO DO SISTEMA DE DETECÇÃO

Este capítulo apresenta os detalhes do projeto do sistema de emissão exoeletrônica termicamente estimulada (TSEE), desenvolvido no presente trabalho.

4.1 Introdução

Um dos sistemas mais apropriados para a detecção de exoeletrons consiste na utilização de detectores proporcionais de fluxo contínuo de gás com o equipamento eletrônico associado, acoplados a um sistema de aquecimento.

A característica principal de um detector proporcional é a sua capacidade de amplificar o sinal representado pelos pares de íons primários formados inicialmente no interior do detector pela passagem da radiação incidente. Há, portanto, uma multiplicação do número de pares de íons formados originalmente através de ionizações secundárias no gás; e o processo é conhecido como multiplicação gasosa. Este efeito de amplificação do sinal no interior do detector reduz a necessidade de amplificadores externos, simplificando assim o equipamento eletrônico associado ao sistema de medida, podendo resultar também numa melhora significativa da razão sinal-ruído, quando comparado com câmaras de ionização do tipo pulso^[56, 58].

Para a montagem do sistema de detecção optou-se pela construção de um detector proporcional de fluxo contínuo de gás com geometria 2π , utilizando-se para isto materiais de fabricação nacional. A amostra em estudo é posicionada no interior do volume ativo do detector.

Inicialmente, três protótipos foram desenvolvidos em geometria 2π , com fio anodo de ouro com diâmetro de $50\ \mu\text{m}$. Foi escolhido o fio de ouro como anodo, pois havia disponibilidade deste material nas dimensões necessárias para o projeto (o aço inox e o Tungstênio apresentavam um diâmetro superior a $1,0\ \text{mm}$), e também por não sofrer oxidação, não sendo necessária a troca frequente do detector. Nos dois primeiros detectores construídos, o catodo foi de aço inox, e no terceiro detector, de latão.

Os testes realizados com os protótipos foram feitos utilizando-se uma fonte de Trício (^3H) que apresenta uma energia máxima da radiação beta de $18,62\ \text{keV}$. Os dois primeiros detectores construídos não forneceram resultados satisfatórios. Verificou-se que eles, juntamente com o sistema de aquecimento, apresentaram problemas de ruído eletrônico inadequado, não sendo possível qualquer discriminação entre os pulsos gerados pelas partículas beta emitidas pelo ^3H e o ruído. O sistema de aquecimento destes outros detectores consistiu num resistor elétrico, acoplado a uma prancheta, que, por sua vez, foi posicionada no interior de uma gaveta, comumente usada em sistemas leitores termoluminescentes.

Somente o terceiro detector construído mostrou resultados satisfatórios dos testes preliminares relativos à reprodutibilidade e repetibilidade de resposta, testes estes realizados com fontes calibradas de ^{241}Am e ^{14}C .

4.2 Detector Proporcional

O detector proporcional montado apresenta uma geometria 2π com fluxo contínuo de gás, sendo o gás de preenchimento do detector uma mistura de 10% de Metano e 90% de Argônio (mistura P-10, também conhecida como gás Argometa). O diâmetro externo do detector é de $71\ \text{mm}$.

O anodo é um fio de ouro de $2,0\ \text{cm}$ com diâmetro de $50\ \mu\text{m}$, preso diametralmente em dois tarugos de Teflon (PTFE - politetrafluoro-etileno) e o

catodo (carcaça do detector) consiste de um semi-círculo de latão, com diâmetro interno de 36 mm. A distância entre o anodo e o porta-amostra é de 17 mm. A representação esquemática do detector é mostrada na figura 4.1.

A entrada do gás é feita na parte inferior do detector, atravessando anteriormente um tubo contendo sílica-gel no seu interior, com o objetivo de eliminar o vapor d'água. Após circular e preencher todo o detector, o mesmo é retirado através de um tubo com descarga para fora do laboratório. Este processo, conhecido como fluxo contínuo de gás, garante que a pressão interna no detector seja sempre superior à pressão atmosférica, evitando-se desta maneira qualquer possível contaminação do detector pelo meio externo.

A colocação das amostras no volume ativo do detector é feita através do levantamento da parte superior do detector, como pode ser visto na figura 4.1. Optou-se por este sistema, ao invés de gavetas, devido ao perfeito encaixe da parte superior com a parte inferior do detector, e também para que as amostras não saíssem de sua posição original, mantendo-se a reprodutibilidade do posicionamento das mesmas. No sistema de gavetas, como o utilizado em leitores TL, ao se fechar a gaveta, a amostra em estudo pode sair de sua posição original, acarretando um erro na reprodutibilidade das leituras.

As amostras em estudo são colocadas sobre uma prancheta de Monel com um termopar de Ferro - Constantan soldado em sua parte inferior, para o controle da temperatura das mesmas. Esta prancheta, por sua vez, está conectada a um transformador de alta potência, para a obtenção rápida das taxas de aquecimento. Este transformador e o termopar são acoplados a um programador de temperaturas marca TECO (Theall Engineering Company), modelo TP-2000-T2-R8-P7-S2, série nº. 111087, intervalo de 0-1000 °C, que fornece taxas lineares de aquecimento de 0,1 a 5,0 °C/s. Neste trabalho utilizou-se uma taxa de 5,0 °C/s.

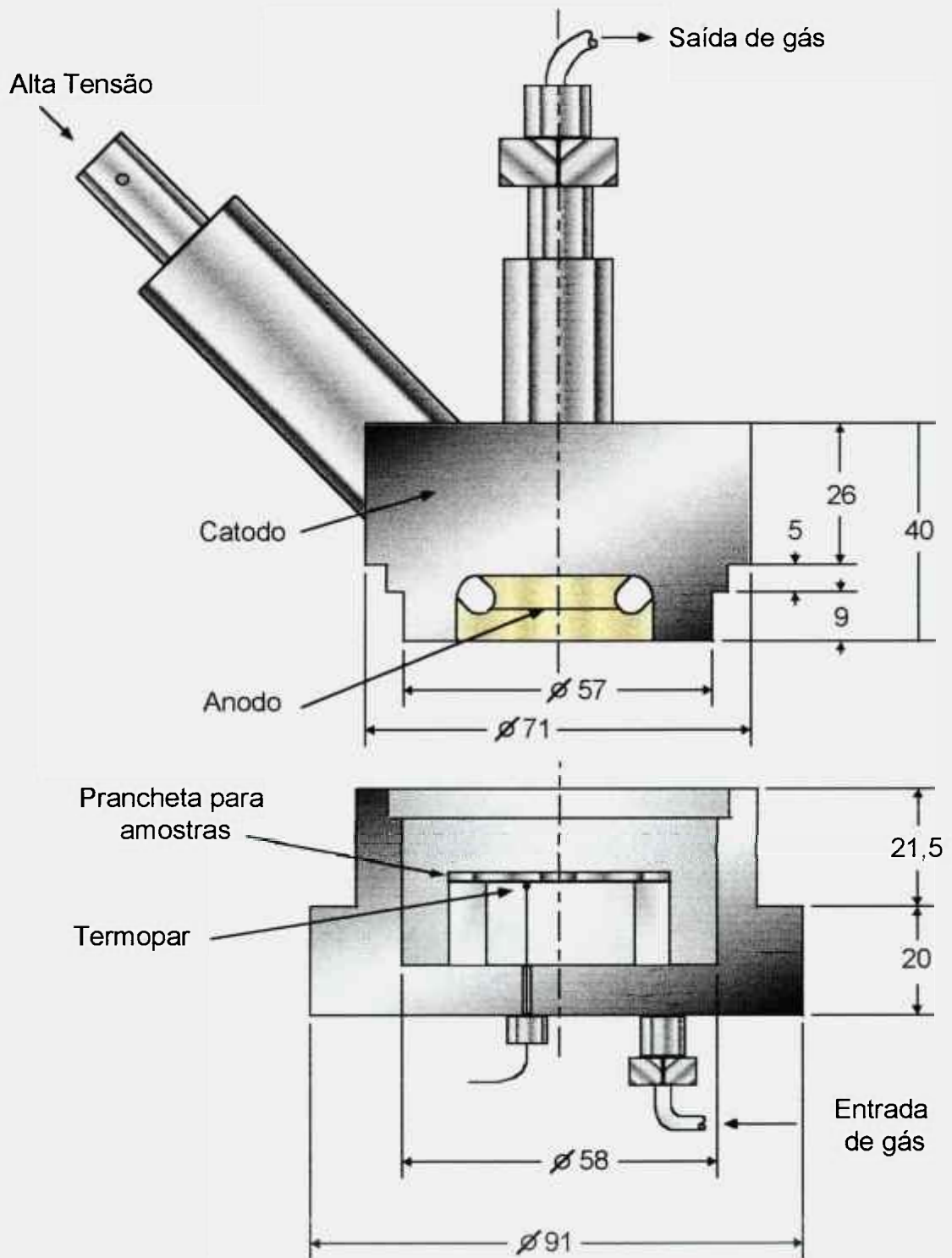


Figura 4.1 - Representação esquemática do detector proporcional construído no presente trabalho (Dimensões em mm).

4.3 Equipamento Eletrônico Associado

O equipamento eletrônico associado ao sistema de medida é composto de :

- a) Bastidor para alojar os módulos unitários, Fonte BIN Micronal, modelo 1021A , ENC 6624, série 08/06.
- b) Fonte de alta tensão Micronal, modelo 1023, ENC 6619, série 11/03.
- c) Pré-amplificador sensível à carga EG&G ORTEC, modelo 109 - PC, série 1523.
- d) Amplificador Micronal, modelo 4012, com controle de ganho variável e ajuste fino, e constante de tempo em $1\mu\text{s}$, ENC 6622, série 10/04.
- e) Analisador monocanal Micronal, modelo 4010, que gera pulsos quando o sinal de entrada tiver uma amplitude de pico maior que 1 V (nível inferior) e menor que 8 V (nível superior), ENC 6540, série 10/05.
- f) Contador temporizador Micronal, modelo 10024, ENC 6617, série 10/05.
- g) Medidor de taxa de contagens EG&G ORTEC, modelo 449-2, série 1670.

A aquisição de dados é feita através de uma placa de computador da EG&G ORTEC, modelo ACE MCS SN 363, sendo os dados armazenados em disquetes. A representação esquemática do sistema leitor TSEE e equipamento eletrônico associado é mostrada na figura 4.2.

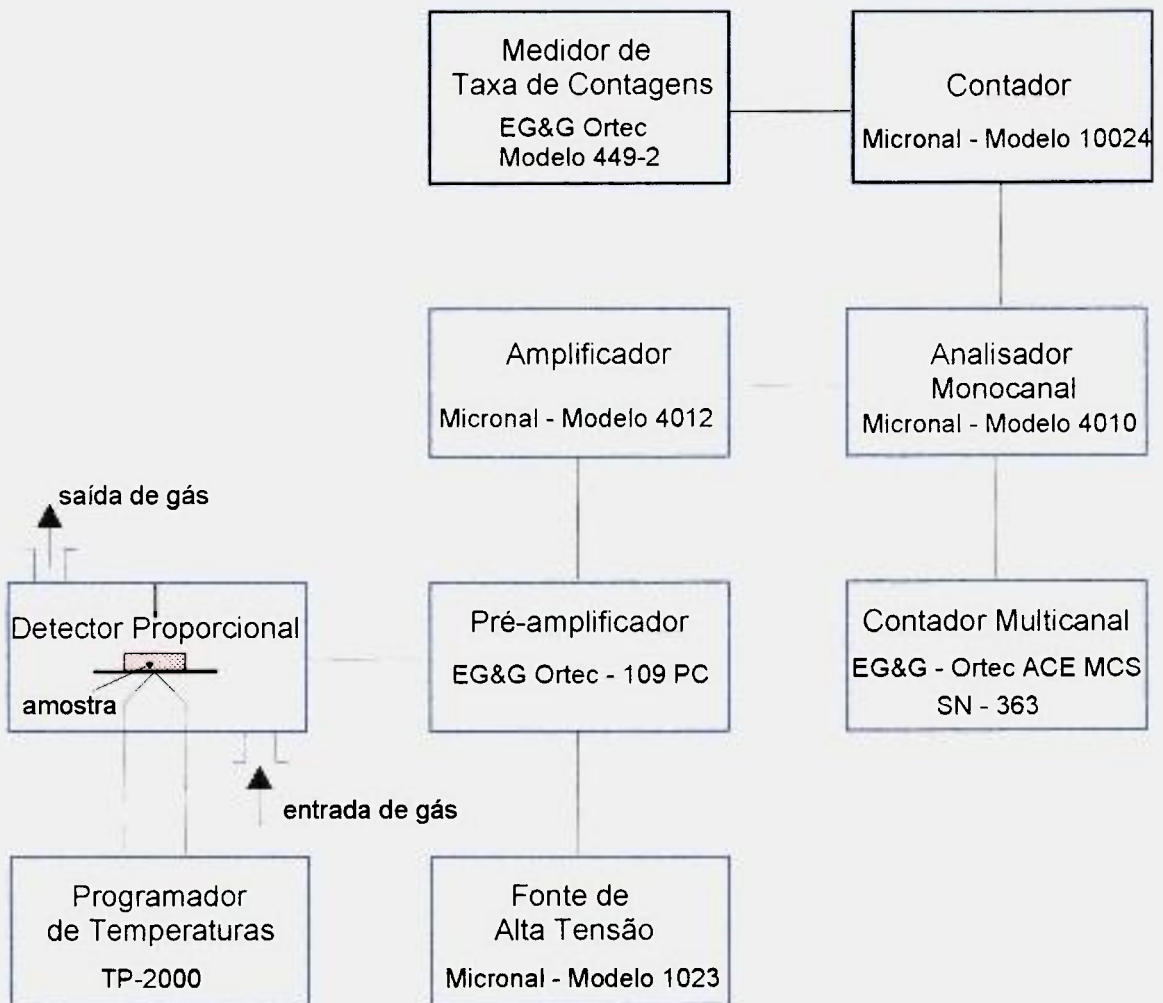


Figura 4.2 - Representação esquemática do sistema leitor TSEE.

5 CARACTERIZAÇÃO DO DETECTOR PROPORCIONAL

Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos para a caracterização do detector proporcional.

5.1 Testes Preliminares

Os primeiros testes com o detector proporcional consistiram na determinação do fluxo adequado de gás para a realização das medidas. Utilizou-se para isto uma fonte de ^{241}Am (emissor alfa) com um fluxo de emissão de 506 s^{-1} , do LMN. A fonte foi colocada no interior do volume ativo do detector, e a seguir, sem aquecimento, o fluxo de gás foi variado, até que o valor das contagens estivesse próximo do fluxo de emissão da fonte utilizada. Este procedimento foi adotado neste trabalho, pois em um detector proporcional de geometria 2π , e para partículas monoenergéticas, cujos alcances são menores que as dimensões do detector, toda partícula que emerge da superfície da fonte é contada, gerando um pulso de saída. O ângulo sólido efetivo é muito próximo de 2π e o detector pode ter uma eficiência próxima à máxima possível, ou seja, 100% de eficiência. A tensão neste caso foi mantida constante em 1200 V. O fluxo de gás determinado para a realização das medidas foi de 140 u.e. (unidades de escala), pois, com esse valor e com um tempo de contagem de 30 s, determinou-se um valor do número de contagens próximo ao número de partículas emitidas pela fonte utilizada.

5.2 Região de Operação

A seguir foram feitos os testes para a definição da região de proporcionalidade do detector, com as fontes calibradas de ^{241}Am (emissor alfa) e ^{14}C (emissor beta). Para a obtenção dos resultados, as fontes foram colocadas no

interior do volume ativo do detector, uma a uma, sem que o sistema de aquecimento estivesse acionado, e a seguir a tensão do detector foi variada, resultando na determinação da curva de amplitude de pulsos versus a tensão aplicada. Os resultados obtidos são mostrados na figura 5.1.

Observa-se que, no caso da radiação beta, o alcance das partículas excede as dimensões do detector e portanto o número de pares de íons produzidos no gás é proporcional somente a uma pequena fração da perda de energia no gás, fazendo com que a amplitude dos pulsos seja menor do que para o caso da radiação alfa, como mostrado na figura 5.1.

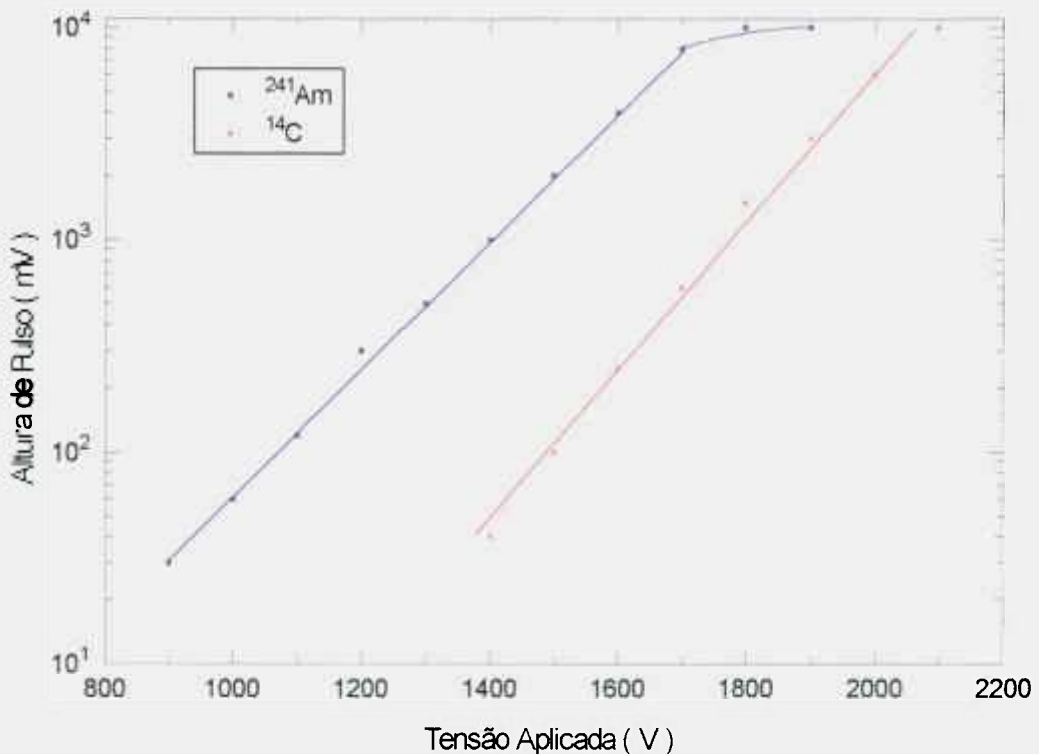


Figura 5.1 - Curva de amplitude de pulso x tensão aplicada do detector proporcional, utilizando-se fontes calibradas de ¹⁴C e ²⁴¹Am.

Para se obter a região de operação do detector, determinou-se a sua curva característica, ou seja, a variação do número de contagens por unidade de tempo com a tensão aplicada. A tensão de operação corresponde a um patamar ou “*plateau*” na curva resultante. A curva característica foi obtida utilizando-se a fonte de ^{14}C , e o resultado é mostrado na figura 5.2. A tensão de operação escolhida foi de 2,0 kV. A partir de 2,2 kV, observa-se o início da região de descarga contínua no interior do detector.

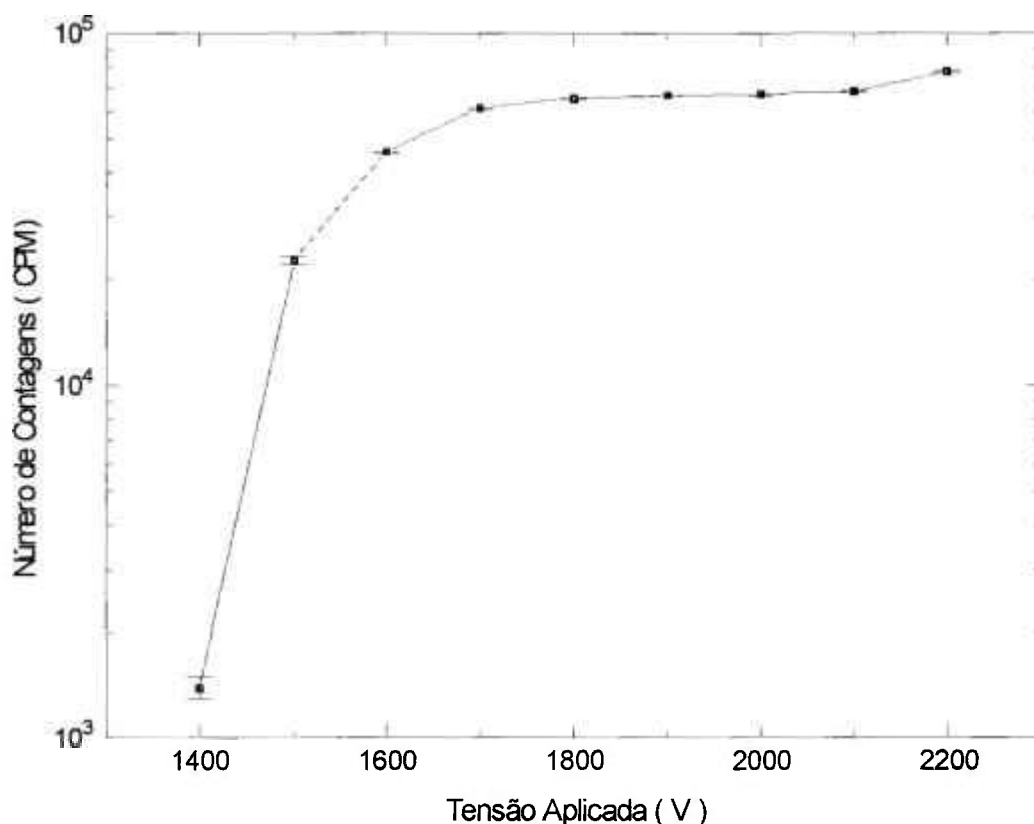


Figura 5.2 - Curva característica do detector proporcional, obtida com a fonte de ^{14}C .

5.3 Testes de Estabilidade a Curto e a Longo Prazos

A calibração e o controle da sensibilidade do detector foram feitos durante a realização de todas as medidas com a fonte calibrada de ^{14}C , sempre antes e depois de cada série de leituras com os materiais utilizados para o estudo da exoemissão. O teste de estabilidade a curto prazo, ou teste de repetibilidade, consiste na obtenção de 5 leituras consecutivas, ou seja, o número de contagens com a fonte de ^{14}C para uma tensão de 2,0 kV; a média das leituras corresponde a uma medida.

A repetição deste tipo de medida ao longo do tempo, sob as mesmas condições, constitui o teste de estabilidade de longo prazo, ou teste de reprodutibilidade. Esta estabilidade pode ser verificada através de um gráfico, onde se registra a variação das medidas obtidas comparadas com a média das medidas realizadas com o detector. Desta forma pode-se verificar a tendência da resposta do detector, dentro dos intervalos máximos permissíveis de variação, estabelecidos por normas. O prazo utilizado para o teste de reprodutibilidade foi de 20 meses, desde julho de 1995 até março de 1997.

Os resultados do teste de estabilidade a longo prazo podem ser vistos na figura 5.3. Observa-se que a reprodutibilidade das medidas encontra-se dentro de $\pm 2,7\%$ em relação ao valor de referência. O valor de referência, L_0 , é determinado como a média de dez medidas consecutivas (média das contagens \bar{L}) obtidas com o detector proporcional, isto é, $L_0 = \sum \bar{L} / 10$.

Em comparação com a reprodutibilidade das medidas da "lâmpada padrão", obtidas com o sistema leitor TL (*Harshaw TLD System, model 3000*), que é da ordem de $\pm 1,5\%$, os resultados obtidos neste trabalho são perfeitamente satisfatórios.

