



AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

ESTABELECIMENTO DE UM SISTEMA DOSIMÉTRICO
PARA DOSES ALTAS UTILIZANDO VIDROS

VALÉRIA DE LAASUNCIÓN CORREA QUEZADA

Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área de Tecnologia
Nuclear

Orientador:
Dra. Linda V. E. Caldas

São Paulo
1997



CNEN/SP

ipen

*Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares*

**AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE
DE SÃO PAULO**

ESTABELECIMENTO DE UM SISTEMA DOSIMÉTRICO PARA DOSES ALTAS UTILIZANDO VIDROS

VALÉRIA DE LA ASUNCIÓN CORREA QUEZADA

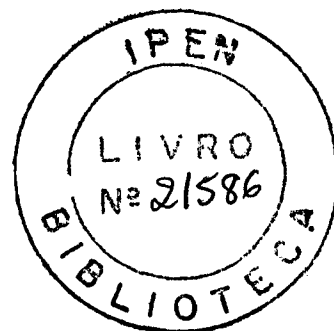
**Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do grau de Mestre
em Ciência na Área de Tecnologia Nuclear.**

Orientadora:

Dra. Linda V.E.Caldas

São Paulo

1997



Aos meus pais, irmãos e à minha filha Gabriela,
por todo seu amor e compreensão.

Agradecimentos

Agradeço à Dra. Linda V.E. Caldas, pela grande e dedicada orientação na execução do presente trabalho.

Os meus agradecimentos se estendem:

Ao Sr. Carlos Gaia da Silveira e Sra. Elizabeth S.R. Somessari da Coordenadoria de Aplicações na Engenharia e Industria, pelas irradiações realizadas neste trabalho.

Ao Sr. Marcos José de Lima Lemes da Coordenadoria de Caracterização de Materiais, pelo auxílio em algumas medidas experimentais com espectrofotômetro.

Ao Dr. Mauro S. Dias, pelas valiosas discussões na análise estatística.

À Dra. Leticia L. Campos Rodrigues, por valiosas sugestões e discussões.

Ao M.Sc. Shukair M.S. Shukair e ao Sr. Marcos Xavier, pelo auxílio em algumas figuras.

À M.Sc. Felícia del Gallo Rocha, por vários esclarecimentos de informática.

À Glasstécnica Com. Imp. e Exp. Vidros Especiais Ltda., pelo fornecimento de amostras de vidro importadas.

À Supervisão de Radioquímica do IPEN, pela análise das amostras por ativação com nêutrons.

Ao grupo de Irradiação de Alimentos da Coordenadoria de Aplicações na Engenharia e na Indústria (IPEN), pela colaboração na realização do teste prático, do sistema dosimétrico proposto.

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

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, pelo apoio financeiro.

A todos os amigos que direta ou indiretamente colaboraram na realização deste trabalho.

E especialmente à minha mãe Rina Quezada Astudillo, pela sua compreensão e apoio, que foram de grande ajuda na realização deste trabalho.

SUMÁRIO

RESUMO.....	iii
ABSTRACT.....	iv
	Página
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS	5
2.1 Tratamentos por Radiação	5
2.2 Fenômenos observados nos Vidros durante a Irradiação	8
2.3 A Interação da Radiação Gama com a Matéria	11
2.4 Dosimetria.....	14
2.4.1 Dose Absorvida.....	14
2.4.2 Taxa de Dose Absorvida.....	15
2.4.3 Classificação de Instrumentos.....	15
2.4.3.1 Sistemas Padrões e Instrumentos de Referência.....	15
2.4.3.2 Sistemas Dosimétricos.....	16
2.4.4 Dosimetria em Processos por Radiação.....	17
2.4.5 Propriedades Dosimétricas.....	19
2.5 Equilíbrio Eletrônico.....	20
2.6 Espectrofotometria.....	20
3 MATERIAIS E MÉTODOS	23
3.1 Considerações Gerais	23
3.2 Amostras.....	24
3.2.1 Corte das Amostras	25