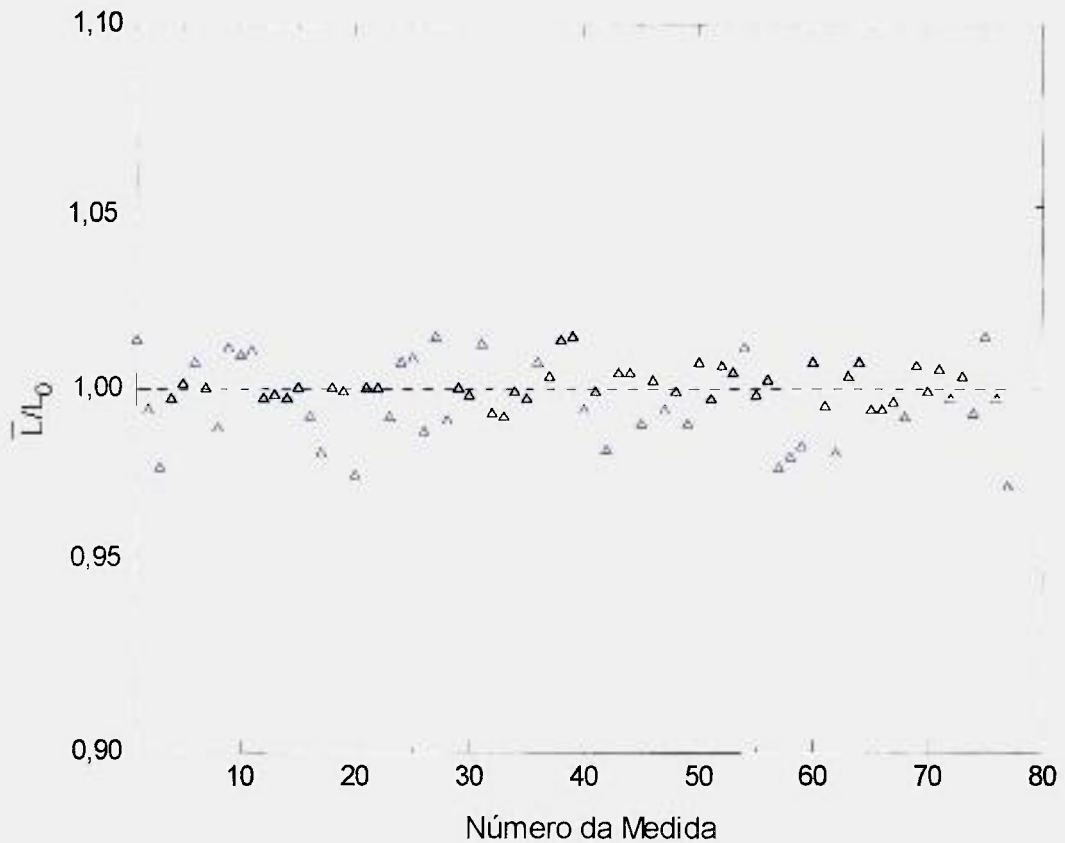


Figura 5.3 - Teste de estabilidade do detector proporcional ao longo do tempo
Período: julho de 1995 a março de 1997.

\bar{L}/L_0 : razão entre a média das medidas realizadas com o detector e o valor de referência.

5.4 Testes do Sistema Leitor TSEE com Materiais de Resposta Conhecida

Feita a caracterização do detector proporcional, verificou-se também se o sistema leitor TSEE estava em perfeito funcionamento. Isto foi feito com o auxílio de materiais com resposta conhecida, como o óxido de berílio (BeO) em substrato de quartzo e monocristais de óxido de magnésio (MgO).

As curvas de emissão TSEE do BeO em quartzo foram obtidas irradiando-se as amostras a 50 cm do foco do tubo de radiação X de energias baixas, na qualidade Radioterapia (14,3 keV, 0,26 mmAl de CSR), com uma dose absorvida no ar de 1,0 Gy. O pico de emissão foi obtido a cerca de 305 °C, e o resultado é mostrado na figura 5.4. Observa-se que tanto a forma da curva como também a temperatura do pico de emissão estão de acordo com aquelas obtidas por Caldas^[17], que utilizou radiações gama e beta para o estudo deste material.

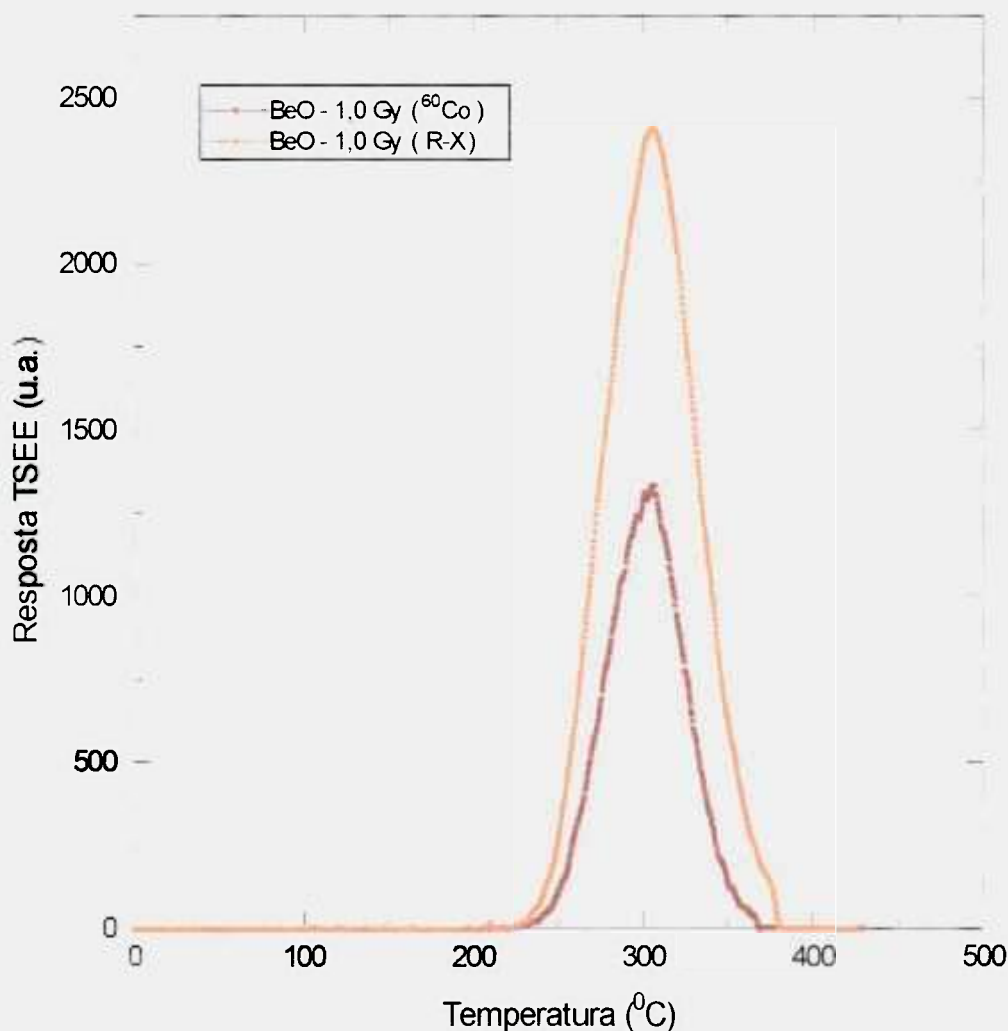


Figura 5.4 - Curvas de emissão típicas TSEE do BeO em substrato de quartzo, irradiado com uma dose absorvida no ar de 1,0 Gy (raios-X, 14,3 keV, 0,26 mmAl de CSR - presente trabalho) e com uma dose absorvida no ar de 1,0 Gy (⁶⁰Co)^[17].

A curva de emissão típica das amostras de MgO apresenta dois picos principais, sendo o primeiro à temperatura de 190 °C e o segundo em cerca de 430 °C^[22]. Como a temperatura máxima do sistema leitor de TSEE deste trabalho é de 330 °C, não foi possível o registro do pico II. Para a obtenção da curva de emissão, as amostras de MgO foram imersas em água destilada após a irradiação, pois se sabe que a adsorção de líquidos nos monocristais faz com que ocorra a TSEE^[22]. No caso do MgO ocorre um aumento da altura do pico I, sendo possível o seu registro. As amostras foram expostas à radiação X de energias baixas, com uma dose absorvida de 50 Gy (17,7 keV, 0,56 mmAl de CSR). A figura 5.5 mostra a curva de emissão obtida para os monocristais de MgO, após irradiação e imersão em água destilada. Observa-se também neste caso, que a forma da curva e temperatura do pico de emissão estão de acordo com aquelas apresentadas na literatura^[22, 40].

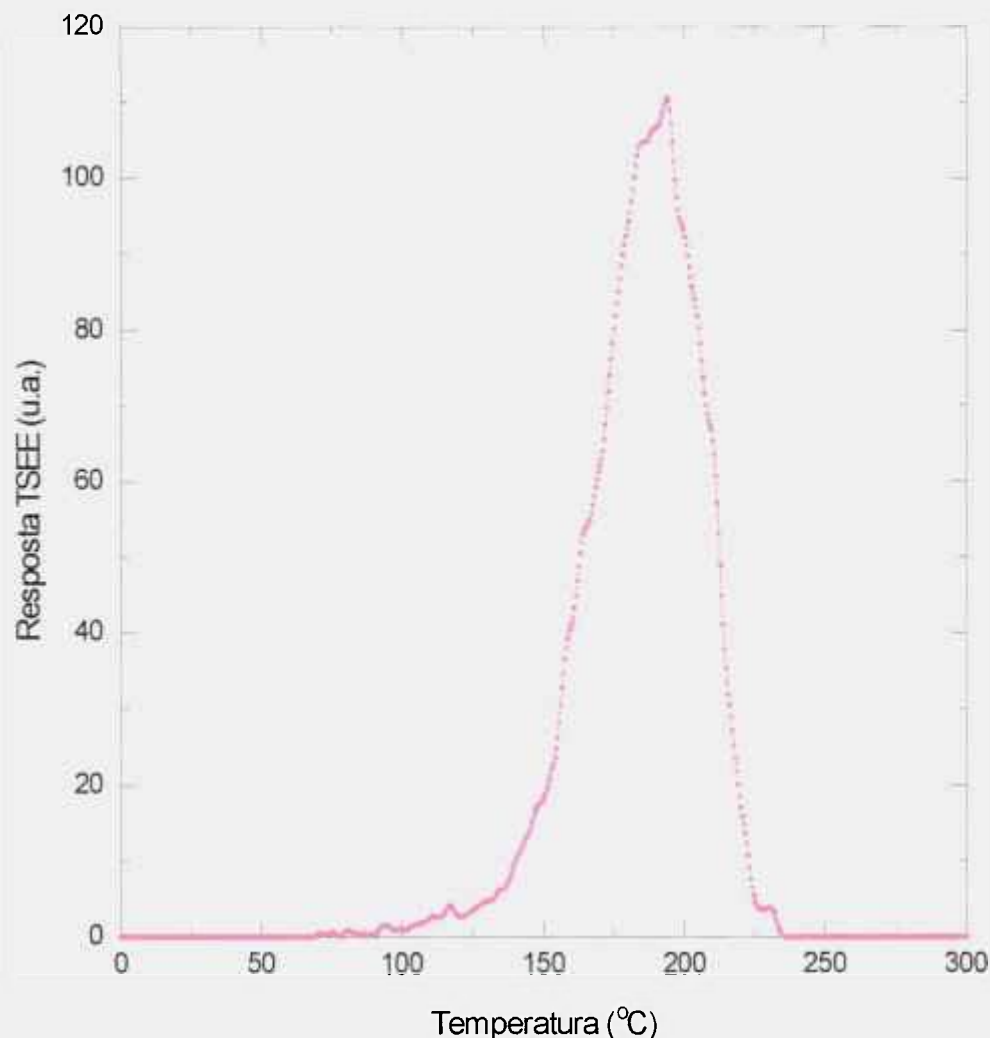


Figura 5.5 - Curva de emissão típica dos monocristais de MgO irradiados com uma dose absorvida no ar de 50 Gy (17,7 keV, 0,56 mmAl de CSR).

Os resultados obtidos com os materiais de resposta TSEE conhecida garantem o perfeito funcionamento do sistema leitor de exoemissão construído, e fornecem a confiança necessária para o estudo da exoemissão de materiais desconhecidos e também de materiais que normalmente são estudados através da técnica da termoluminescência, possibilitando a verificação da ocorrência de correlações em relação aos centros de cor envolvidos nos dois efeitos.

6 CARACTERIZAÇÃO DOSIMÉTRICA DAS AMOSTRAS

Este capítulo apresenta os resultados obtidos para a caracterização dosimétrica dos materiais estudados.

6.1 *Curvas de Emissão TSEE*

As curvas de emissão foram obtidas irradiando-se as amostras com radiação X de energias baixas, às distâncias de 50 e 200 cm do foco do tubo de raios-X. Foram obtidas as curvas de emissão para o CaSO_4 puro e com 10% de grafite, pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P , filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox e BeO em substrato de grafite. Devido às diferenças de sensibilidade apresentadas pelos materiais em estudo, os mesmos foram irradiados em condições diferentes, ou seja, as pastilhas de BeO em substrato de grafite foram irradiadas com 10 mGy de dose absorvida no ar com as qualidades a nível Proteção Radiológica (10 mGy, energia efetiva de 16,0 keV e camada semi-redutora de 0,35 mmAl), enquanto que os outros materiais foram irradiados com as qualidades a nível Radioterapia (1,0 Gy, 17,7 keV, 0,56 mmAl). As figuras 6.1, 6.2, 6.3, 6.4 e 6.5 mostram os resultados obtidos para os materiais citados.

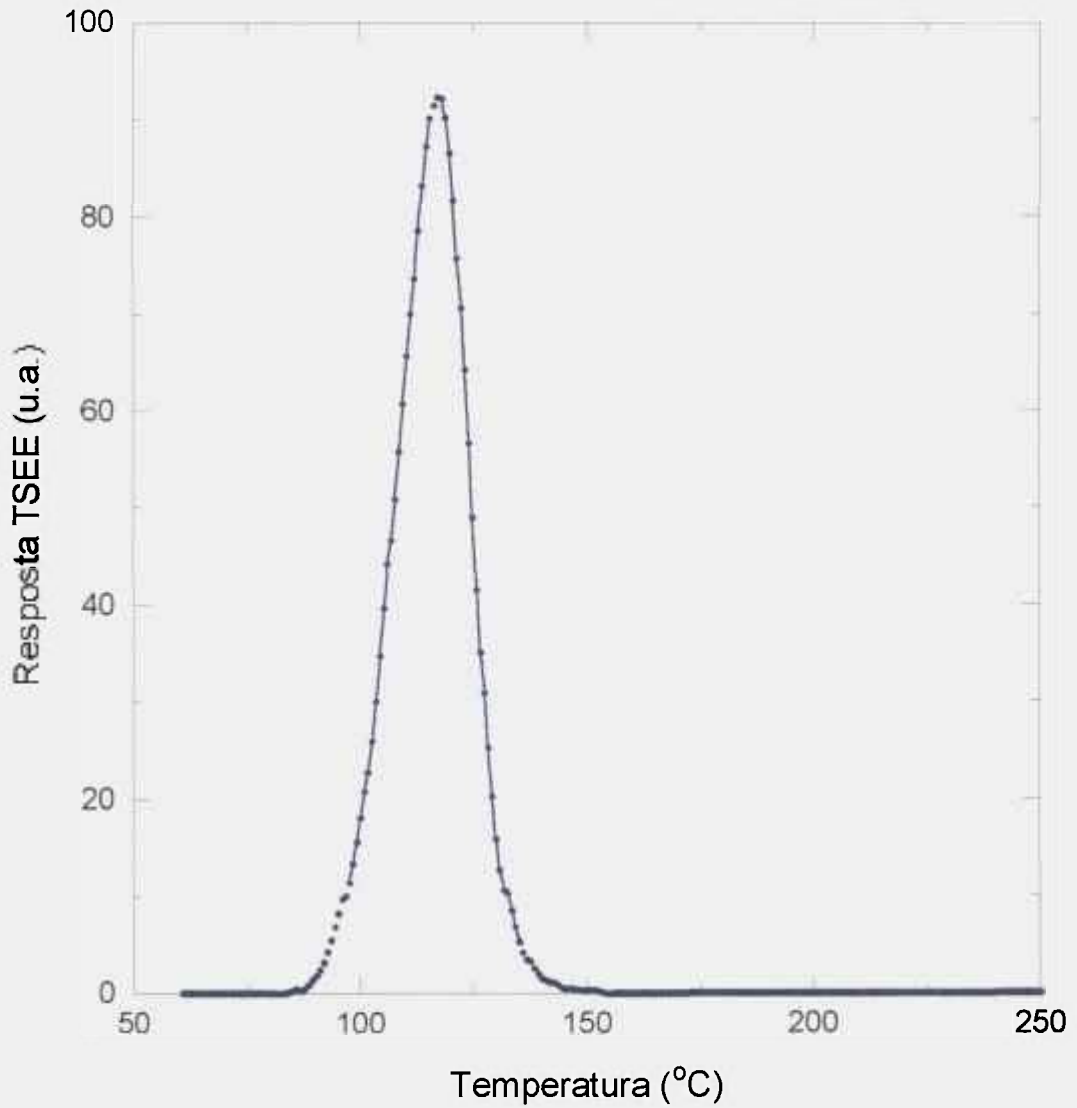


Figura 6.1 - Curva de emissão do CaSO₄ irradiado com uma dose absorvida no ar de 1,0 Gy (raios-X, 17,7 keV, 0,56 mmAl de CSR).

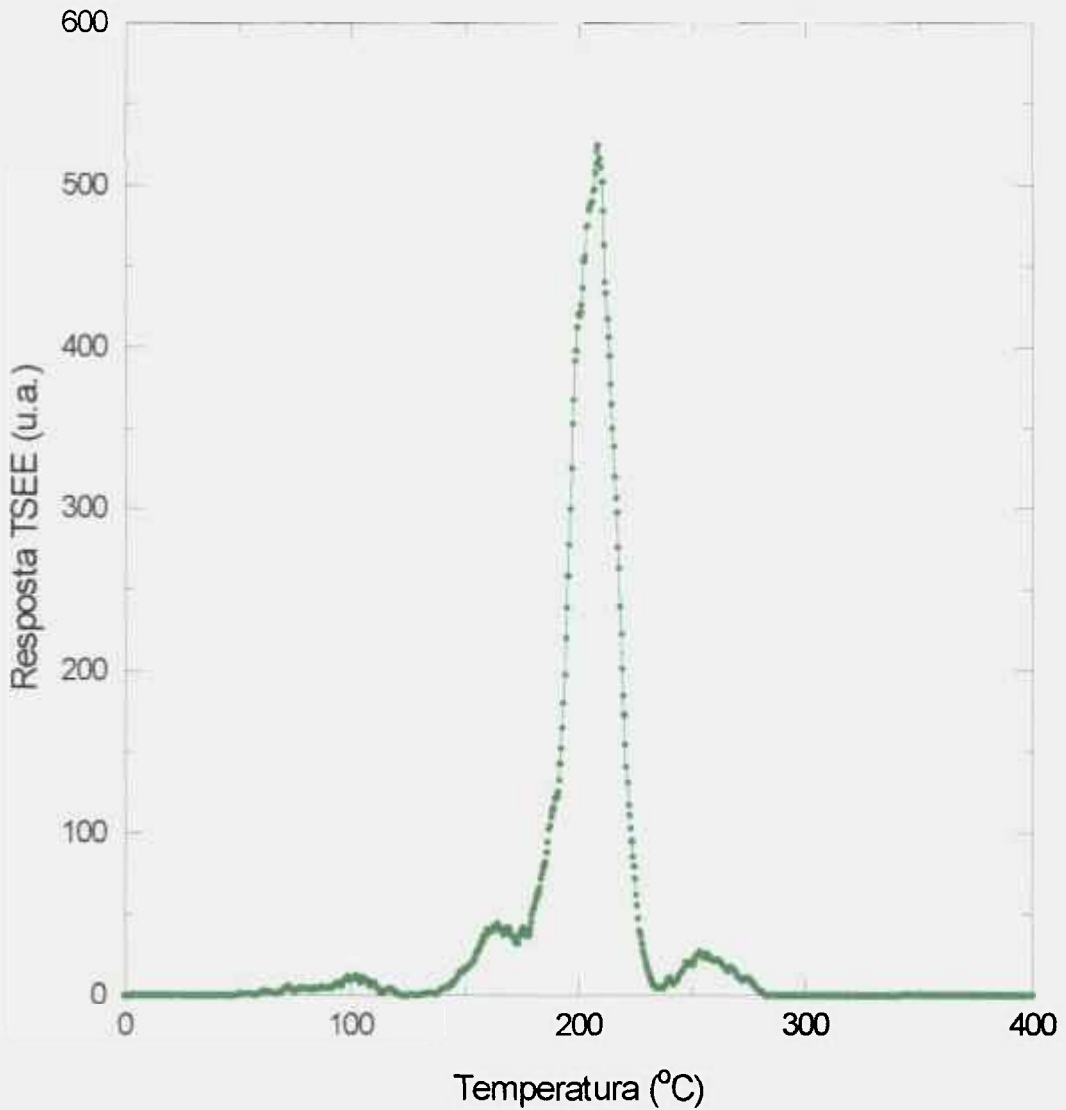


Figura 6.2 - Curva de emissão do LiF:Mg,Cu,P irradiado com uma dose absorvida no ar de 1,0 Gy (raios-X, 17,7 keV, 0,56 mmAl de CSR).

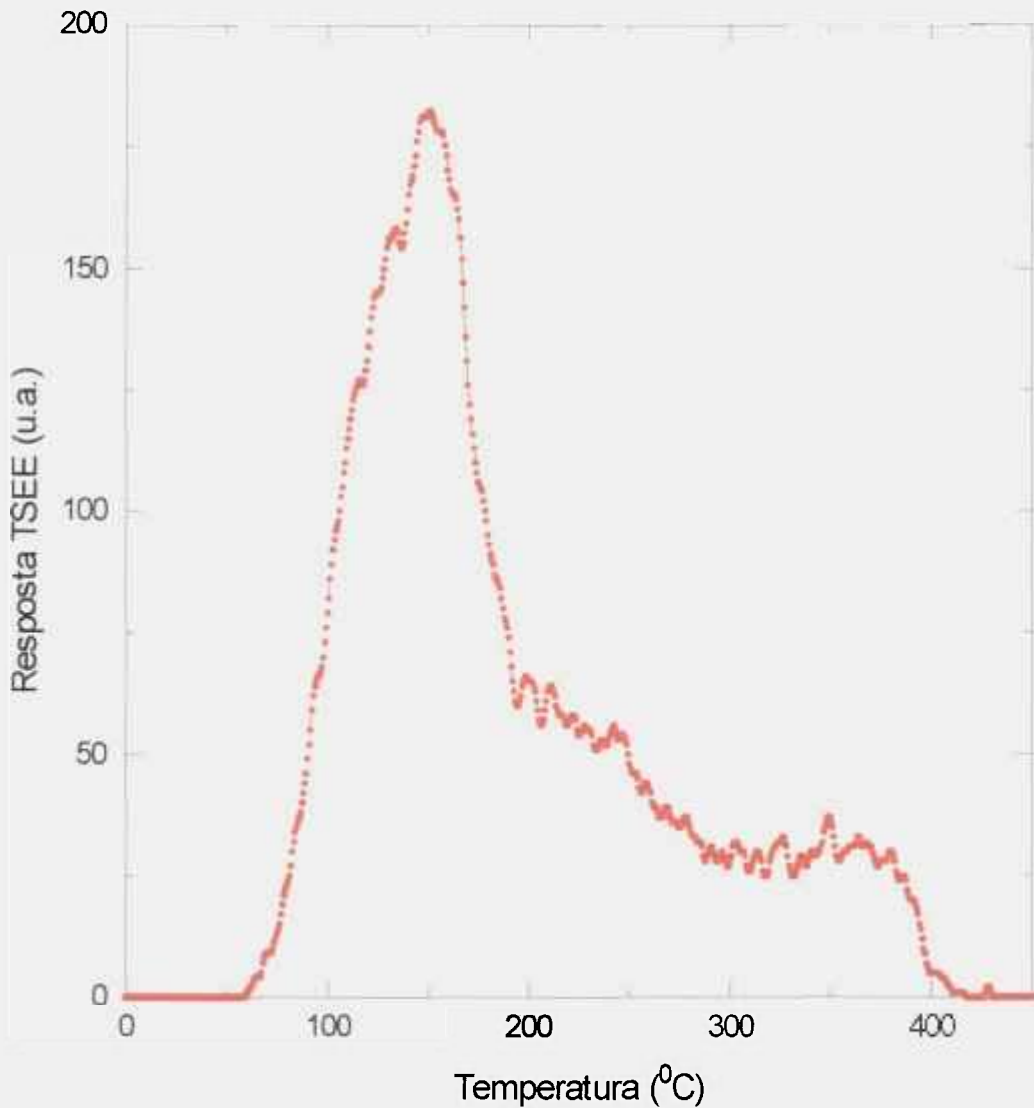


Figura 6.3 - Curva de emissão do LiF em substrato de alumínio irradiado com uma dose absorvida no ar de 1,0 Gy (raios-X, 17,7 keV, 0,56 mmAl de CSR).