ESTABELECIMENTO DE UM SISTEMA DOSIMÉTRICO PARA DOSES ALTAS UTILIZANDO VIROS

Valéria de la Asunción Correa Quezada

RESUMO

Um sistema dosimétrico de rotina foi desenvolvido usando amostras de vidro comercial comum. Foram estudadas as características dosimétricas de amostras nacionais e importadas, tais como: uniformidade de lote, repetitividade de resposta, reutilização por tratamento térmico, resposta à dose absorvida, intervalo de detecção, estabilidade da resposta em função da dose absorvida, da temperatura de armazenamento e de tratamentos térmicos pré- e pós-irradiação, pela técnica de absorção óptica. Como uma aplicação, o sistema dosimétrico foi testado num processo de irradiação de flores no IPEN. Todos os resultados obtidos mostram a viabilidade da utilização deste sistema em dosimetria de doses altas.

ESTABLISHMENT OF A DOSIMETRIC SYSTEM FOR HIGH DOSES USING GLASSES

Valéria de la Asunción Correa Quezada

ABSTRACT

A routine dosimetric system was developed using commercial glass samples. The dosimetric characteristics of national and imported samples were studied: batch uniformity, response repeatability, reutilization, absorbed dose response, detection range, response stability as a function of absorbed dose, storage temperature and thermal treatments pre- and post-irradiation, using the optical absorption technique. As an application, the dosimetric system was tested in a flower irradiation process at IPEN. All the obtained results show the usefulness of the proposed system for high dose dosimetry.

1 INTRODUÇÃO

A árdua procura do aprimoramento tecnológico encontrou um grande aliado no uso das radiações ionizantes, através do estudo dos efeitos biológicos, químicos e físicos causados pela interação da radiação com a matéria.

O campo da aplicação das radiações vem prosperando gradativamente desde a descoberta dos raios X por Roentgen em 1895 e da radioatividade em 1896 por Becquerel, sendo hoje utilizada tanto na área industrial quanto na área da saúde^[25, 26].

O avanço tecnológico no uso das radiações ionizantes em processos associados às áreas médicas e industriais, tais como radioterapia, esterilização de produtos alimentares e médicos, preservação de alimentos por radiação e modificação de polímeros, exigiu o desenvolvimento de técnicas e processos dosimétricos que pudessem fornecer, tanto nas etapas de pesquisa quanto nas de aplicação comercial, a certeza ao pesquisador e ao usuário de que o procedimento de irradiação foi aplicado corretamente. O processo de controle dosimétrico avalia as mudanças físicas, químicas e biológicas induzidas pela radiação, assegurando que os resultados obtidos em laboratório possam ser reproduzidos em outros laboratórios ou instalações de irradiação industrial^[14, 25, 26].

A dosimetria das radiações é a área da física radiológica que tem por finalidade avaliar os parâmetros citados através do estudo quantitativo das mudanças provocadas pela interação da radiação com a matéria a partir da determinação da dose absorvida num determinado meio^[3].

Três intervalos diferentes de doses têm sido definidos na área industrial: o intervalo de doses “baixas” entre 10 Gy e 3 kGy; o intervalo de doses “médias” entre 1 e 10 kGy; e o intervalo de doses “altas” entre 5 e 100 kGy. As doses “baixas” são utilizadas para inibir a germinação de cebolas e batatas, no tratamento de grãos e para permitir a armazenagem de vários produtos alimentares. As doses “médias” são utilizadas na pasteurização de produtos alimentares e desinfecção de rejeitos sólidos e líquidos, enquanto que as doses “altas” são aplicadas aos processos de esterilização de produtos alimentares e médicos, além de vários tratamentos de plásticos.

Entretanto, cabe ressaltar que a terminologia “doses altas”, nos processos industriais de irradiação, refere-se ao intervalo das doses baixas, médias e altas utilizadas nestes processos, excluindo-se as doses individuais e ambientais.

A eficiência do processo dosimétrico vai depender do uso de procedimentos adequados e de técnicas dosimétricas elaboradas por autoridades competentes^[27].

A dosimetria em processos industriais tem despertado muita atenção, como se pode observar pelos anais dos simpósios internacionais^[16, 26, 27]. Os sistemas mais utilizados têm sido os calorímetros, os plásticos, a alanina e o dosímetro de Fricke, mas há outros ainda, como o sal de Mohr e os procedimentos envolvendo materiais dosimétricos normalmente utilizados na monitoração individual e ambiental, como pode ser observado na Figura 1.1^[14].

Muitos sólidos podem ser utilizados como dosímetros para doses altas, pois apresentam mudança de cor quando irradiados. As medidas espectrofotométricas dessas mudanças ópticas podem ser usadas para se determinar a dose absorvida. Estes materiais geralmente consistem de cristais finos ou plásticos, e são muito utilizados como dosímetros de rotina em processos de irradiação^[4, 23].

As mudanças nas propriedades ópticas de alguns vidros quando expostos à radiação têm propiciado seu uso em dosimetria. Alguns tipos de vidros especiais têm sido propostos por diferentes autores para a medida da dose absorvida de raios X e de radiação gama para doses entre 10 e 10⁴ Gy, envolvendo principalmente a análise da formação de centros de cor, através de medidas de absorção óptica^[8, 13, 23, 33].

O primeiro dosímetro de vidro foi desenvolvido por Weiyi e col., citado por Sun e Kreidl^[32], que utilizaram vidro fosfatado ativado com prata para medir doses entre 10 Gy e 20 kGy, através de medidas de absorção óptica em comprimentos de onda iguais ou maiores que 350 nm.

Zheng e col.^[36] testaram vidro comum chinês como dosímetro de rotina para altas exposições, tendo-se medido a resposta pela técnica de absorção óptica através de um espectrofotômetro.

No Laboratório de Calibração de Instrumentos do IPEN já foram testadas amostras de vidro importado, quanto à possibilidade de sua utilização em dosimetria gama^[6], e de vidro nacional, para dosimetria de radiação de elétrons^[5], pelas técnicas de absorção óptica e termoluminescência.