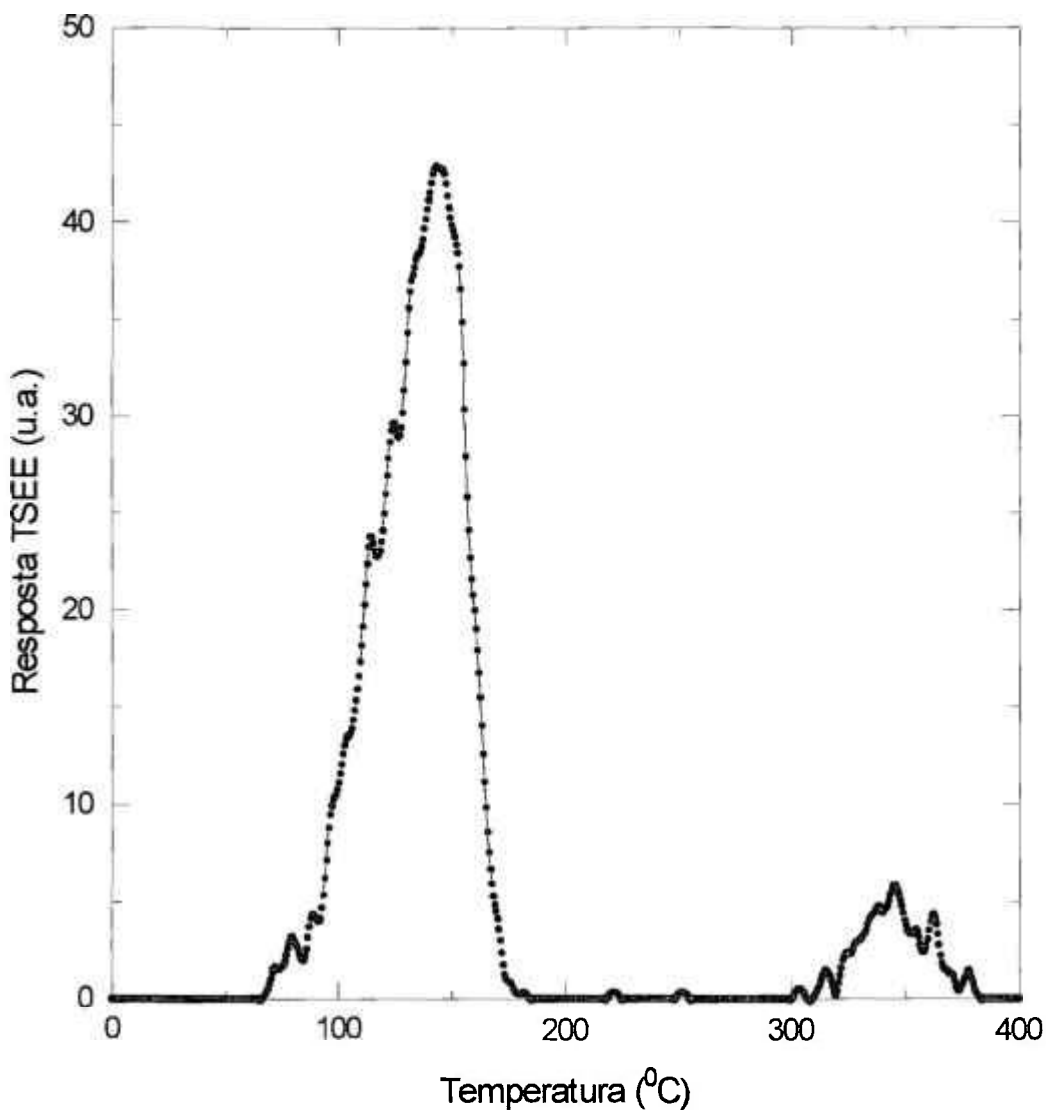


Figura 6.4 - Curva de emissão do LiF em substrato de aço inox irradiado com uma dose absorvida no ar de 1,0 Gy (raios-X, 17,7keV, 0,56 mmAl de CSR).

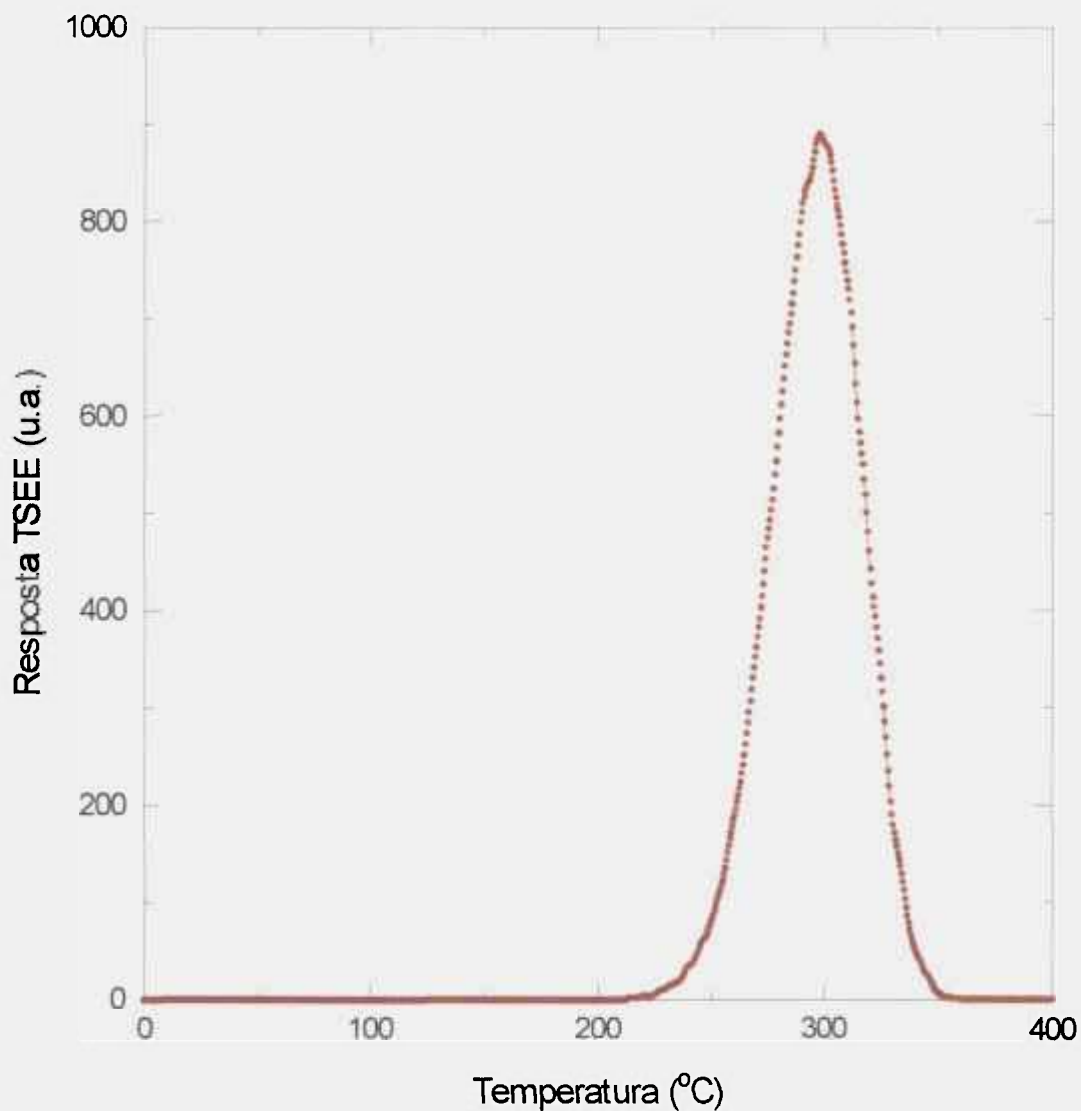


Figura 6.5 - Curva de emissão do BeO em substrato de grafite irradiado com uma dose absorvida no ar de 10 mGy (raios-X, 16,0 keV, 0,35 mmAl de CSR).

Na figura 6.1 observa-se que para o CaSO_4 puro o pico de emissão foi obtido a cerca de $120\text{ }^\circ\text{C}$. Apesar de não ser apresentado, o resultado obtido para as pastilhas de CaSO_4 + 10% de grafite é similar ao obtido para o CaSO_4 puro. O tratamento térmico para a reutilização das pastilhas foi de $300\text{ }^\circ\text{C}$ durante 15 min. De acordo com a literatura^[60], o CaSO_4 puro apresenta três picos principais, sendo o primeiro em $110\text{ }^\circ\text{C}$, o segundo em $150\text{ }^\circ\text{C}$ e o terceiro em $200\text{ }^\circ\text{C}$. Como os materiais utilizados possuem características físicas diferentes (pó e pastilhas sinterizadas), a comparação das curvas de emissão obtidas torna-se difícil.

No caso das pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P , a curva de emissão apresenta vários picos no intervalo de 50 a $300\text{ }^\circ\text{C}$, sendo que o pico de emissão principal ocorre em cerca de $207\text{ }^\circ\text{C}$ como mostrado na figura 6.2. Neste caso, o tratamento térmico para reutilização das amostras foi de $240\text{ }^\circ\text{C}$ durante 10 min, pois tratamentos térmicos com temperaturas inferiores ou superiores alteram a forma dos picos de emissão TSEE e também a reprodutibilidade dos resultados^[61]. Observa-se, neste caso, que a forma da curva e também as temperaturas dos picos de emissão estão de acordo com as apresentadas na literatura^[61, 62].

Para os filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox, os picos dosimétricos ocorrem em 155 e $143\text{ }^\circ\text{C}$ respectivamente, como mostrado nas figuras 6.3 e 6.4. O tratamento térmico para a restituição das condições iniciais dos materiais foi de $400\text{ }^\circ\text{C}$ durante 15 min em ambos os casos. A comparação dos resultados obtidos não foi possível, pois não consta na literatura técnico-científica a existência de resultados similares relativos aos materiais utilizados neste trabalho.

A curva de emissão para o BeO em substrato de grafite apresenta um pico principal em $295\text{ }^\circ\text{C}$ com mostrado na figura 6.5, estando de acordo com os resultados apresentados na literatura^[30, 32].

6.2 Reprodutibilidade de Resposta

Para se estudar a reprodutibilidade (que neste caso é indicada pelo desvio padrão relativo) das medidas, as amostras foram expostas dez vezes à radiação gama do ^{60}Co , com uma dose absorvida no ar de 10,0 Gy, no caso do CaSO_4 puro e com 10% de grafite, e de 1,0 Gy para os filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox, sempre sob as mesmas condições experimentais. Os resultados obtidos são mostrados na tabela 6.1.

Tabela 6.1 - Reprodutibilidade da resposta TSEE para os diferentes materiais, utilizando-se radiação gama do ^{60}Co .

Material	Reprodutibilidade (%)
CaSO_4	10,2
$\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$	15,0
LiF(Al)	12,0
LiF(inox)	22,0

Como visto anteriormente, a técnica TSEE, relacionada com efeitos de superfície, foi testada a seguir submetendo-se as amostras às radiações de pouca penetração na matéria, isto é, às radiações alfa e X de energias baixas. Portanto, um novo estudo de reprodutibilidade foi realizado, expondo-se as amostras a feixes de radiação X e de radiação alfa. No caso das pastilhas sinterizadas de CaSO_4 puro e com 10% de grafite, das pastilhas de LiF:Mg,Cu,P e dos filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox, utilizou-se radiação X de 50 kV (energia efetiva de 21,2 keV e 0,91 mmAl de CSR), enquanto que para as pastilhas de BeO em substrato de grafite utilizou-se radiação X de 30 kV (energia efetiva de 24 keV e 1,02 mmAl de CSR). No caso

da radiação alfa, foram utilizadas fontes de ^{241}Am para todos os materiais. Os resultados obtidos para os materiais estudados são mostrados na tabela 6.2.

Tabela 6.2 - Reprodutibilidade da resposta TSEE para os diferentes materiais, utilizando-se radiação X e radiação alfa.

Materiais	Reprodutibilidade de Resposta	
	Radiação X	Radiação Alfa
CaSO_4	5,0	5,0
$\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$	11,0	9,0
LiF: Mg, Cu, P	7,5	9,0
LiF (Al)	6,0	-
LiF(inox)	8,0	-
BeO	5,0	3,2

Comparando-se os resultados obtidos para as radiações X, alfa e gama, pode-se verificar que a técnica TSEE é somente adequada para radiações de energias baixas ou de pouca penetração na matéria, justificando-se assim a obtenção de valores mais altos para o desvio padrão relativo no caso da radiação gama em relação às radiações X e alfa.

Os resultados de reprodutibilidade de resposta TSEE com radiação alfa para os filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox não são mostrados devido a uma sensibilização na resposta TSEE destes materiais, não tendo sido possível a conclusão deste experimento.

6.3 Curva de Resposta TSEE em Função da Dose

6.3.1 Radiação Gama

As pastilhas sinterizadas de CaSO_4 e $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$ foram expostas à radiação gama do ^{60}Co no intervalo de 1 mGy a 10 kGy. Os resultados obtidos são mostrados na figura 6.6. Foram utilizadas quatro amostras de cada material para este estudo, sendo que cada ponto (dose) representa a média das leituras. Com relação à resposta em função da dose, as pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P foram submetidas à radiação gama do ^{60}Co no intervalo de 0,1 mGy a 0,1 kGy, enquanto que os filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox no intervalo de 1 mGy a 0,1 kGy, respectivamente. Para as pastilhas de BeO em substrato de grafite este estudo foi realizado com a radiação gama do ^{137}Cs , no intervalo de 0,5 a 10 mGy, pois devido à alta sensibilidade apresentada por este material, seria necessário utilizar uma fonte de radiação com uma baixa atividade; daí ter-se escolhido a de ^{137}Cs . As figuras 6.7, 6.8 e 6.9 mostram os resultados obtidos para estes materiais.

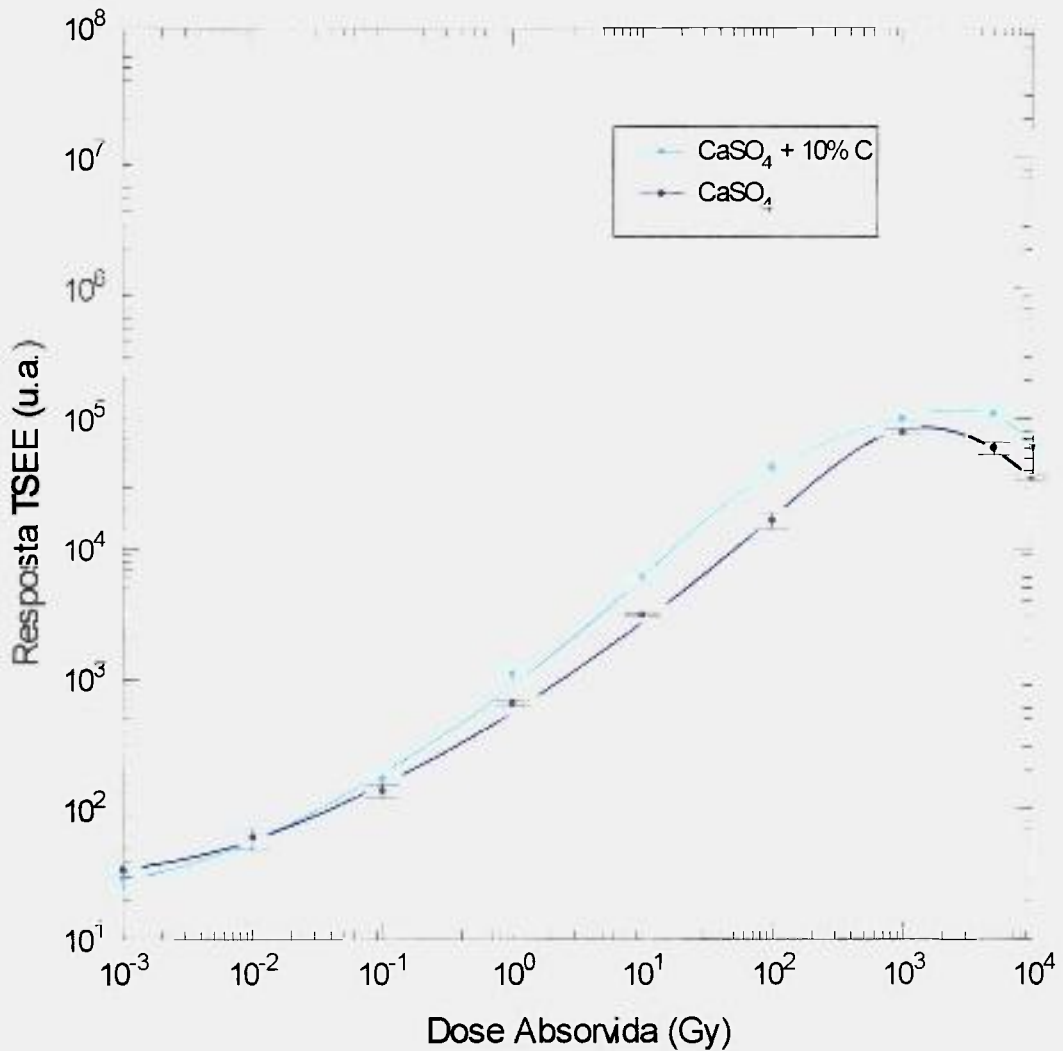


Figura 6.6 - Resposta TSEE em função da dose absorvida no ar de ^{60}Co para as pastilhas de CaSO_4 puro e $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$.

Na figura 6.6 observa-se um comportamento não linear para as amostras de CaSO_4 e $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$ em função da dose absorvida. A partir de $1 \times 10^3 \text{ Gy}$ ocorre uma saturação da resposta TSEE e, a seguir, uma queda da resposta, para ambos os materiais. As incertezas associadas às medidas foram no máximo de 19,0%.

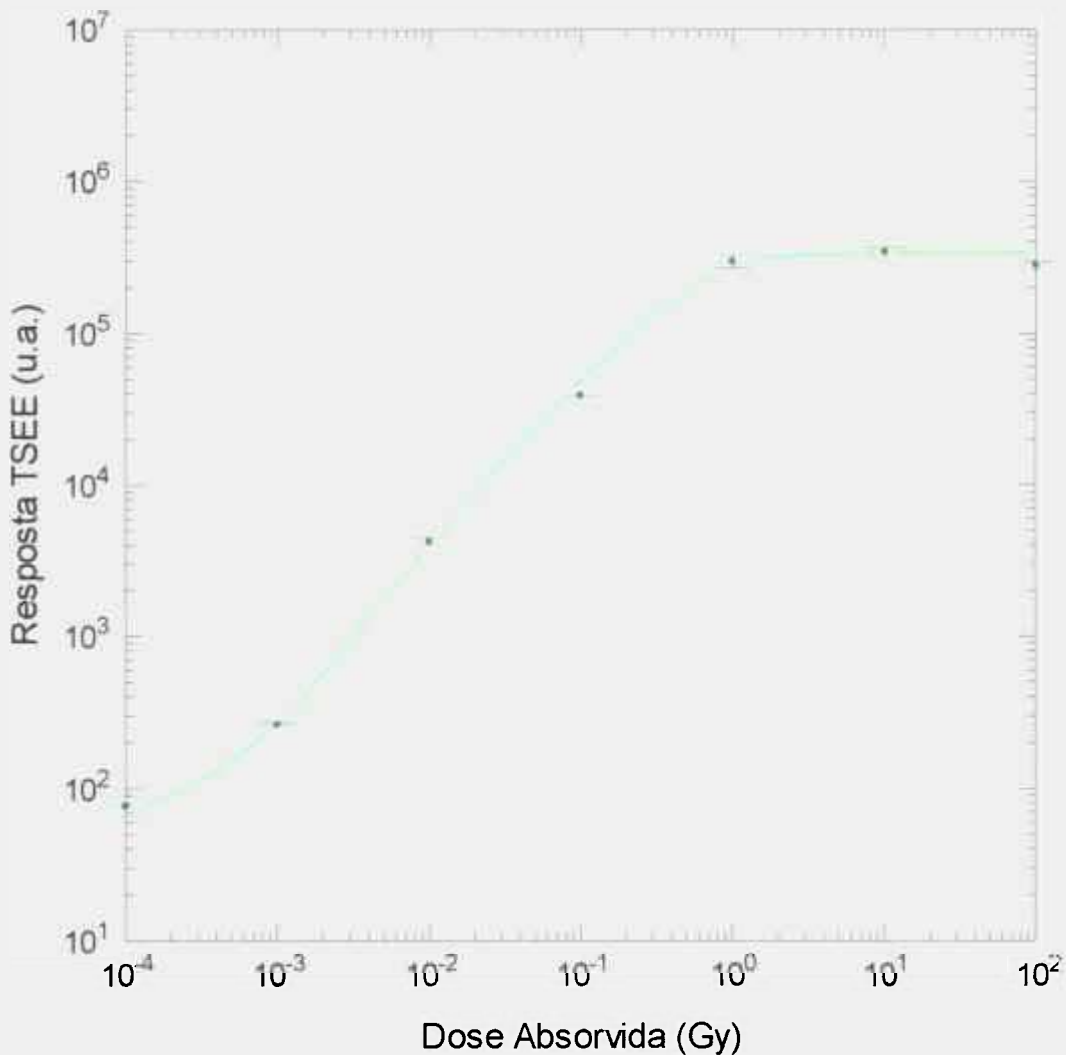


Figura 6.7 - Curva TSEE em função da dose absorvida no ar de ⁶⁰Co para as pastilhas sinterizadas de LiF: Mg,Cu,P.

Pode-se observar para o LiF:Mg,Cu,P um comportamento supralinear no intervalo de 1 mGy a 1 Gy e, a seguir, saturação. As incertezas associadas às medidas foram no máximo de 14,0%.

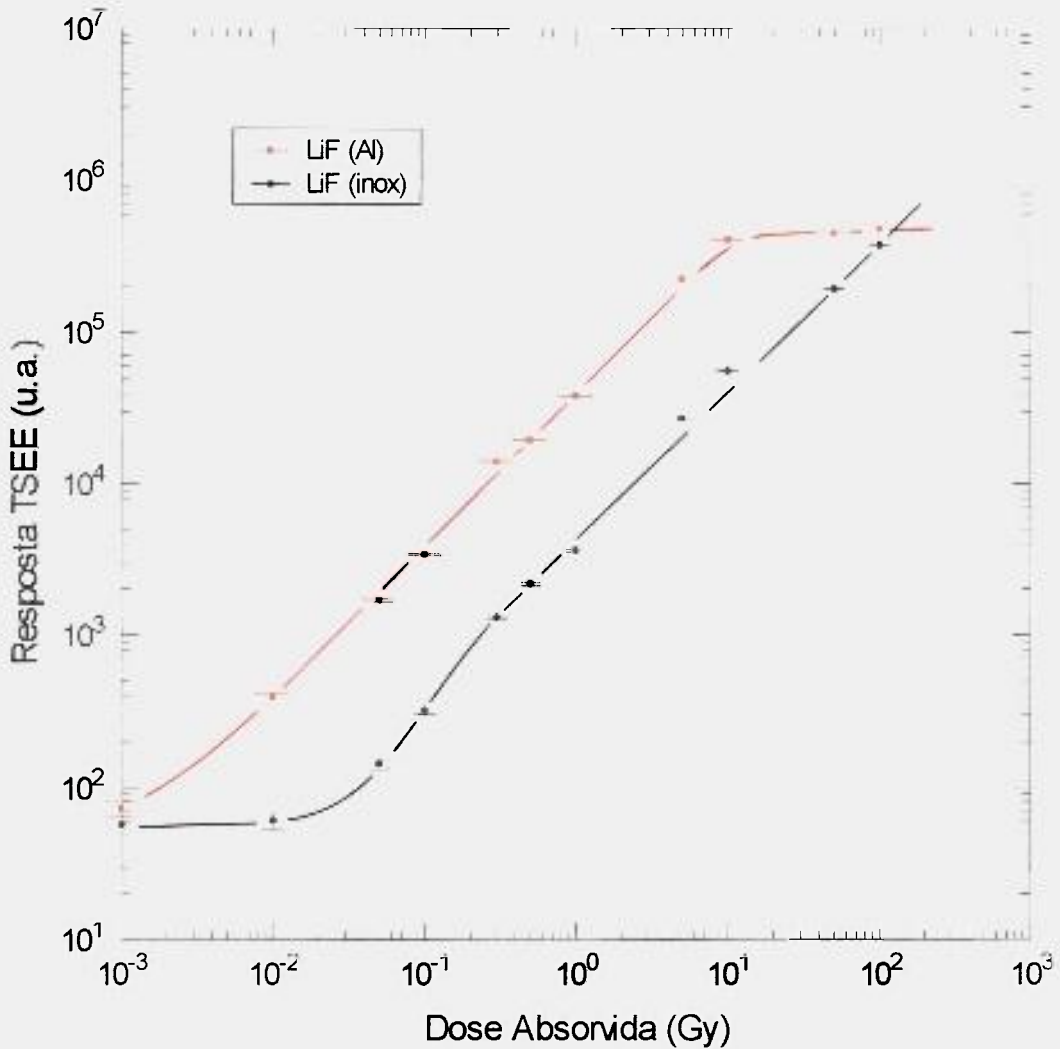


Figura 6.8 - Resposta TSEE em função da dose absorvida no ar de ^{60}Co para os filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox.

Observa-se na figura 6.8 que a resposta à dose apresenta um comportamento linear para os dois materiais num certo intervalo, e no caso do LiF em substrato de alumínio ocorre uma saturação da resposta a partir de 10 Gy. As incertezas associadas às medidas foram sempre inferiores a 10,0% em ambos os casos.

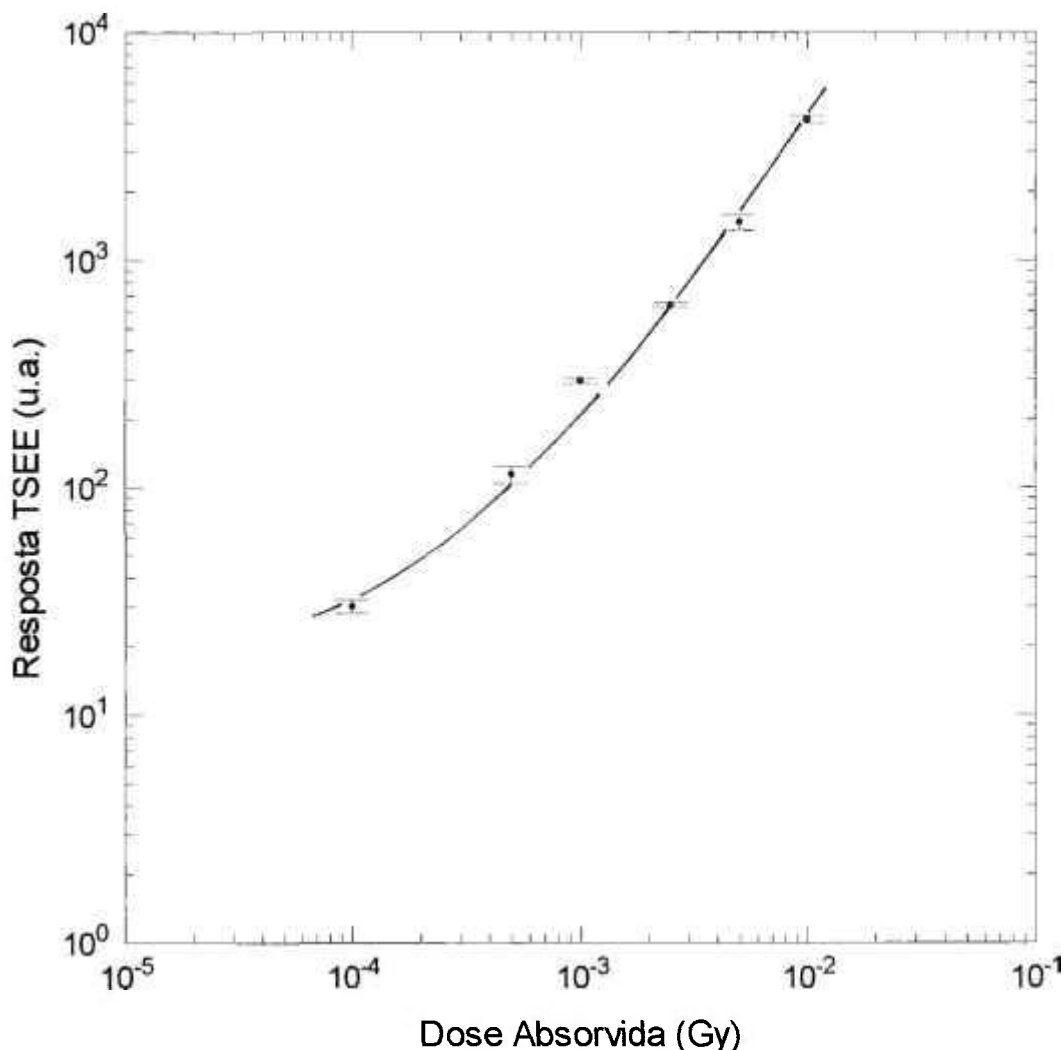


Figura 6.9 - Curva TSEE em função da dose absorvida no ar de ^{137}Cs para as pastilhas de BeO em substrato de grafite.

Observa-se na figura 6.9 um comportamento supralinear da resposta TSEE em função da dose absorvida, para as pastilhas de BeO em substrato de grafite. As incertezas associadas às medidas foram sempre inferiores a 8,0%.

Os resultados obtidos com o BeO em substrato de grafite e as pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P demonstraram a alta sensibilidade destes

materiais, e o fato de não se obter a linearidade da resposta TSEE com estes materiais pode estar relacionado com esta alta sensibilidade.

6.3.2 Radiação X de Energias Baixas

Com relação à resposta em função da dose, as pastilhas de CaSO_4 puro e com 10% de grafite e também as pastilhas de LiF:Mg,Cu,P foram expostas ao feixe de radiação X de energias baixas (17,7 keV, 0,56 mmAl de CSR), nível Radioterapia, no intervalo de 50 mGy a 100 Gy. No caso dos filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox, o intervalo utilizado foi de 50 mGy a 5 Gy, enquanto que no caso do BeO em substrato de grafite o intervalo utilizado foi de 0,5 a 10 mGy, nível Proteção Radiológica (31,0 keV, 1,95 mmAl de CSR). Os resultados obtidos são mostrados nas figuras 6.10, 6.11, 6.12 e 6.13 respectivamente. As incertezas associadas às medidas foram sempre inferiores a 10,0% em todos os casos. Devido às limitações técnicas do sistema de radiação X, não foi possível o estudo do comportamento destes materiais para doses superiores a 0,1 kGy.

Verificou-se que, após a realização destas medidas, os filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox apresentaram uma sensibilização na resposta TSEE, não sendo possível a continuação dos demais testes com estes materiais. A sensibilização na resposta TSEE destes materiais pode ser atribuída à maneira com a qual foram produzidos, e aos diversos parâmetros envolvidos no processo de crescimento, como por exemplo a temperatura do substrato durante a evaporação. Verificou-se que o substrato de alumínio aumenta a intensidade de emissão TSEE como no caso da TL^[59], devido às diferenças dos coeficientes de dilatação térmica dos materiais utilizados como substratos.

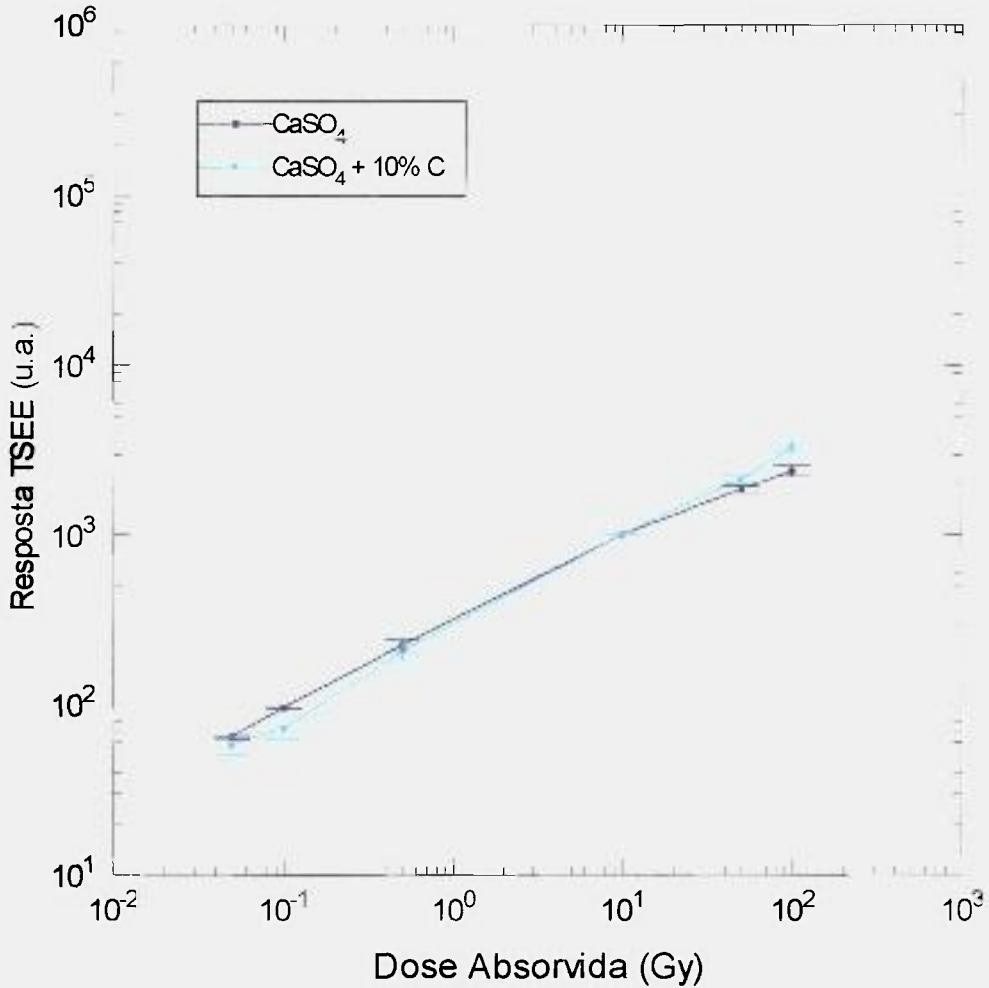


Figura 6.10 - Resposta TSEE em função da dose absorvida no ar para as pastilhas de CaSO₄ e CaSO₄ + 10% C (raios-X: 17,7 keV, 0,56 mmAl de CSR).

Apesar do comportamento não linear, observa-se na figura 6.10 um incremento da resposta TSEE em função da dose absorvida tanto para o CaSO₄ puro como para o CaSO₄ + 10% C.

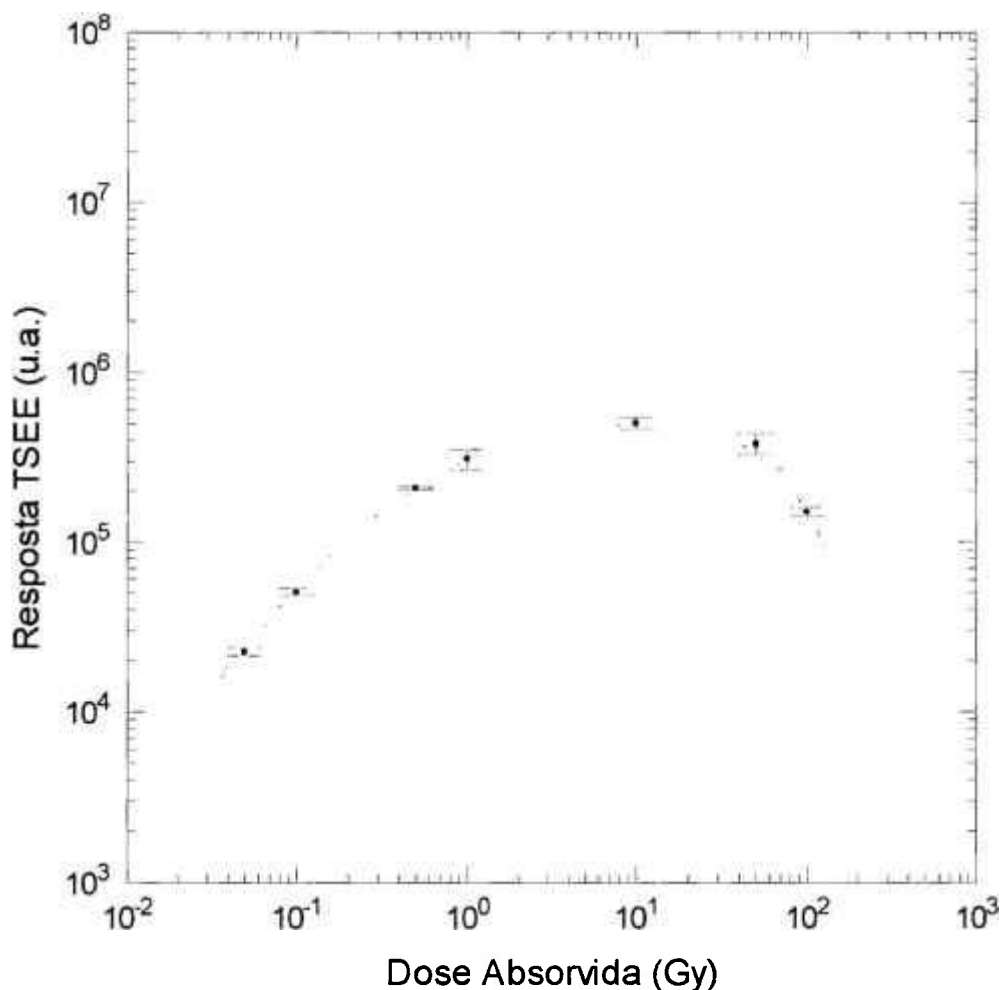


Figura 6.11 - Resposta TSEE em função da dose absorvida no ar para as pastilhas sinterizadas de LiF: Mg,Cu,P (raios-X: 17,7 keV, 0,56 mmAl de CSR).

Observa-se na figura 6.11 que para as pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P a resposta TSEE apresenta um comportamento supralinear com a dose, e como no caso da radiação gama, a partir de 1 Gy, ocorre a saturação; depois a resposta decresce em função da dose.

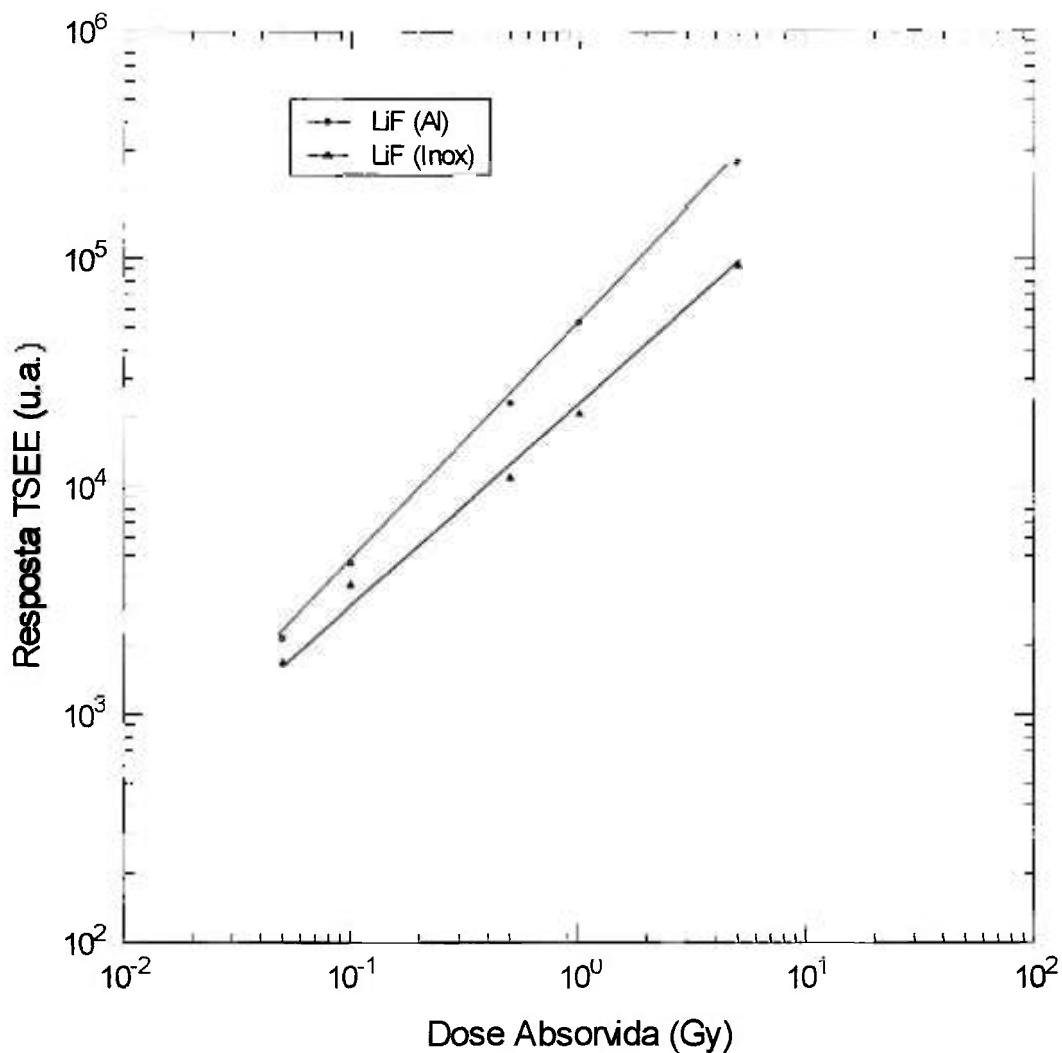


Figura 6.12 - Resposta TSEE em função da dose absorvida no ar para os filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox (raios-X: 17,7 keV, 0,56 mmAl de CSR).

Observa-se na figura 6.12 que os filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox apresentam um comportamento supralinear da resposta TSEE em função da dose absorvida.

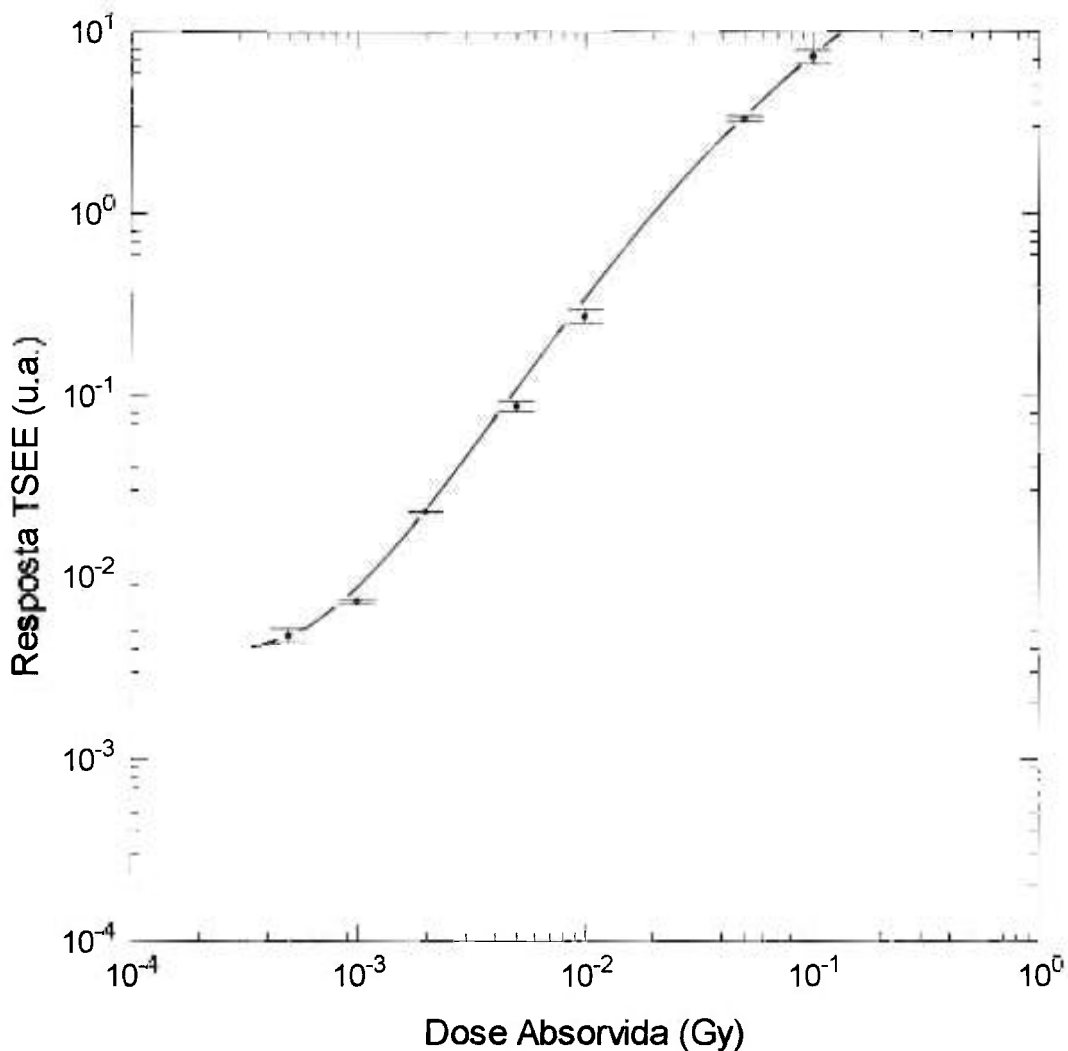


Figura 6.13 - Resposta TSEE em função da dose absorvida no ar para o BeO em substrato de grafite (raios X: 31,0 keV, 1,95 mmAl de CSR).

Na figura 6.13 observa-se também um comportamento supralinear da resposta TSEE das pastilhas de BeO em substrato de grafite em função da dose absorvida. As incertezas associadas às medidas não foram superiores a 10,0%.