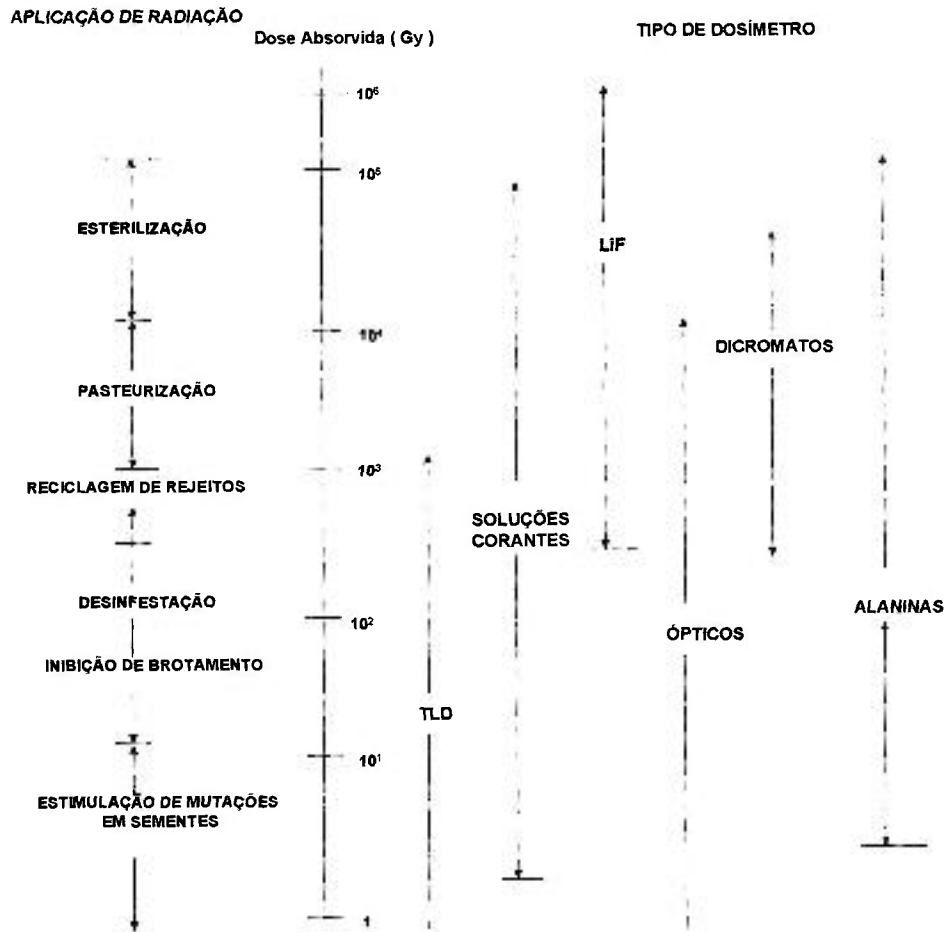


Figura 1.1 : Aplicação de processos de radiação de altas doses e sistemas dosimétricos aplicados^[14].

O objetivo do presente trabalho é estabelecer um sistema dosimétrico de rotina para processos industriais, de fácil manuseio, de baixo custo e que permita uma resposta de rápida análise, utilizando-se vidros comerciais comuns, para a dosimetria de ^{60}Co .

2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1 Tratamentos por Radiação

Os alimentos podem ser submetidos, com absoluta segurança, a diversos tratamentos por radiação, para se prevenir o brotamento em cebolas, batatas^[9] e alhos, para estender a vida útil dos cogumelos, morangos e cerejas, para erradicar insetos em grãos e frutas, para exterminar microorganismos patogênicos em peixes e carnes, para pasteurizar ervas secas e para retardar o amadurecimento de frutas e vegetais, citando-se assim apenas alguns exemplos^[25].

Apesar do potencial grande e promissor no tratamento de alimentos por radiação, esta área ainda não se encontra totalmente difundida. No entanto, os processos por radiação expandem-se rapidamente para atingir os mais variados objetivos tecnológicos.

A redução da qualidade dos alimentos, quando armazenados, é resultado de mecanismos físicos, químicos e biológicos, principalmente devidos à contaminação microbiótica. Diversos processos convencionais são utilizados para a conservação de alimentos, como enlatamento, alto resfriamento, defumação ou aplicações de produtos químicos para neutralizar um ou mais processos de degradação.

A radiação pode ser utilizada para conter ou modificar os processos de degradação, pois retarda as mudanças químicas, físicas e biológicas, que ocorrem nos alimentos, além de exterminar insetos e microorganismos. Contudo, a radiação não afeta a umidade dos alimentos frescos e sua aplicação permite que os alimentos possam ser guardados em sacos devidamente selados, evitando-se os processos de desidratação e recontaminação microbiótica.

A inibição de brotamento em cebolas, alhos e batatas é um tratamento que requer doses de cerca de 20 Gy no caso de cebolas e no máximo de 150 Gy para batatas^[25].

Os insetos em grãos são geralmente tratados com inseticidas, mas infelizmente esta forma não oferece segurança à saúde pública. Grandes quantidades de grãos são frequentemente contaminadas por insetos, suas larvas e seus ovos. No passado os inseticidas podiam ser usados para combater estas pragas, porém estes tratamentos costumavam deixar resíduos, e eram geralmente aplicados em situações nas quais não estava prevista a reinfecção; por este motivo, atualmente seu uso está sendo banido.

Ocasionalmente, as frutas costumam também ser infectadas de maneira análoga aos grãos. Os tratamentos químicos são utilizados para desinfecção; no entanto, alguns deles oferecem riscos sérios à população, por serem potencialmente cancerígenos.

O tratamento por radiação oferece possibilidades de desinfecção de alimentos, como é o caso das frutas cítricas, com doses acima de 1 kGy, exterminar insetos bem como suas larvas e seus ovos com doses de 600 Gy, permitindo-se o pré-acondicionamento dos alimentos em pacotes lacrados^[25], evitando-se assim a recontaminação.

A radiação pode ser também utilizada para aumentar o período de armazenamento de alimentos frescos, evitando-se a desidratação e a contaminação bacteriológica. Os alimentos são previamente ensacados e em seguida submetidos a doses entre 0,5 e 2,5 kGy. Para evitar a descoloração causada pela oxidação, recomenda-se o acondicionamento a vácuo^[25].