6.3.3 Radiação Beta

As pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P e de CaSO₄ puro e com 10% de grafite e de BeO em substrato de grafite foram submetidas à radiação beta utilizando-se as fontes de ⁹⁰Sr + ⁹⁰Y de 74 e 1850 MBq, do sistema padrão secundário, no intervalo de 1 mGy a 10 Gy (pastilhas sinterizadas de CaSO₄ e de LiF:Mg,Cu,P) e no intervalo de 0,1 mGy a 1 Gy (BeO em grafite). As irradiações foram feitas às distâncias de calibração (11 e 30 cm), usando-se um filme fino de PVC de densidade superficial de 1,50 g/cm³ de camada equivalente a tecido para recobrir as amostras. As figuras 6.14, 6.15 e 6.16 apresentam a resposta TSEE em função da dose absorvida para estes materiais. As incertezas associadas foram sempre inferiores a 10,0% para o CaSO₄ puro e com grafite, a 11,0% para as pastilhas de LiF:Mg,Cu,P e a 9,0% para o BeO em substratos de grafite.

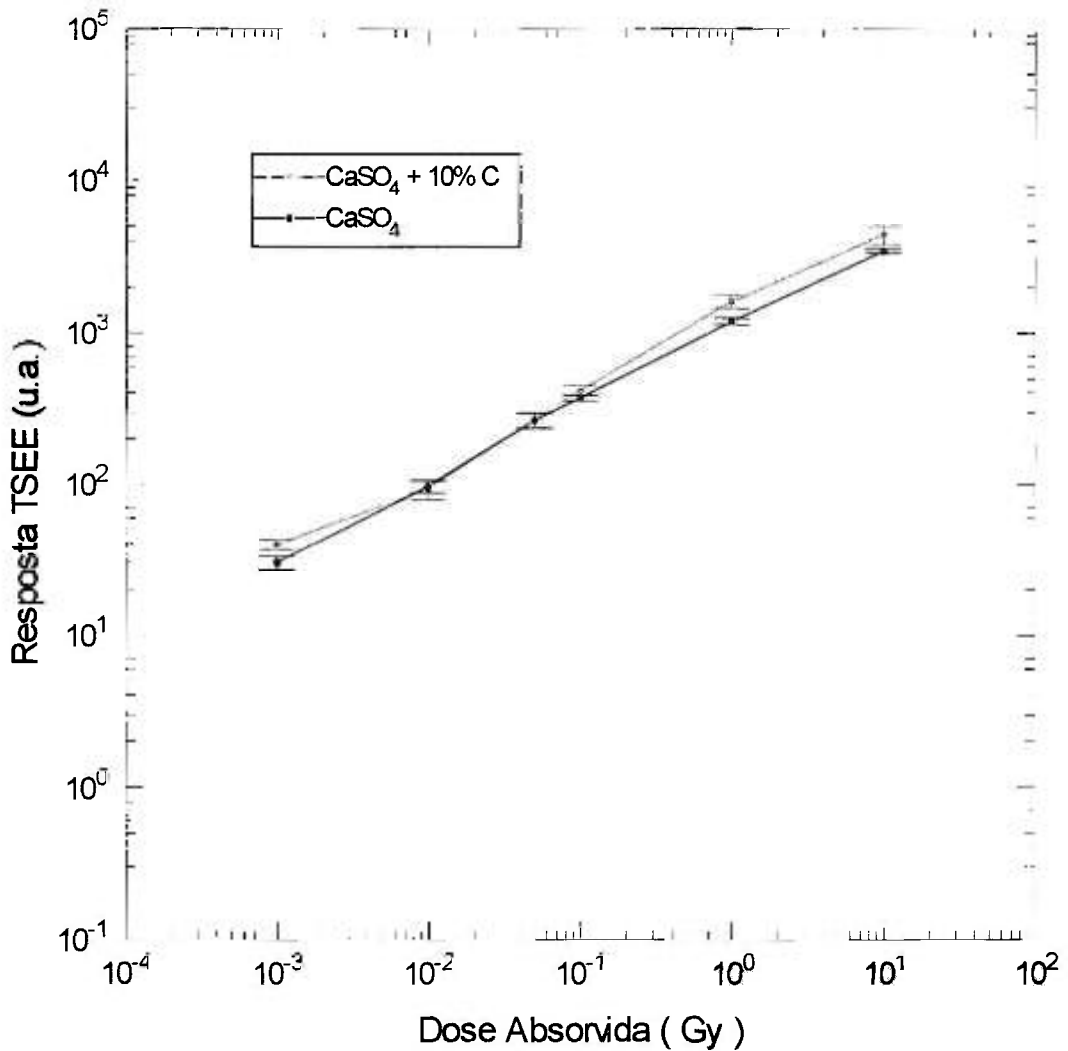


Figura 6.14 - Resposta TSEE das pastilhas de CaSO₄ e CaSO₄ + 10% C em função da dose absorvida de radiação beta (⁹⁰Sr + ⁹⁰Y).

Observa-se na figura 6.14 que tanto para o CaSO₄ puro como para o CaSO₄ + 10% C a resposta TSEE à dose apresenta um comportamento não linear.

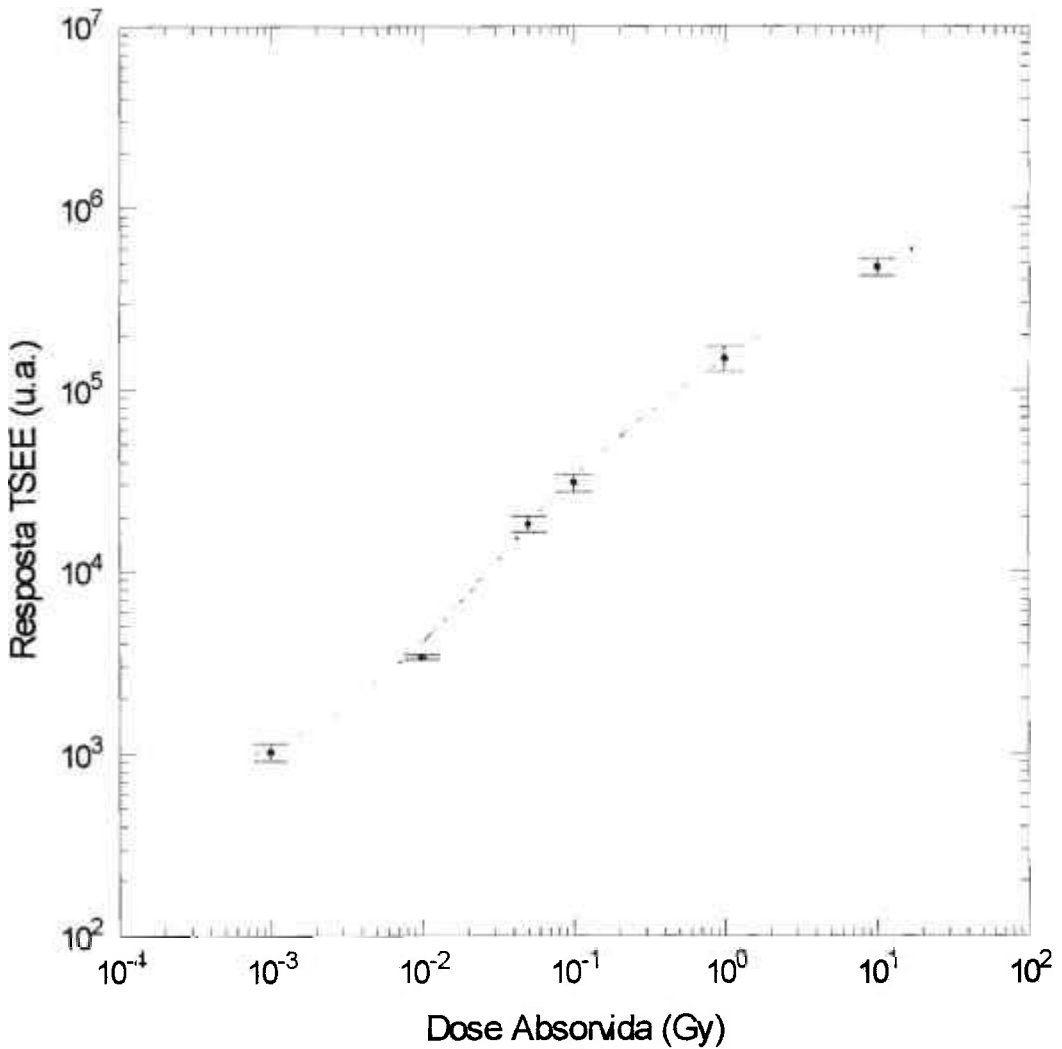


Figura 6.15 - Resposta TSEE das pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P em função da dose absorvida de radiação beta (⁹⁰Sr + ⁹⁰Y).

A resposta TSEE das pastilhas de LiF:Mg,Cu,P não apresenta um comportamento linear, tendendo à saturação a partir de 10 Gy, como pode ser visto na figura 6.15.

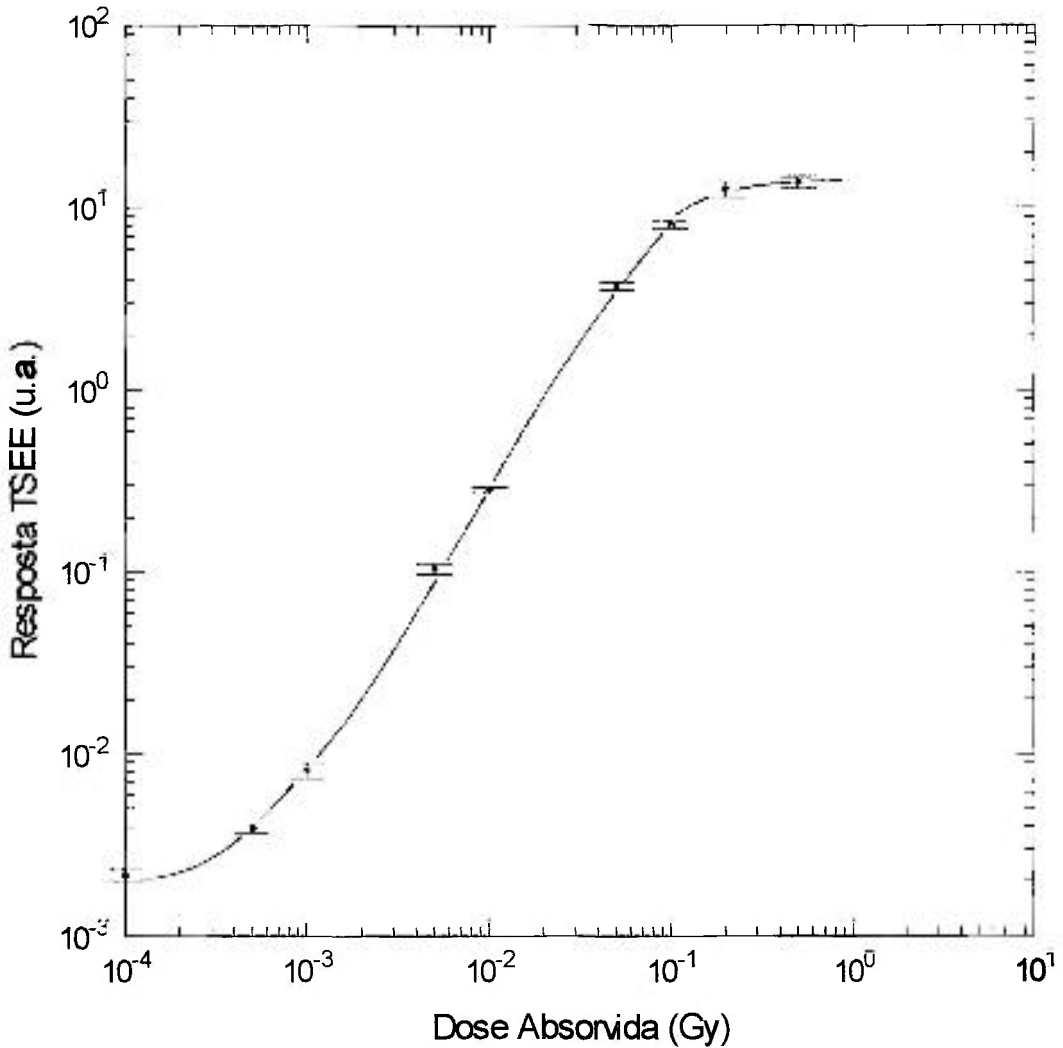


Figura 6.16 - Resposta TSEE das pastilhas de BeO em substrato de grafite em função da dose absorvida no ar de radiação beta (⁹⁰Sr + ⁹⁰Y).

Na figura 6.16 observa-se que a resposta TSEE à dose apresenta um comportamento supralinear no intervalo de 0,5 mGy a 0,1 Gy, tendendo à saturação a partir de 0,2 Gy.

6.3.4 Radiação Alfa

Para este estudo foram utilizadas as fontes calibradas de ^{238}Pu , ^{239}Pu , ^{241}Am e ^{244}Cm , todas pertencentes ao sistema padrão secundário de radiação alfa do Laboratório de Calibração de Instrumentos do IPEN. A resposta TSEE foi obtida irradiando-se as pastilhas sinterizadas de CaSO_4 puro e com 10% de grafite e de LiF:Mg,Cu,P uma a uma, para diferentes intervalos de tempo, obtendo-se a resposta TSEE em função do tempo de irradiação. Os resultados obtidos são mostrados nas figuras 6.17, 6.18 e 6.19 para as pastilhas de CaSO_4 puro e com 10% de grafite e LiF:Mg,Cu,P respectivamente. As incertezas associadas às medidas foram no máximo de 12,0% para as pastilhas de CaSO_4 puro e de 16,0% para as pastilhas de $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$. Observa-se um comportamento não linear, com um incremento da resposta TSEE em função do tempo de irradiação tanto para as amostras de CaSO_4 puro como para as contendo 10% de grafite, como mostrado nas figuras 6.17 e 6.18. No caso do LiF:Mg,Cu,P observa-se na figura 6.19 um comportamento linear deste material até um intervalo de tempo de irradiação total de 900 s, ocorrendo em seguida uma saturação da resposta. Este estudo não foi realizado para as pastilhas de BeO em substrato de grafite, devido à geometria delas e também das fontes de radiação, que ocasionavam dificuldades de posicionamento, não se conseguindo resultados reproduzíveis.

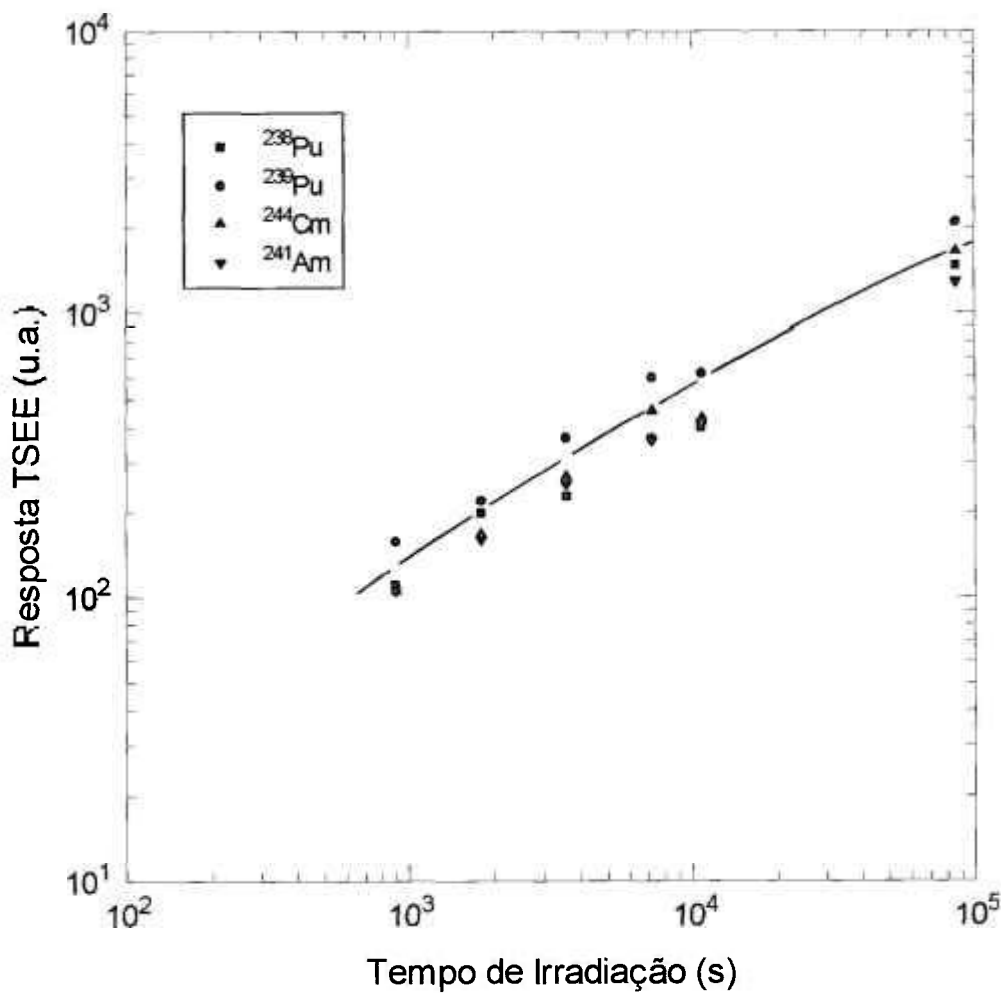


Figura 6.17 - Resposta TSEE das pastilhas de CaSO₄ puro irradiadas com fontes de radiação alfa.

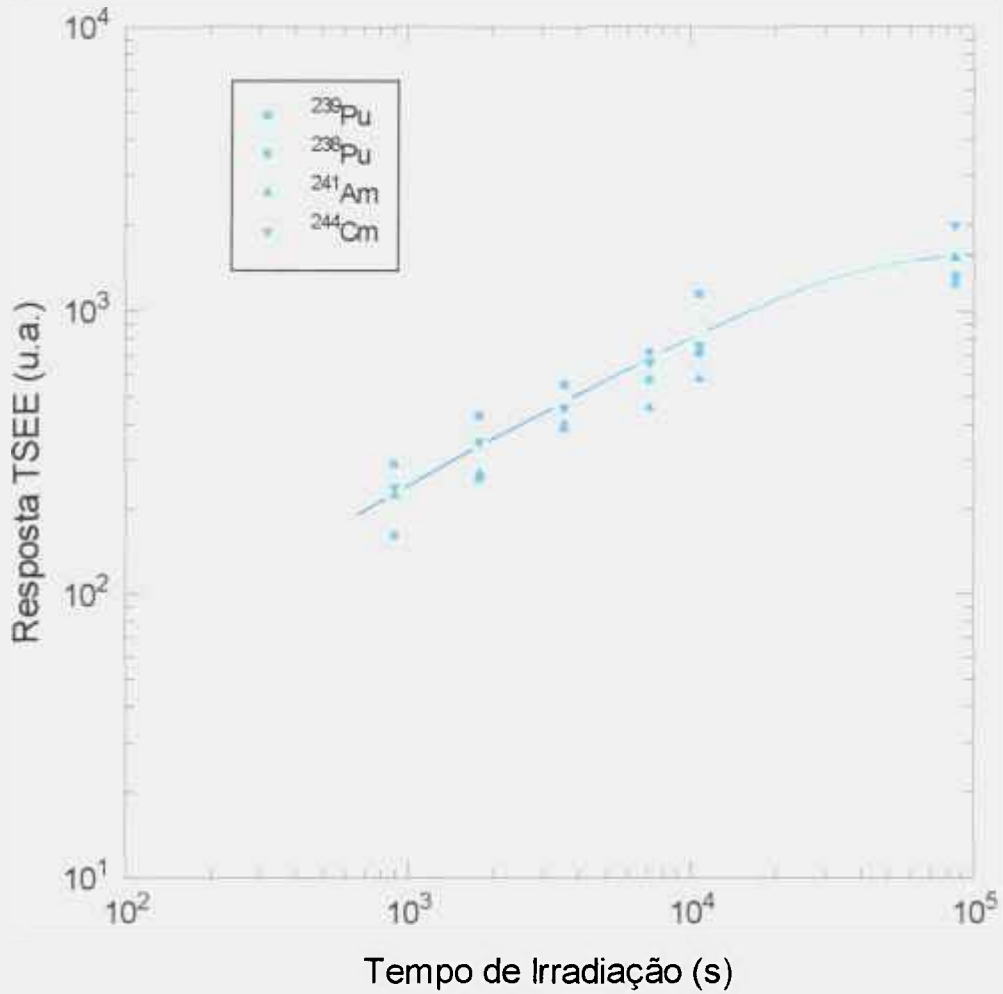


Figura 6.18 - Resposta TSEE das pastilhas de CaSO₄ +10% C irradiadas com fontes de radiação alfa.

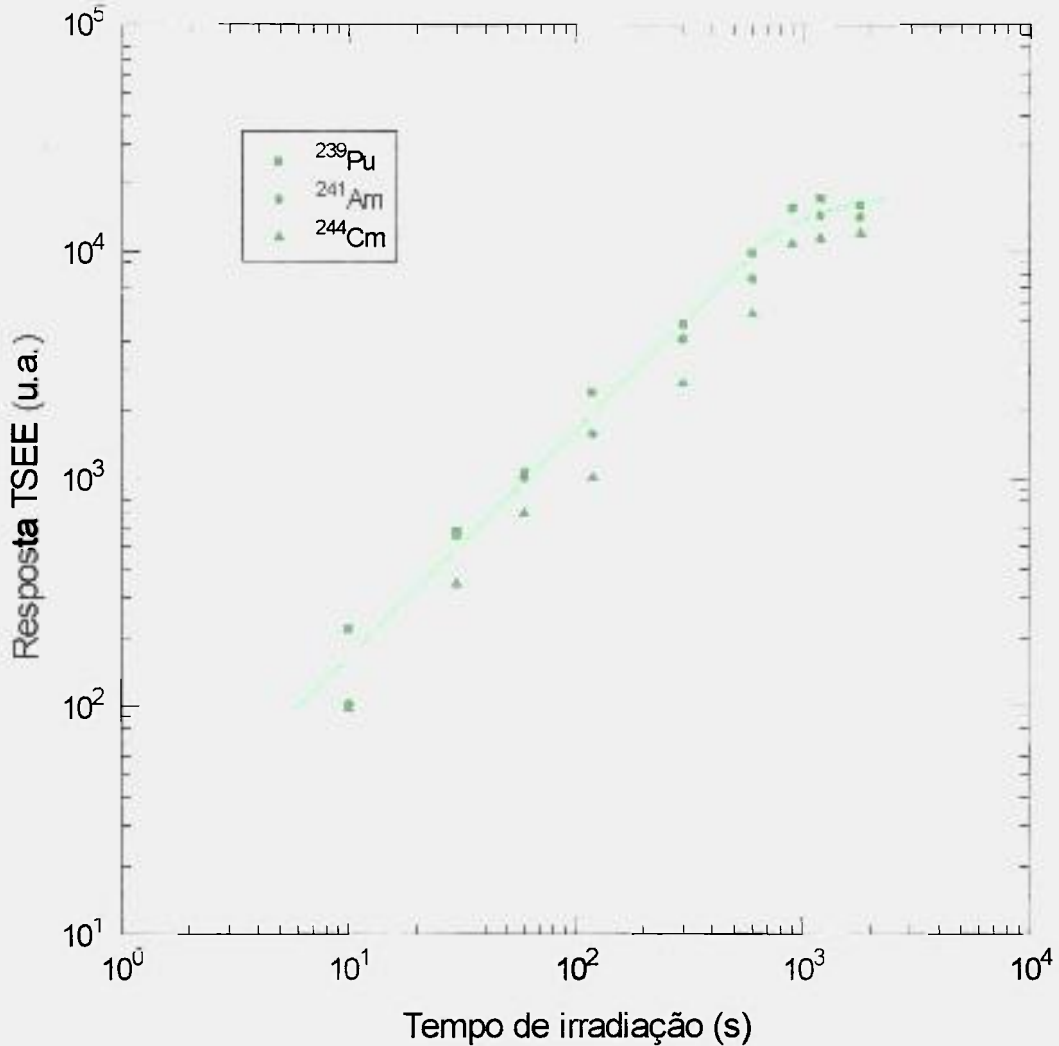


Figura 6.19 - Resposta TSEE das pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P irradiadas com fontes calibradas de radiação alfa.

Para se verificar a linearidade da resposta em função dos diferentes valores de fluxo de emissão das fontes padrões de ^{241}Am (LMN), as pastilhas de CaSO_4 puro e com 10% de grafite foram submetidas uma a uma à radiação alfa, durante um intervalo de tempo de 30 min. Para a determinação do fator de correção para a sensibilidade das pastilhas, fez-se um estudo da reprodutibilidade delas, utilizando-se uma fonte de ^{241}Am (11.100 s^{-1}), onde as pastilhas foram irradiadas três vezes uma a uma durante um intervalo de tempo

também de 30 min. O fator de correção foi obtido pelo quociente entre o valor do fluxo de emissão e a média das respostas das pastilhas. Após a obtenção desse fator de correção, determinou-se a resposta TSEE em função dos diferentes valores de fluxo de emissão. Todas as irradiações foram feitas à distância de 1,0 mm da fonte de radiação, conforme recomendações internacionais^[63]. A figura 6.20 mostra o resultado obtido para ambos os materiais.

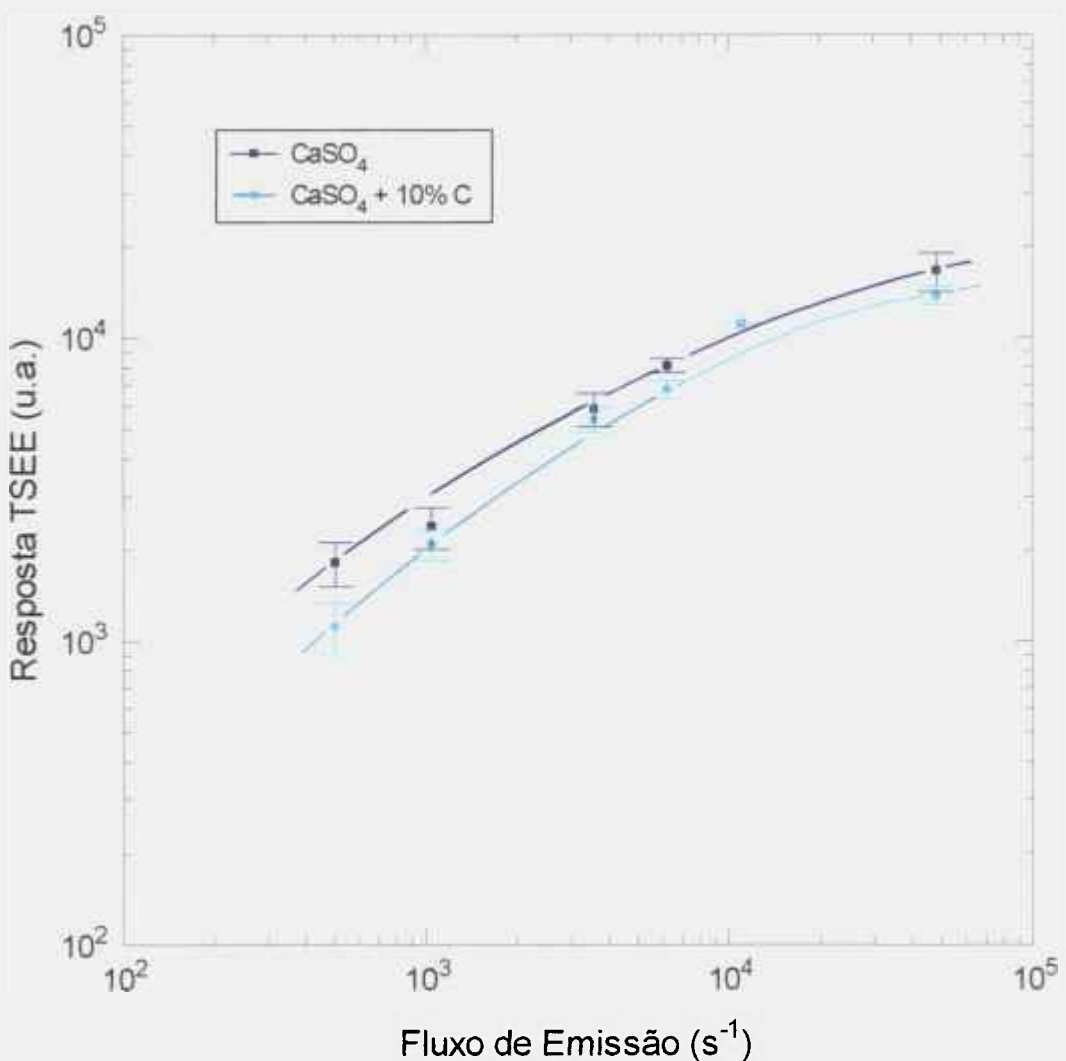


Figura 6.20 - Variação da resposta TSEE das pastilhas de $CaSO_4$ e $CaSO_4 + 10\%C$ em função do fluxo de emissão das fontes de ^{241}Am . (Tempo de Irradiação: 30 min)

Observa-se que as pastilhas sinterizadas de CaSO_4 e $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$ não apresentam um comportamento linear, mas um incremento da resposta TSEE em função do fluxo de emissão das fontes de ^{241}Am .

Foi também verificada a resposta TSEE em função do fluxo de emissão para as pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P no intervalo de $3,5$ a $4,8 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$ e para as pastilhas de BeO em substrato de grafite no intervalo de $55,3$ a $9,5 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$ respectivamente, utilizando-se as fontes padrão secundárias de radiação alfa produzidas pelo LMN. Como no caso das pastilhas de CaSO_4 puro e com 10% de grafite, determinou-se fatores de correção para a sensibilidade das pastilhas, utilizando-se fontes de ^{241}Am de 3.601 s^{-1} e 11.100 s^{-1} , onde as pastilhas foram irradiadas três vezes, uma a uma durante um intervalo de tempo de 10 e 5 min respectivamente. Após a obtenção desses fatores de correção, determinou-se a resposta TSEE em função dos diferentes fluxos de emissão. Os resultados obtidos são mostrados nas figuras 6.21 e 6.22. Observa-se também um comportamento linear da resposta TSEE com o aumento do fluxo de emissão, e, a partir de $1 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$, uma tendência à saturação no caso das pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P , como mostrado na figura 6.21. Para as pastilhas de BeO em grafite, na figura 6.22, pode-se observar um incremento da resposta em função do fluxo de emissão, no intervalo estudado, ou seja, de $55,3$ a $9,5 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$.

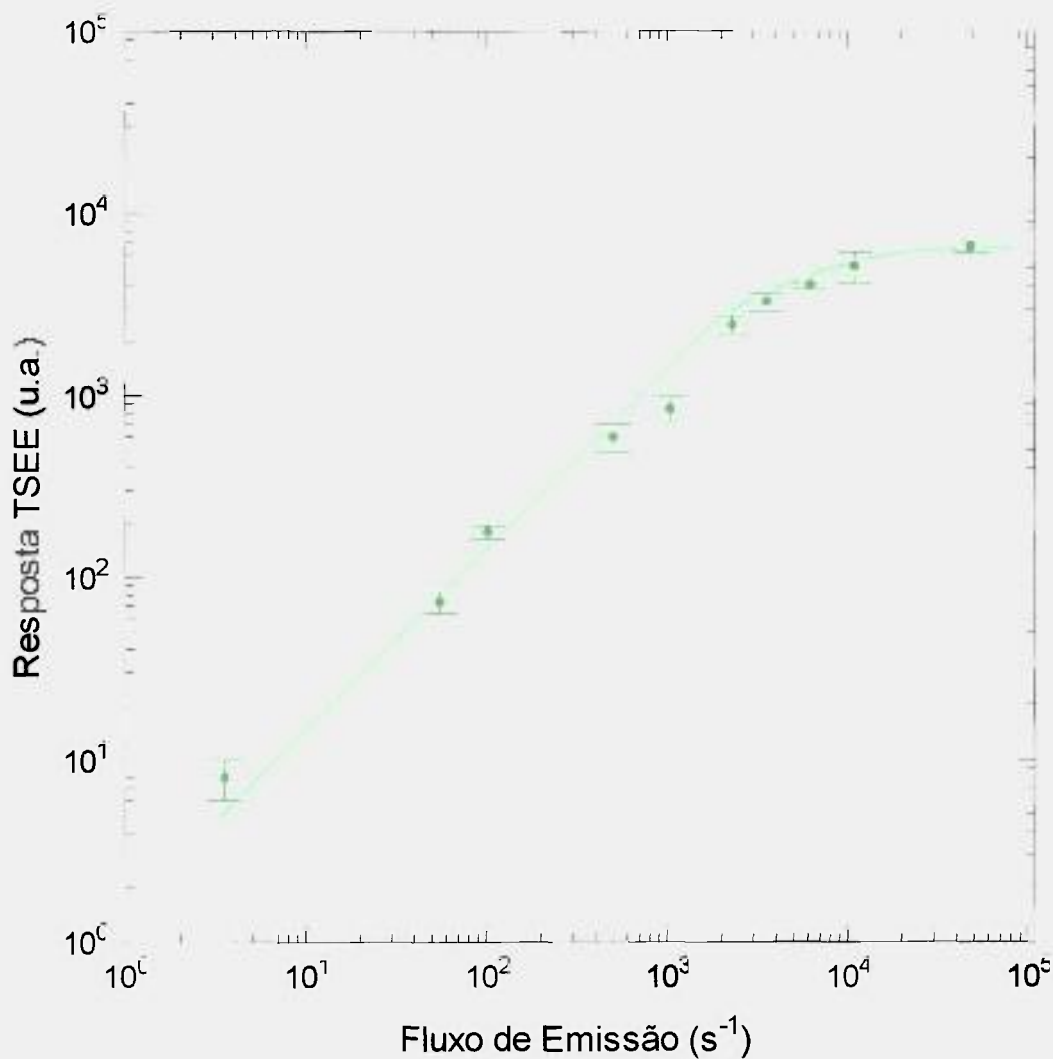


Figura 6.21 - Resposta TSEE das pastilhas de LiF:Mg,Cu,P irradiadas com fontes de radiação alfa (²⁴¹Am) do LMN. (Tempo de Irradiação: 10min)

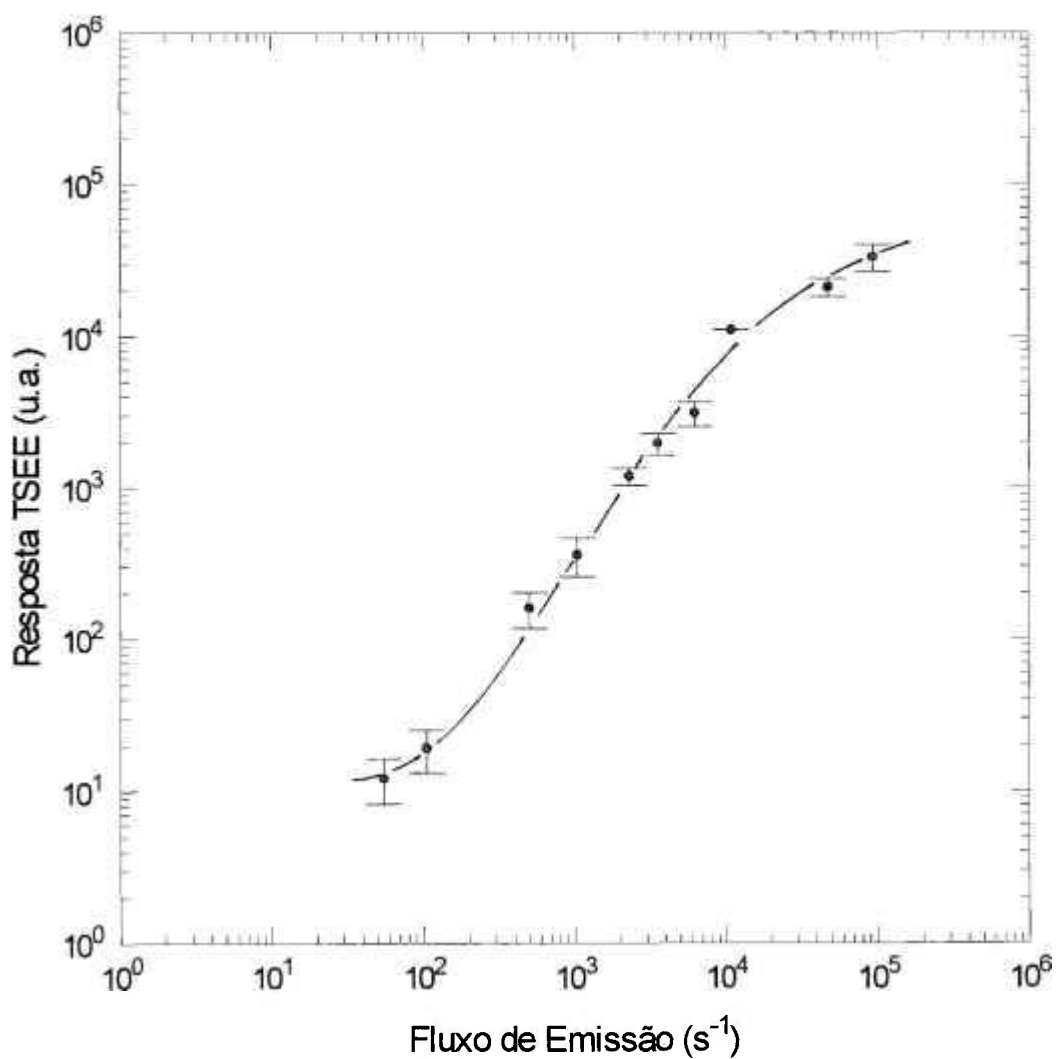


Figura 6.22 - Resposta TSEE das pastilhas de BeO em substrato de grafite, irradiadas com fontes de radiação alfa (^{241}Am) do LMN. (Tempo de Irradiação: 5 min)

6.4 Limite Mínimo Detectável

O limite mínimo detectável foi determinado estudando-se a variação na resposta TSEE de pastilhas não irradiadas. As pastilhas não irradiadas foram medidas por 10 vezes, sempre sob as mesmas condições experimentais, isto é, tratamento térmico e a seguir a leitura. Define-se o limite mínimo detectável como sendo igual a três vezes o desvio padrão da leitura das pastilhas não irradiadas. Para as pastilhas de CaSO_4 puro e com 10% de grafite, o valor encontrado foi de 0,5 mGy, no caso da radiação gama. Devido às limitações do sistema TSEE desenvolvido no presente trabalho, não foi possível a determinação experimental deste valor, sendo possível a leitura somente a partir de 1 mGy.

No caso das pastilhas de LiF:Mg,Cu,P o limite mínimo detectável determinado foi de 5 μGy , estando de acordo com os valores apresentados pela literatura, utilizando-se a termoluminescência como técnica de medida^[61, 64]. Experimentalmente, o valor encontrado foi de 0,1 mGy. Como a resposta TSEE obtida com as amostras corresponde somente aos elétrons distribuídos na camada superficial do cristal, espera-se que o valor do limite mínimo detectável seja maior que no caso daquele determinado pela TL, que é um fenômeno volumétrico, onde as armadilhas estão distribuídas pelo volume do material.

Para os filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox, o limite mínimo detectável determinado foi de 0,2 mGy e 0,01 Gy respectivamente. No caso dos filmes finos de LiF(Al) , o valor experimental encontrado foi de 1 mGy.

O resultado obtido para as pastilhas de BeO em substrato de grafite foi de 0,1 mGy, enquanto que experimentalmente este valor foi de 0,2 mGy. De acordo com a literatura, o BeO apresenta um limite mínimo de detecção de 1 μGy ^[7], utilizando-se a exoemissão como técnica de leitura. As diferenças encontradas devem-se às características do equipamento desenvolvido no presente trabalho.

6.5 Dependência Energética

6.5.1 Radiação X

O estudo da dependência energética foi feito irradiando-se as amostras de CaSO_4 puro e com 10% de grafite com feixes de raios-X nas qualidades nível Radioterapia, implantadas no Laboratório de Calibração de Instrumentos, no ar, à distância de 50 cm do foco do tubo de radiação X. A dependência energética foi de 27,0%, para as pastilhas de CaSO_4 puro e de 17,0% para as pastilhas com 10% de grafite, no intervalo de 14,3 a 21,2 keV, como mostrado na figura 6.23. As incertezas associadas às medidas não foram superiores a 10,6 % nos dois casos.

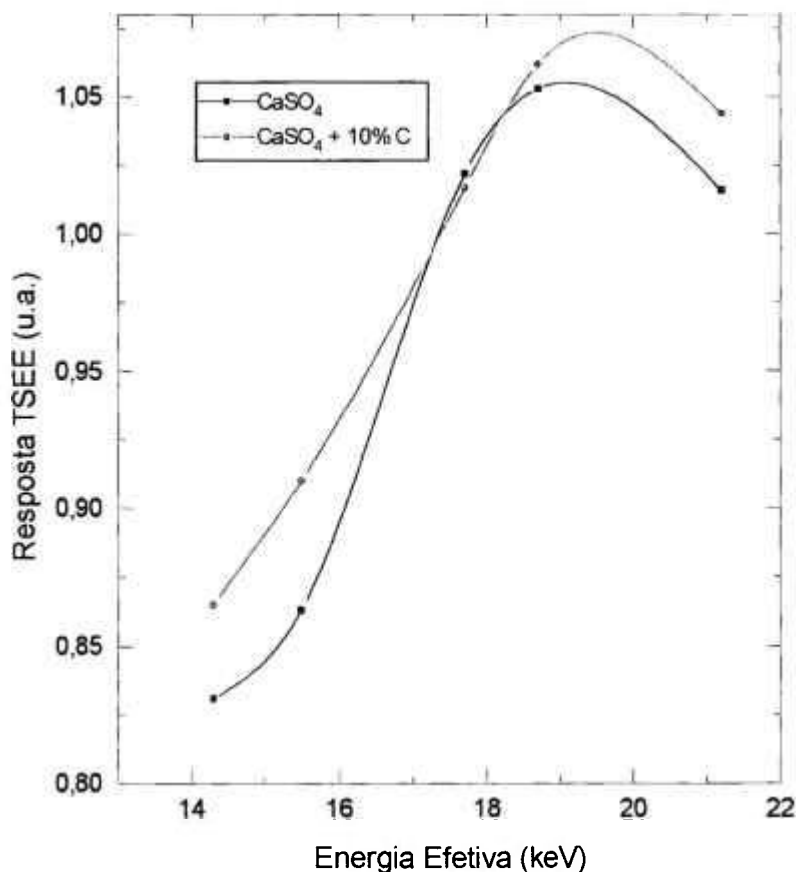


Figura 6.23 - Dependência energética das pastilhas de CaSO_4 puro e $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$ (raios-X, nível Radioterapia).

O estudo da dependência energética foi também realizado para as pastilhas de LiF:Mg,Cu,P, e o resultado obtido é mostrado na figura 6.24. Pode-se observar um incremento da resposta TSEE com a energia, com uma indicação de tendência à saturação a partir de 21,2 keV. A dependência energética entre 14,3 e 21,2 keV foi de 51,0%.

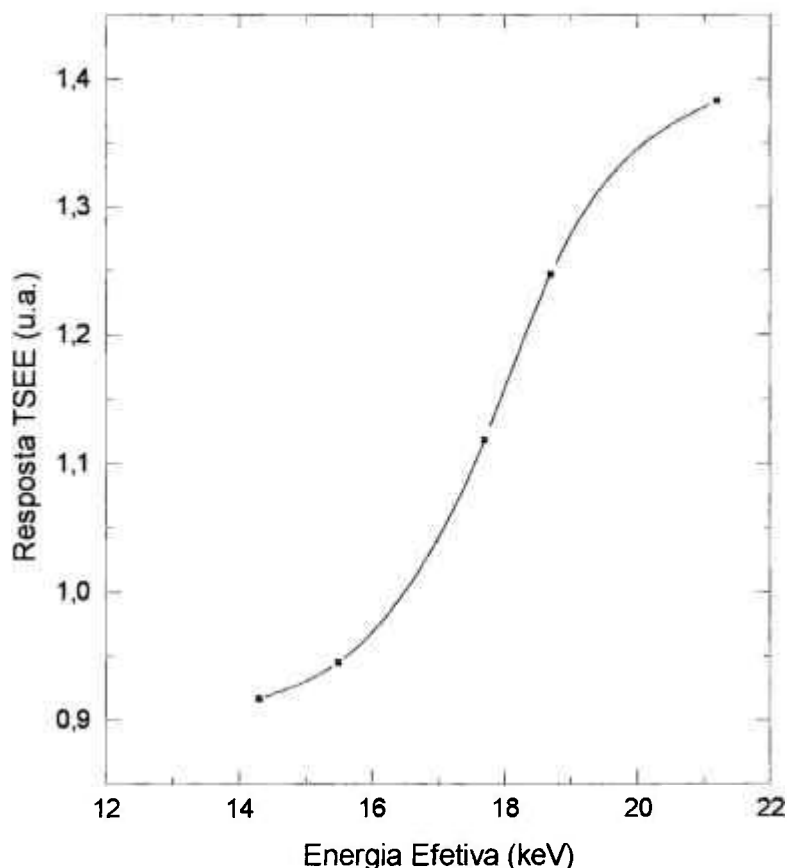


Figura 6.24 - Dependência energética das pastilhas de LiF:Mg,Cu,P (raios-X, nível Radioterapia).

No caso das pastilhas de BeO em substratos de grafite, o estudo da dependência energética foi realizado em feixes de radiação X nas qualidades nível Proteção Radiológica, no ar, à distância de 200 cm do foco do tubo de raios-X, devido à alta sensibilidade apresentada por estas pastilhas. A figura 6.25 mostra a dependência energética destas pastilhas no intervalo de 16,0 a

48,0 keV. Observa-se um aumento da resposta TSEE em função da energia, com um máximo em 38,0 keV, e a seguir uma queda da resposta. A dependência energética neste caso foi de 66,0%.

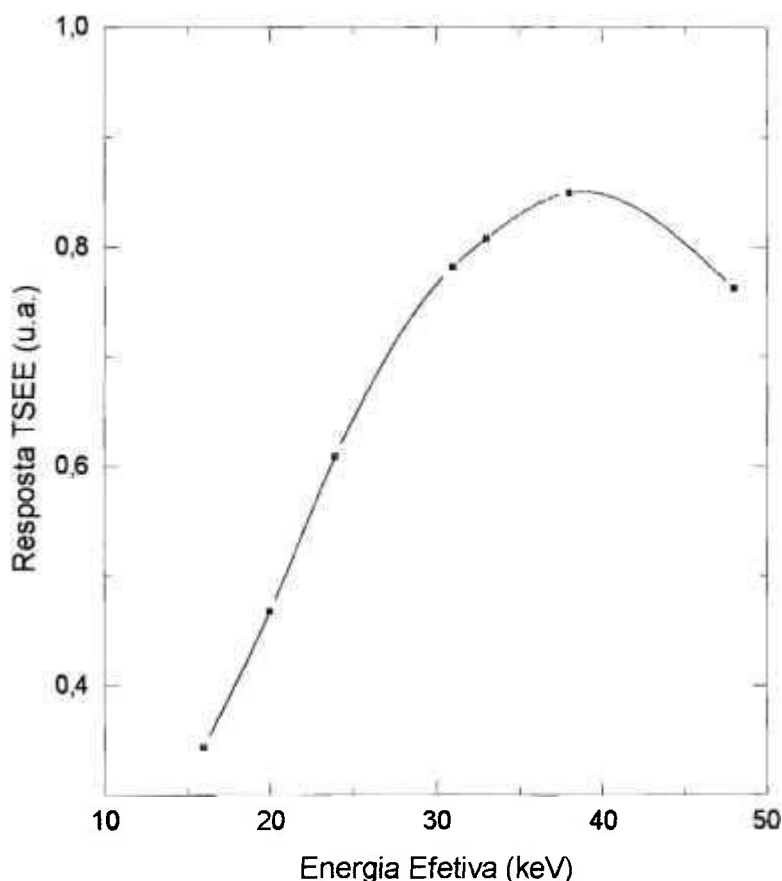


Figura 6.25 - Dependência energética das pastilhas de BeO em substrato de grafite (raios-X, nível Proteção Radiológica).

6.5.2 Radiação Beta

No caso da radiação beta, o estudo da dependência energética foi realizado com as amostras de CaSO_4 puro e com 10% de grafite, as pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P e as pastilhas de BeO em substrato de grafite, utilizando-se as fontes de $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$, ^{204}Tl e ^{147}Pm do sistema padrão secundário do Laboratório de Calibração de Instrumentos do IPEN. Todos os materiais foram expostos à radiação, usando-se um filme fino de PVC de densidade superficial de

$1,50 \times 10^{-3}$ g/cm² de camada equivalente a tecido, que os mantém presos ao porta-amostra. Os resultados obtidos com os materiais estudados são mostrados na tabela 6.3, e foram normalizados para o valor obtido com a fonte de ⁹⁰Sr + ⁹⁰Y, levando-se em conta também a correção para o fator de transmissão devido ao filme de PVC. Observa-se uma dependência forte com a energia da radiação beta para todos os materiais.

Tabela 6.3 - Fator de correção para a dependência energética com radiação beta, normalizado para ⁹⁰Sr + ⁹⁰Y.

Materiais	Resposta Relativa TSEE		
	¹⁴⁷ Pm	²⁰⁴ Tl	⁹⁰ Sr + ⁹⁰ Y
	(E = 0,06 MeV)	(E = 0,24 MeV)	(E = 0,80 MeV)
CaSO ₄	(0,27 ± 0,02)	(0,86 ± 0,08)	1
CaSO ₄ + 10% C	(0,29 ± 0,03)	(0,87 ± 0,10)	1
LiF:Mg,Cu,P	(0,03 ± 0,01)	(0,72 ± 0,04)	1
BeO	(0,15 ± 0,01)	(1,02 ± 0,04)	1

A figura 6.26 apresenta os resultados obtidos da resposta TSEE em função da energia média da radiação beta, para as amostras estudadas neste trabalho.

Comparando-se a forma das curvas obtidas neste trabalho com as obtidas por Caldas^[17], que utilizou LiF (TLD-100), CaSO₄:Tm e BeO:Li, pode-se verificar que existe uma semelhança bastante grande entre os comportamentos, em todo o intervalo de energia considerado.

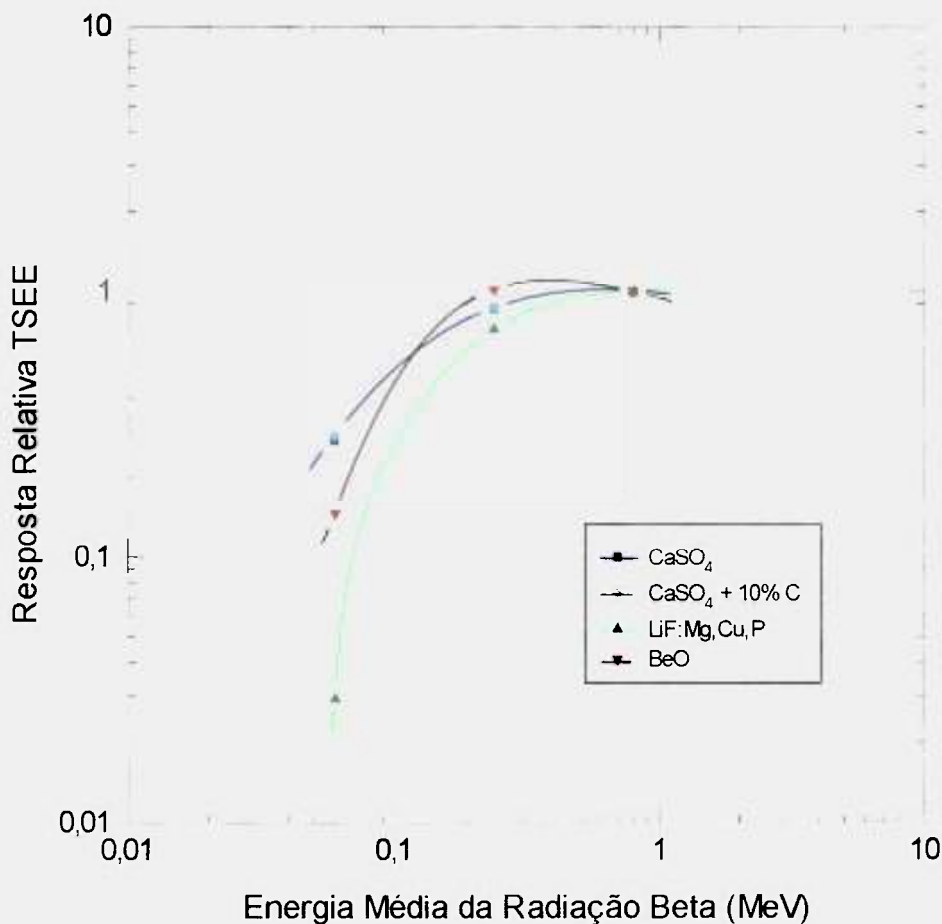


Figura 6.26 - Dependência da resposta TSEE com a energia média da radiação beta, de diferentes amostras, atrás de $1,50 \times 10^{-3} \text{ g/cm}^2$ de material equivalente a tecido.

6.5.3 Radiação Alfa

A dependência energética da resposta TSEE foi obtida irradiando-se as pastilhas de CaSO₄ e CaSO₄ + 10% C uma a uma durante um intervalo de tempo de 30 min, utilizando-se para isto as fontes do sistema padrão secundário do LMRI, de ²³⁹Pu, ²⁴¹Am e ²⁴⁴Cm. Os resultados obtidos podem ser vistos na tabela 6.4.

Tabela 6.4 - Dependência energética das pastilhas de CaSO_4 e $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{C}$ para radiação alfa.

Fonte	Energia (keV)	Resposta Relativa TSEE	
		CaSO_4	$\text{CaSO}_4 + 10\% \text{C}$
^{239}Pu	5.155	$(2,13 \pm 0,31)$	$(2,59 \pm 0,41)$
^{241}Am	5.485	$(2,10 \pm 0,31)$	$(1,73 \pm 0,32)$
^{244}Cm	5.804	$(2,21 \pm 0,41)$	$(1,85 \pm 0,28)$

Pode-se observar que no caso das pastilhas de CaSO_4 puro a resposta TSEE pode ser considerada praticamente independente com a energia (5,3%), enquanto que para as amostras de $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{C}$ esta dependência é de 50,0%. Por apresentar uma energia da radiação alfa muito próxima à energia do ^{241}Am , a fonte de ^{238}Pu não foi considerada para este estudo.

Com relação à dependência energética com radiação alfa, os dados na literatura^[65] referem-se à dependência da resposta de monitores de radiação utilizados em Proteção Radiológica, não sendo possível portanto uma comparação dos resultados obtidos.

Com relação às pastilhas de BeO em substrato de grafite e também às pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P , não foi possível o estudo da dependência energética devido a problemas de geometria das fontes de radiação alfa, não se conseguindo resultados reprodutíveis.

7 APLICAÇÃO: IRRADIAÇÃO COM ELÉTRONS

Como uma aplicação, utilizando-se o sistema de emissão exoeletrônica termicamente estimulada (TSEE) desenvolvido neste trabalho e materiais de fabricação nacional, CaSO_4 puro e com 10% de grafite, foram realizados testes com o acelerador de elétrons Dynamitron da Coordenadoria de Aplicações na Engenharia e Indústria do IPEN. Consistiram na tentativa de obtenção da curva de calibração para a dosimetria no controle de processos por radiação, tais como esterilização de produtos médicos, eliminação de microorganismos em alimentos e especiarias e vulcanização de borrachas. Foram feitos também testes para se verificar a possibilidade do uso destas pastilhas na monitoração de área do acelerador de elétrons.

A figura 7.1 mostra o diagrama esquemático do arranjo de irradiação no acelerador de elétrons Dynamitron do IPEN. Para a obtenção das curvas de calibração, as amostras de CaSO_4 e $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$ foram posicionadas diretamente no feixe de elétrons, no centro da bandeja que se desloca a uma velocidade constante de 6,72 m/min, num movimento de “vai e vem”, e foram irradiadas com doses absorvidas no intervalo de 0,45 a 10,0 kGy. Neste caso as irradiações foram feitas mantendo-se o número de deslocamentos da bandeja (passadas) e a energia constantes, variando-se a intensidade da corrente do feixe. O estudo foi realizado utilizando-se apenas 1 deslocamento e a energia de 0,6 MeV.

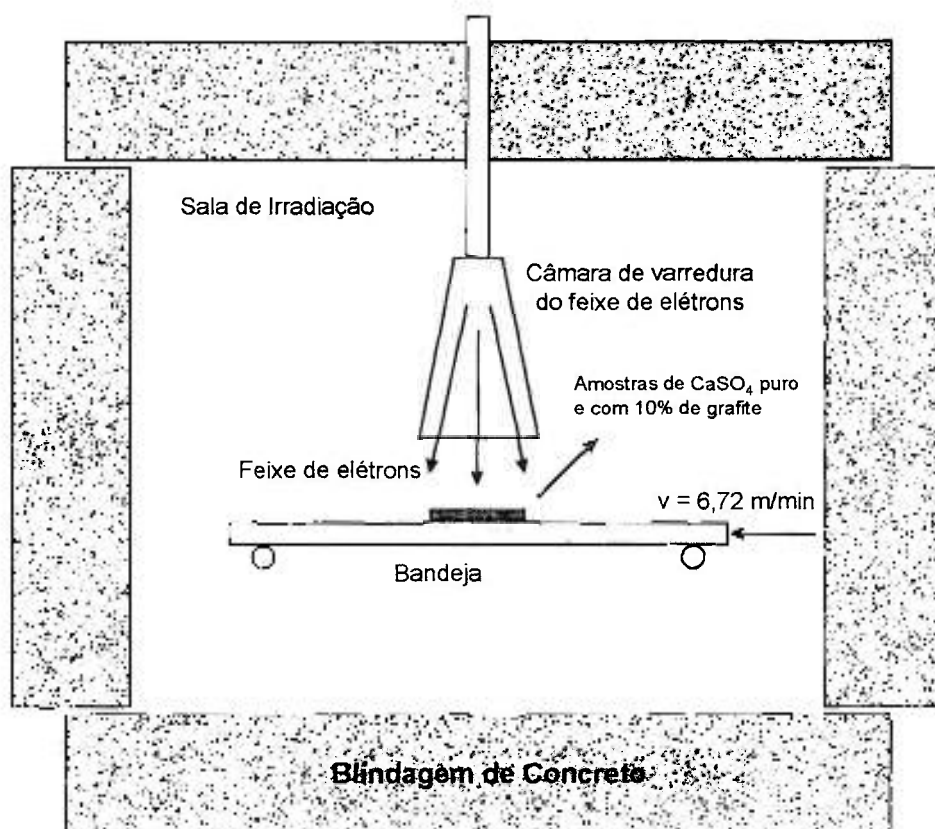


Figura 7.1 - Diagrama esquemático do arranjo de irradiação do acelerador de elétrons Dynamitron do IPEN.

Na figura 7.2 é mostrada a curva de calibração obtida com o $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$ no intervalo de dose considerado. Os resultados referem-se aos valores corrigidos para a sensibilidade das pastilhas com radiação beta do $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$. Os resultados obtidos com o CaSO_4 puro não são mostrados, tendo-se verificado não ser possível o seu uso na região em questão, porque a resposta TSEE já está provavelmente na região de saturação. Com relação ao $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$, nota-se que a resposta TSEE apresenta uma região linear até cerca de 1,0 kGy e, a seguir, uma tendência à saturação da resposta TSEE em função da dose absorvida. As incertezas associadas às medidas não foram superiores a 3,0%.

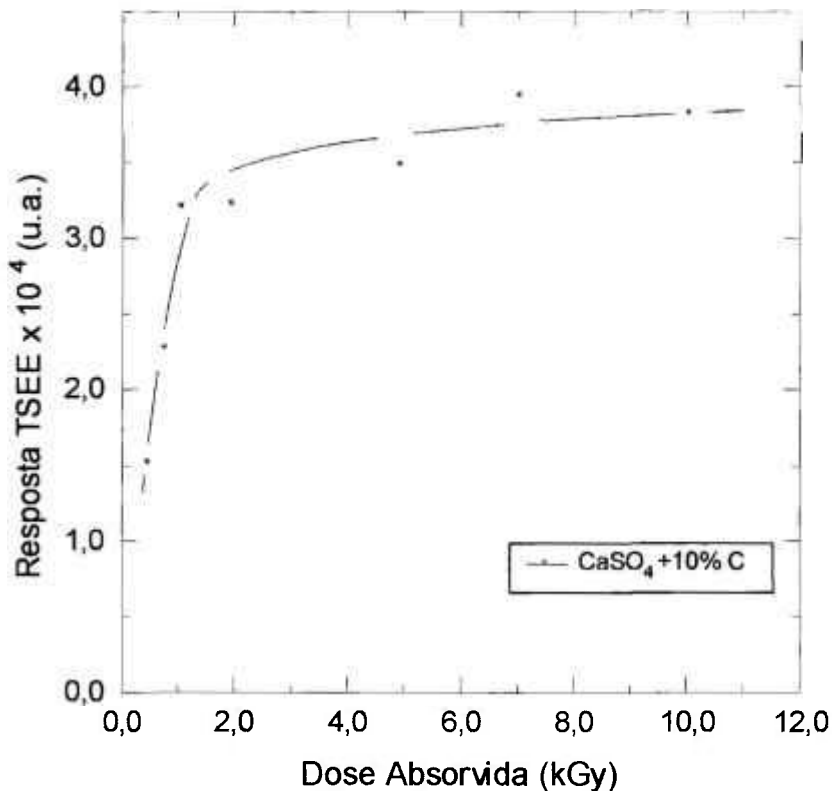


Figura 7.2 - Resposta TSEE em função da dose absorvida para as pastilhas sinterizadas de $\text{CaSO}_4 + 10\%$ de grafite, irradiadas no feixe do acelerador de elétrons Dynamitron do IPEN.

Verificou-se também o comportamento da resposta TSEE com a variação da energia do feixe, ou seja, foi realizado o estudo da dependência energética no intervalo de 0,6 a 1,5 MeV. Neste caso, a intensidade da corrente do feixe (0,3 mA) e o número de deslocamentos da bandeja (1) foram mantidos constantes variando-se somente a energia do feixe. Os resultados obtidos são mostrados na tabela 7.1. As incertezas associadas às medidas não foram superiores a 5,0% tanto para o CaSO_4 puro como para o $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$.

Tabela 7.1 - Dependência energética das pastilhas sinterizadas de CaSO_4 e $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$ para elétrons do acelerador Dynamitron do IPEN.

Energia (MeV)	Resposta TSEE x 10^4 (u.a.)	
	CaSO_4	$\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$
0,6	4,95	3,68
0,8	4,32	3,66
1,0	3,37	3,93
1,5	3,36	3,90

Pode-se observar que no caso das pastilhas de CaSO_4 puro a dependência energética é de 47,0%, enquanto que para as pastilhas de $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$ a resposta TSEE praticamente independe da energia (7,0%).

Um outro teste foi realizado: monitoração de área da sala de irradiação do acelerador. Para este teste as amostras de CaSO_4 puro e com 10% de grafite foram localizadas em três posições diferentes d_1 , d_2 , d_3 , na parede lateral de concreto da sala, variando-se a seguir a dose absorvida, por meio do número de deslocamentos da bandeja, no intervalo de 1 a 16 deslocamentos. Foram mantidas constantes a intensidade da corrente do feixe (0,3 mA) e a energia (0,6 MeV). O diagrama esquemático do arranjo é mostrado na figura 7.3. As distâncias de irradiação neste caso foram mantidas em 1,3, 1,9 e 4,1 m respectivamente do centro do feixe de elétrons. As incertezas associadas às medidas não foram superiores a 3,5% tanto para o CaSO_4 puro como para o CaSO_4 com 10% de grafite em sua composição.

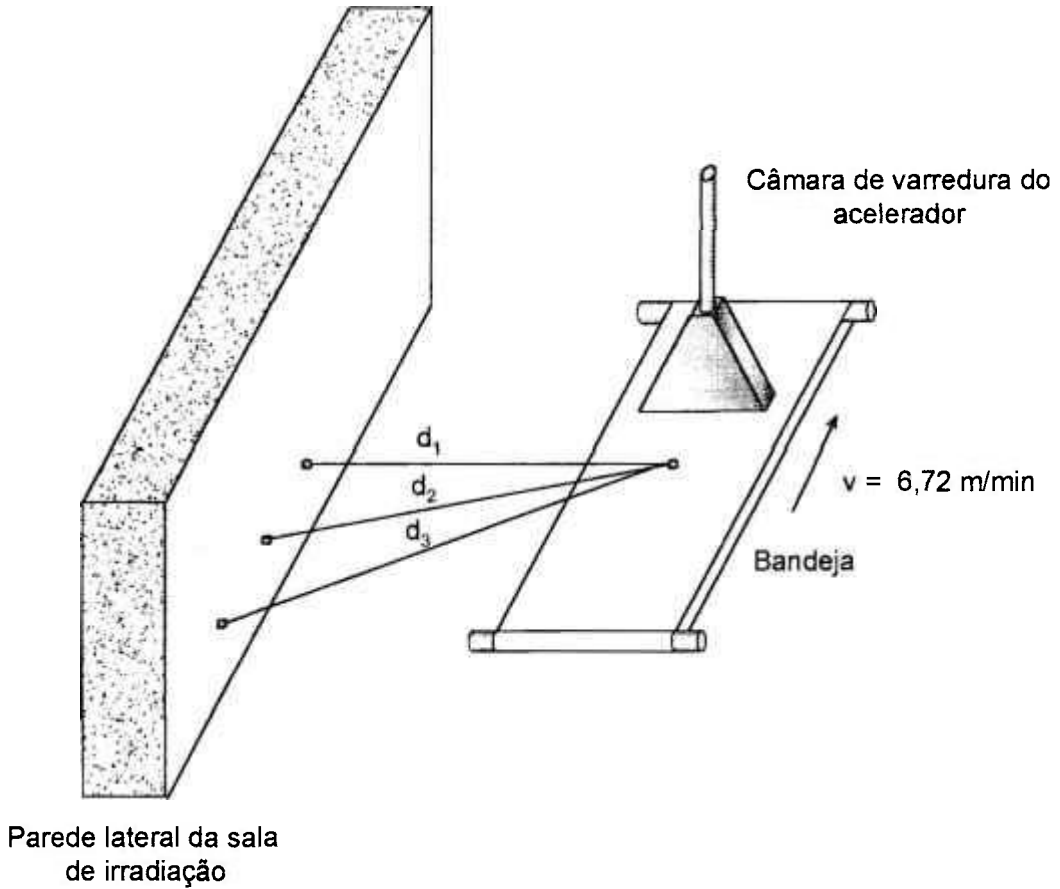


Figura 7.3 - Diagrama esquemático do arranjo de irradiação utilizado para a monitoração de área da sala do acelerador.

A figura 7.4 mostra os resultados obtidos para as pastilhas de CaSO_4 puro e com 10% de grafite em função do número de deslocamentos da bandeja, para a distância d_1 de 1,3 m do centro do feixe de elétrons.

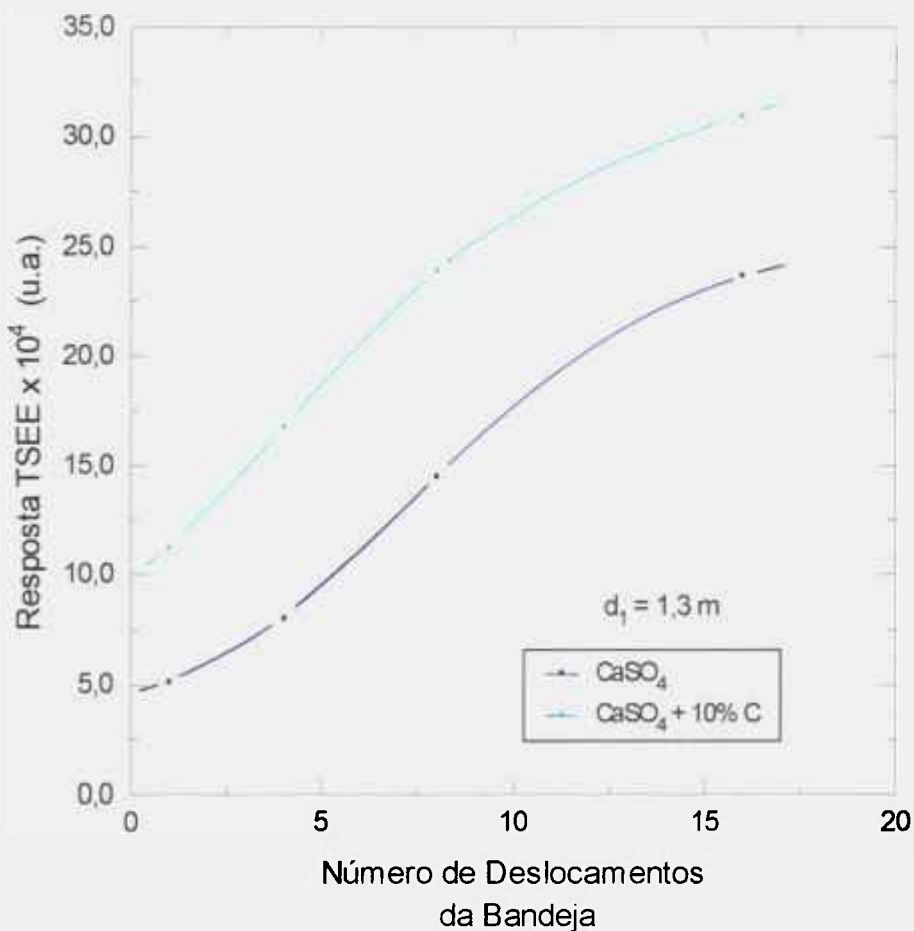


Figura 7.4 - Variação da resposta TSEE das pastilhas de CaSO₄ puro e com 10% de grafite em função do número de deslocamentos da bandeja para a distância d₁ (1,3 m). Irradiação com o acelerador de elétrons Dynamitron do IPEN.

Nota-se na figura 7.4 um incremento da resposta TSEE em função do número de deslocamentos da bandeja para a distância d₁ (1,3 m), tanto para o CaSO₄ puro como para o CaSO₄ + 10% C.

As doses absorvidas para a distância d₁ (1,3 m), e para os diferentes números de deslocamentos foram determinadas mediante um ajuste de

reta obtida na parte linear da curva de calibração da figura 7.2, utilizando-se o $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$, no intervalo de 0,45 a 1,0 kGy. A tabela 7.2 mostra os valores das doses estimadas.

Tabela 7.2 - Valores determinados para a dose absorvida à distância d_1 entre o centro do feixe de elétrons e a parede lateral da sala de irradiação, utilizando-se o ajuste de reta obtida na parte linear da curva de calibração do $\text{CaSO}_4 + 10\% \text{ C}$.

Número de Deslocamentos ($d_1 = 1,30 \text{ m}$)	Dose Absorvida Estimada (kGy)
1	0,32
4	0,51
8	0,77
16	1,02

As figuras 7.5 e 7.6 mostram a resposta TSEE das pastilhas de CaSO_4 puro e com 10% de grafite respectivamente em função da distância ao centro do feixe de elétrons.

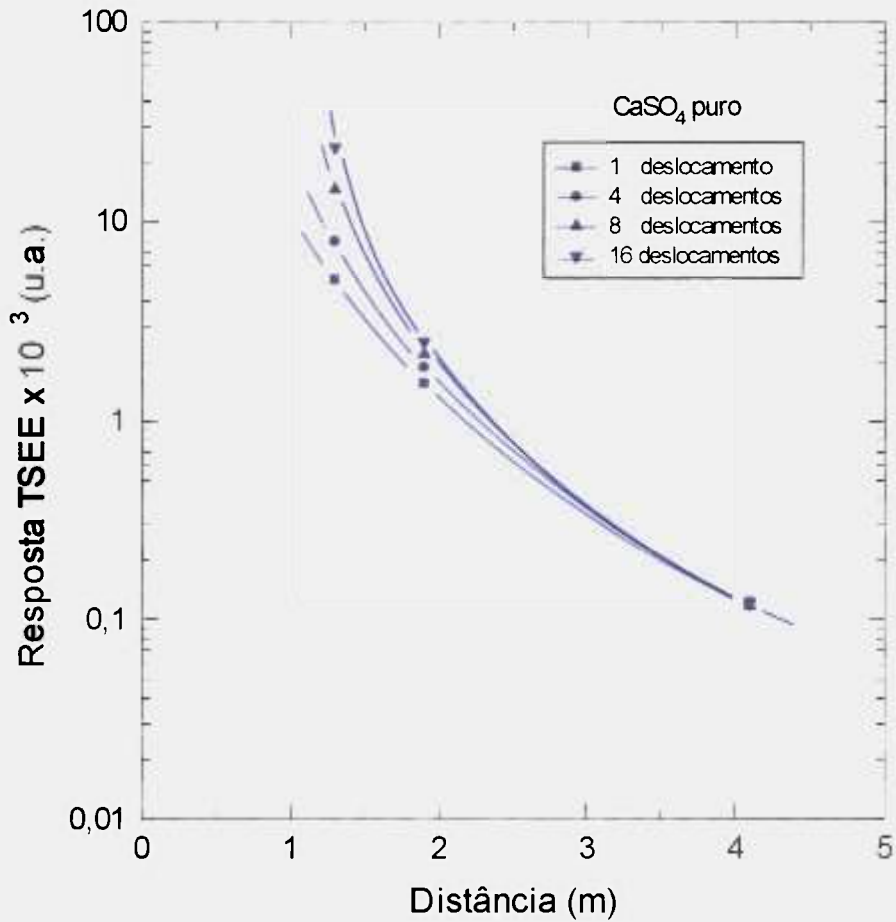


Figura 7.5 - Variação da resposta TSEE do CaSO₄ puro posicionado em diferentes distâncias de irradiação (Acelerador Dynamitron do IPEN, elétrons com energia de 0,6 MeV).

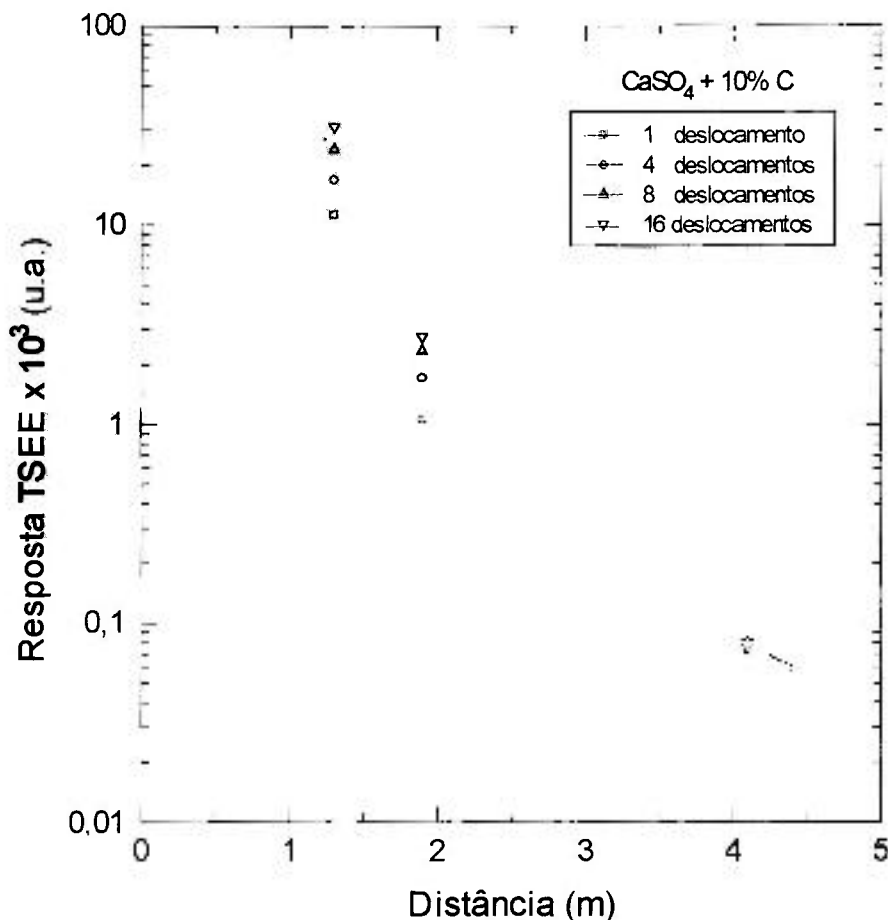


Figura 7.6 - Variação da resposta TSEE do CaSO₄ + 10% C posicionado em diferentes distâncias de irradiação (Acelerador Dynamitron do IPEN, elétrons com energia de 0,6 MeV).

Observa-se nas figuras 7.5 e 7.6 um decréscimo pronunciado da resposta TSEE em função da distância de irradiação do centro do feixe de elétrons à parede lateral de concreto, tanto para o CaSO₄ puro como para o CaSO₄ com 10% de grafite. Portanto com este tipo de gráfico pode-se determinar as doses absorvidas para qualquer distância de irradiação no intervalo estudado de 1,3 a 4,1 m. No caso da distância d_3 (4,1m), a resposta TSEE se mantém constante, próxima ao limite inferior de detecção destes materiais.

Os resultados dos testes propostos mostram a viabilidade do uso de pastilhas sinterizadas de CaSO_4 com 10% de grafite em sua composição na dosimetria de feixes de elétrons, como também na monitoração de área do acelerador, utilizando-se o equipamento desenvolvido no presente trabalho de emissão exoeletrônica termicamente estimulada. No intervalo de doses entre 0,45 e 1,0 kGy, este material apresentou uma dependência energética de apenas 7,0% entre 0,6 e 1,5 MeV.

8 CONCLUSÕES

Um sistema de emissão exoeletrônica termicamente estimulada (TSEE) foi projetado, construído e testado para a aplicação em dosimetria das radiações pouco penetrantes, como radiação X de energias baixas, alfa e beta.

O sistema construído é de baixo custo e foram utilizados materiais de fabricação nacional. A caracterização deste detector foi feita com fontes padrões secundárias do Laboratório de Metrologia Nuclear do IPEN, fornecendo resultados satisfatórios. A reprodutibilidade das medidas obtidas com o detector proporcional se mostrou semelhante às obtidas em sistemas comerciais de leitores termoluminescentes.

Com a utilização de materiais com resposta conhecida, como o óxido de berílio em substrato de quartzo e o óxido de magnésio em forma monocristalina, foi possível comprovar o perfeito funcionamento do sistema de exoemissão, fornecendo a confiança necessária para o estudo da exoemissão com materiais de resposta desconhecida e demonstrando a viabilidade do projeto.

Todos os materiais utilizados neste trabalho, isto é, CaSO_4 puro e com 10% de grafite em sua composição, pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P , filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox e BeO em substrato de grafite, foram estudados em relação à reprodutibilidade de resposta TSEE, curva de resposta TSEE em função da dose, dependência energética, etc, estudos estes típicos no caso da dosimetria das radiações.

As pastilhas sinterizadas de CaSO_4 puro e com 10% de grafite, apesar de sua baixa sensibilidade às radiações X de energias baixas, gama, beta e alfa, apresentaram resultados satisfatórios em relação a todos os testes

realizados, isto é, reprodutibilidade de resposta, dependência energética, curva de calibração, etc. As principais vantagens destes materiais são o seu baixo custo e o fato de serem produzidos no IPEN.

Os resultados obtidos com os filmes finos de LiF em substratos de alumínio e aço inox mostraram-se promissores em relação à dosimetria das radiações, devido à alta sensibilidade destes materiais para a radiação gama e radiação X de energias baixas, mas por um problema apresentado durante a realização dos testes, isto é, sensibilização na resposta, não foi possível a obtenção de todos os dados referentes a estes materiais.

Com relação às pastilhas sinterizadas de LiF:Mg,Cu,P e de BeO em substrato de grafite, os resultados obtidos por meio da técnica da exoemissão demonstraram a alta sensibilidade destes materiais, podendo ser utilizados para a detecção das radiações X de energias baixas, alfa, beta e gama. A linearidade da resposta TSEE com a dose não foi constatada com estes materiais, concluindo-se que a alta sensibilidade destes materiais pode ter influenciado este resultado. A reprodutibilidade de resposta para estes materiais foi satisfatória para as pastilhas de LiF:Mg,Cu,P no caso da radiação X, enquanto que as amostras de BeO apresentaram os melhores valores (caso da radiação alfa).

Foi obtida uma forte dependência da resposta TSEE com a energia da radiação beta para todas as amostras estudadas, exceto no caso das amostras de CaSO₄ puro, que apresentaram resposta TSEE praticamente independente com a energia da radiação alfa.

No caso da irradiação com elétrons, os testes realizados com as pastilhas sinterizadas de CaSO₄ com 10% de grafite mostraram a viabilidade do uso destes materiais na dosimetria de feixes de elétrons, como também na monitoração de área da sala de irradiação do acelerador de elétrons do IPEN.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BORG, J. *Dosimetry of low-energy beta radiation*. Roskilde: 1996. Tese (Doutoramento) - Risø National Laboratory.
2. DA SILVA, T.A. *Varição angular dos equivalentes de doses em campos externos de elétrons*. Rio de Janeiro: 1996. Tese (Doutoramento) - Univ. Federal do Rio de Janeiro.
3. GAMMAGE, R.B.; CHEKA, J.S. Measuring tritium with exoelectrons dosimeters. *Nucl.Instrum.Methods*, v.127, n.2, p.279-284, 1975.
4. KRIEGSEIS, W.; SCHARMANN, A.; WEISS, A.; WÖRNER, B. Tritium detection with BeO thin film dosimeters. *Radiat.Prot.Dosim.*, v.4, n.3, p.148-150, 1983.
5. WIETERS, C.; KRIEGSEIS, W.; PETEL, M.; SCHARMANN, A. Electron dosimetry with termally stimulated exoelectron emission (TSEE). *Phys.Med.Biol.*, v.29, n.9, p.1097-1107, 1984.
6. KRIEGSEIS, W.; PETEL, M.; PORTAL, G.; SCHARMANN, A. Skin dose determination with the TSEE of BeO thin film detectors. *Radiat.Prot.Dosim.*, v.17, p.97-98, 1986.
7. DURHAM, J.S.; MERWIN, S.E.; SWINTH, K.L. Skin dose evaluations using exoelectrons doseimeters. *Radiat.Prot.Dosim.*, v.39, n.1, p.67-70, 1991.

8. GAMMAGE, R.B.; MEYER, K.E.; BROCK, J.L. The use of passive detectors to monitor tritium on surfaces. *Radiat.Prot.Dosim.*, v.65, n.1, p.385-388, 1996.
9. BURKHARDT, W.; KRIEGSEIS, W.; PETEL, M.; REGULLA, D.; SCHÄM, M.; SCHARMANN, A. TSEE response of BeO thin film detectors irradiated on ISO rod phantoms to photons and beta radiation. *Radiat.Prot.Dosim.*, v.66, n.1, p.13-16, 1996.
10. HOBZOVA, L.; NOVOTNY, J. TSEE and TL beta dosimetry. *Radiat.Prot.Dosim.*, v.33, n.1, p.319-321, 1990.
11. UCHRIN, G. TL and TSEE for skin dose measurements. *Radiat.Prot.Dosim.*, v.39, n.1, p.131-134, 1991.
12. AKSELROD, M.S.; KORTOV, V.S. Combined aluminium oxide TSEE-TL detectors for skin dosimetry. *Radiat.Prot.Dosim.*, v.39, n.1, p.135-138, 1991.
13. AOKI, M.; OKABE, S.; NISHIKAWA, M.; NISHIKAWA, T. Measurement of skin dose with TSEE from BeO. *Radiat.Prot.Dosim.*, v.33, n.1, p.315-317, 1990.
14. ALESSANDRI-FRACCARO, M.F. *Proprietes exoemissives et thermoluminescentes de l'alumine alpha: application a la dosimetrie des rayonnements ionisants en cas d'accident*. Toulouse: 1989. Tese (Doutoramento) - Centre d'Etudes Nucléaires de Fontenay-aux-Roses.
15. HOLZAPFEL, G.; PETEL, M. Principes de l'émission exoelectronique. In: CONGRES DE LA SOCIETE FRANÇAISE DE RADIOPROTECTION: Aspects fondamentaux et appliques de la dosimetrie, 8., 23-26 Mars,

- 1976, Saclay. **Recueil des Communications...** Montrouge: Societe Française de Radioprotection, 1976.
16. BECKER, K. **Solid state dosimetry**. Cleveland, Ohio: CRC, 1973.
17. CALDAS, L.V.E. **Alguns métodos de calibração e de dosimetria da radiação beta**. São Paulo: 1980. Tese (Doutoramento) - Univ. de São Paulo.
18. CRASE, K.W. **Parameters affecting the radiation induced thermally stimulated exoelectron emission from ceramic beryllium oxide**. Tennessee: 1971. Tese (Doutoramento) - Univ. Tennessee.
19. SCHARMANN, A. History and principles of exoelectron emission. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON EXOELECTRONS, 3., July 6-8, 1970, Braunschweig. **Proceedings...PTB-Mitt.**, v.80, n.5, p.318-354, 1970.
20. SPURNY, Z. Exoelectron dosimetry. In: Mahesh, K.; Vij, D.R. **Techniques of radiation dosimetry**. New Dehli: Wiley, 1985.
21. CHEN, R.; KIRSCH, Y. **Analysis of thermally stimulated process**. Oxford: Pergamon, 1981. (International series on the science of the solid state, v.15).
22. CHUBACI, J.F.D. **Emissões exoeletrônicas termicamente estimuladas e termoluminescência do MgO**. São Paulo: 1987. Dissertação (Mestrado) - Univ. de São Paulo.
23. BOHUN, A. The physics of exoelectron emission on ionic crystals. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON EXOELECTRONS, 3., July 6-8, 1970, Braunschweig. **Proceedings...PTB-Mitt.**, v.80, n.5, p.318-354, 1970.

24. SCHARMANN, A. Exoelectron emission, phenomena and parameters. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON EXOELECTRON EMISSION AND DOSIMETRY, 4., 1973, Liblice. **Proceedings...**Liblice: Czechoslovak Academy of Sciences, 1973. p.12-29.
25. PETEL, M.; HOLZAPFEL, G. α/β - Al_2O_3 exoelectrons emitters for dosimetry. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON EXOELECTRON EMISSION AND DOSIMETRY, 5., Pisek, 27 Sept - 1 Oct, 1976, Zvikoske Podhradi. (preprint)
26. PETEL, M.; HOLZAPFEL, G. Exoemissive properties of a mixture of aluminium oxides in α and β phases: dosimetry applications. In: INTERNATIONAL CONGRESS OF THE INTERNATIONAL RADIATION PROTECTION ASSOCIATION: Radiation protection as an example of action against modern hazards, 4., 24-30 Apr., Paris, 1977. **Proceedings...** Fontenay-aux-Roses: International Radiation Protection Association, 1977. v.4, p.1289-1292.
27. HERBAUT, Y.; RODRIGUES NETO, A.; PETEL, M.; PORTAL, G. Thermally stimulated exoelectron emission from lithium fluoride for beta and gamma dosimetry. **Radiat.Prot.Dosim.**, v.4, n.3, p.140-143, 1983.
28. UITZ, F.; BARVA, I.; BOROS, L. A commercial TSEE reader. **Radiat. Prot. Dosim.**, v.4, n.3, p.192-193, 1983.
29. UCHRIN, G. Beta dosimetry, different solutions. **Radiat.Prot.Dosim.**, v.17, p.99-104, 1986.
30. BECKER, K.; CHEKA, J.S.; OBERHOFER, M. Thermally stimulated exoelectron emission, thermoluminescence and impurities in LiF and BeO. **Health Phys.**, v.19, p.391-403, 1970.

31. SCHARMANN, A.; KRIEGSEIS, W. Present state of art of TSEE dosimetry. ***Radiat.Prot.Dosim.***, v.17, p.359-366, 1986.
32. ILIE, S.; WERNLI, CH. TSEE-OSEE properties of some BeO/graphite detectors for dosimetric purposes. ***J.Radioanal.Nucl.Chem.***, v.139, n.1, p.113-120, 1990.
33. ODA, K.; KAKIAGE, T.; YAMAMOTO, T.; KAWANISHI, M. Measurement of depth dose distribution by thermally stimulated exoelectron emission. ***Jpn.J.Appl.Phys.***, v.24, suppl.24-4, p.238-241, 1985.
34. KRIEGSEIS, W.; PETEL, M.; SCHARMANN, A.; WIETERS, C. Potentials of TSEE for beta ray dosimetry. ***Radiat.Prot.Dosim.***, v.14, n.2, p.151-155, 1986.
35. AKSELROD, M.S.; ODEGOV, A.L.; DURHAM, J.S. Aluminium oxide exoelectron dosimetry. ***Radiat.Prot.Dosim.***, v.54, n.3, p.353-356, 1994.
36. YAMAMOTO, T.; NAKASAKU, S.; KAWANISHI, M.; ODA, K. Application of TSEE characteristics to high energy radiation dosimetry around an electron linear accelerator. ***Radiat.Prot.Dosim.***, v.17, p.213-217, 1986.
37. KORTOV, V.; MILMAN, J.; SLESAREV, A.; SURDO, A.; LESZ, J.; SUJAK-LESZ, K. BeO ceramics with a high conductivity - a new material for TSEE dosimetry? ***Radiat.Prot.Dosim.***, v.47, n.1, p.599-602, 1993.
38. UCHRIN, G. TSEE, TL and optical properties of LiF single crystals. ***Radiat.Prot. Dosim.***, v.47, n.1, p.595-598, 1993.
39. CHUBACI, J.F.D.; KAKIAGE, T.; KAWAMOTO, J.; NAKASAKU, S.; YAMAMOTO, T.; KAWANISHI, M.; WATANABE, S. TSEE from MgO single crystal physically processed. ***Jpn.J.Appl.Phys.***, v.24, suppl.24-4, p.238-241, 1985.

40. CHUBACI, J.F.D.; WATANABE, S. Exoelectron emission from ion implanted MgO single crystals. **Nucl.Instrum.Methods Phys.Res.**, A280, p.410-414, 1989.
41. AGULLO-LOPES, F.; CATLOW, C.R.A.; TOWNSEND, P.D. **Point defects in materials**. London: Academic, 1988.
42. KITTEL, C. **Introduction to solid state physics**. 7. ed. New York, N.Y.: John Wiley, 1996.
43. SAIDOH, M.; TOWNSEND, P.D. Mechanisms of defects formation. **Radiat. Eff.**, v.27, p.1-12, 1975.
44. MAHESH, K.; WENG, P.S.; FURETTA, C. **Thermoluminescence in solids and its applications**. Ashford: Nuclear Publishing, 1989.
45. TOWNSEND, P.D. Colour centres past, present and future. **Nature**, v.258, p.293-296, 1975.
46. MCKEEVER, S.W.S. **Thermoluminescence of solids**. London: Cambridge, 1985.
47. HOLZAPFEL, G. Analysis of exoelectron glow curves. **Phys.Stat.Sol.**, v.33, p.235-240, 1969.
48. MURTHY, K.B.S.; SUNTA, C.M.; JAIN, V.K. Counter for thermally stimulated exoelectrons studies. **Indian J.Pure Appl.Phys.**, v.12, p.658-668, 1974.
49. OBERHOFER, M.; ROBINSON, E.M. A TSEE G-M gas flow counter. **Kerntechnik**, v.12, n.1, p.34-38, 1970.
50. HOLZAPFEL, G.; PETEL, M. Development of a conventional mono-point Geiger counting system for the registration of thermally or optically

- stimulated exoelectrons (TSEE and OSEE). *Radiat.Prot.Dosim.*, v.4, n.3, p.164-170, 1983.
51. PETEL, M.; COMBY, G.; QUIDORT, J.; BARTHE, J. Multineedle counter with cathodic focusing (MNCF) used for TSEE dosimetry. *Radiat.Prot.Dosim.*, v.4, n.3, p.171-173, 1983.
52. CRASE, K.W.; GAMMAGE, R.B.; BECKER, K. High dose level response of ceramic BeO. *Health Phys.*, v.22, p.402-405, 1972.
53. LARIVIERE, P.D.; TOCHILIN, E. An ionization chamber for the measurement of thermally stimulated exoelectrons. *Health Phys.*, v.22, p.198-201, 1972.
54. SCHARMANN, A.; SCHMIRLER, G.; SENGER, W. Characteristics of an improved proportional counter for the readout of TSEE dosimeters. *Radiat. Prot.Dosim.*, v.4, n.3, p.160-163, 1983.
55. KRIEGSEIS, W.; SCHARMANN, A.; SENGER, W.; WÖERNER, B. Equipment for fast automatic readout of TSEE dosimeters employing a wide range proportional counter. *Jpn.J.Appl.Phys.*, v.24, suppl.24-4, p.60-64, 1985.
56. KNOLL, G.F. *Radiation detection and measurement*. 2.ed., New York, N.Y.: John Wiley, 1989.
57. DELANEY, G.F.G.; FINH, E.C. *Radiation detectors - physical properties and applications*. Oxford: Clarendon, 1992.
58. PRICE, W.J. *Nuclear radiation detection*. 2. ed., New York, N.Y.: McGraw-Hill, 1962.

59. MAURÍCIO, C.L.P.; NUNES, R.A.; MAURÍCIO, M.H.P.; SCARVADA DO CARMO, L.C. Filmes finos de LiF: caracterização microestrutural e propriedades termoluminescentes. In: ENCONTRO NACIONAL DE APLICAÇÕES NUCLEARES, 3., 7-11 Ago., 1995, Águas de Lindóia. **Anais...Águas de Lindóia, 1995. v.2, p.1093-1097.**
60. KIKUCHI, R.; KAWANISHI, M.; OKUMA, J.; IKEDA, T. Thermally stimulated exo-electrons from CaSO₄. **Phys.Stat.Sol.(a)**, v.32, n.139, p.139-143, 1975.
61. HOLZAPFEL, G.; LESZ, J. TSEE signals from highly radiation sensitive LiF(Mg,Cu,P) TL detector chips. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON EXOELECTRON EMISSION AND APPLICATIONS, 9., Oct. 3-8, Wroclaw, 1988. **Proceedings...Wroclaw: Institute of Experimental Physics, 1988. v.2, p.450-456.**
62. HOLZAPFEL, G.; SCHARMANN, A. Materials in solid state dosimetry. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON EXOELECTRON EMISSION AND APPLICATIONS, 9., Oct. 3-8, Wroclaw, 1988. **Proceedings...Wroclaw: Institute of Experimental Physics, 1988. v.2, p.404-416.**
63. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. **Monitoring of radioactive contamination on surfaces.** 1970. (Technical Reports Series nº 120).
64. REGULLA, D.F.; DRISCOLL, C.M.H. Thermoluminescence materials and their dosimetric characteristics. In: Oberhofer, M., Scharmann, A. **Techniques and management of personnel thermoluminescence dosimetry services.** Dordrecht: Kluwer Academic, 1992. (Health physics and radiation protection, v.2).
65. DIAS, S.K. **Desenvolvimento de um sistema de calibração para monitores de contaminação radioativa de superfície.** Rio de Janeiro: 1991. Dissertação (Mestrado) - Univ. Federal do Rio de Janeiro.