Alguns microorganismos contaminam os alimentos, como por exemplo a *Salmonella*, que é responsável por uma grande parte das doenças humanas, gerando um custo anual de vários milhões de dólares no caso dos Estados Unidos^[25]. A bactéria *Salmonella* é comumente encontrada na carne e em seus derivados, nos ovos e em alimentos para animais. A dose utilizada no caso desta bactéria varia entre 0,2 e 0,5 kGy, provocando a eliminação de 90 % dos microorganismos inicialmente presentes^[25].

Outra aplicação, ainda no campo do tratamento de alimentos, consiste na irradiação de ervas secas e especiarias para eliminar microorganismos patogênicos. No passado, o gás de óxido de etileno foi bastante utilizado para este caso, mas com a proibição do seu uso o tratamento por radiação vem se expandindo gradativamente. Carnes e peixes congelados estão sendo irradiados para evitar possíveis contaminações deste tipo. O tratamento destes alimentos exige doses entre 5 e 10 kGy, pois os efeitos biológicos da radiação são menos efetivos a baixas temperaturas ou mesmo na ausência total de água^[25].

Definitivamente, o tratamento de alimentos por radiação é uma alternativa eficaz e segura, não oferecendo riscos à saúde pública, já que os alimentos irradiados não apresentam radioatividade e nem resíduos químicos prejudiciais à saúde humana^[25].

Outras aplicações de processos por radiação podem ser encontradas no tratamento de rejeitos sólidos e gasosos, na alteração das características elétricas de determinados materiais, na preservação de objetos de arte^[25] e ainda na preservação e tratamento de flores^[19].

2.2 Fenômenos observados nos Vidros durante a Irradiação

Os materiais vítreos possuem também propriedades tecnológicas especiais e úteis, que decorrem de sua natureza atípica. Embora um vidro não possua a elevada ordem periódica de um cristal, ele não é destituído de estrutura. Na maioria dos vidros comerciais sua estrutura está baseada numa cadeia de tetraedros de SiO_2 . Entretanto, os vidros não se limitam aos silicatos como formadores da rede; outros óxidos como Na_2O , K_2O , CaO , BaO , MgO e PbO . As composições individuais dos vidros comerciais são muito variadas, pois pequenas alterações são feitas de forma a propiciar propriedades específicas, tais como índice de refração, cor, dispersão, etc. O vidro de janela, por exemplo, possui como principais componentes: SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Na_2O e MgO ^[34].

Os efeitos causados por diferentes tipos de radiação nos vidros foram identificados relativamente cedo. Em 1856 Faraday publicou um trabalho descrevendo a dependência do aparecimento da cor púrpura em amostras de vidro que continham manganês, quando expostas à luz solar. A descoberta da coloração em vidros, quando expostos a materiais radioativos, aconteceu após a descoberta da radioatividade por Becquerel em 1896.

A coloração destes materiais devido à exposição a vários tipos de radiações vem sendo muito estudada e está relacionada ao desenvolvimento de bandas de absorção óptica, frequentemente largas, na região visível do espectro^[13, 15,31,36].

Livingston e Nurnberger, em 1935, observaram que a cor âmbar ou marrom, produzida por raios X ou raios gama do rádio, era bem uniforme através das amostras de vidro, enquanto que os raios alfa do mesmo elemento produziam uma camada fina e intensa de coloração em torno de 0,04 mm de profundidade. Este fato foi também observado por Rutherford em 1910. A coloração provocada pelos raios beta era de ordem intermediária, assim como a penetração, quando comparada àquela provocada pelos raios alfa e gama, com uma espessura em torno de 2,45 mm^[32].

A utilização de vidrarias como vasilhas, tubos de ensaio, etc. em laboratórios propiciou a observação do fenômeno nestes materiais, quando expostos à radiação emitida por elementos radioativos^[4, 32]. Como exemplo, três anos após a descoberta da radioatividade, Mme. Curie publicou um trabalho descrevendo o efeito da coloração e, no começo do século, Beilby publicou um estudo envolvendo fenômenos como luminescência, termoluminescência, coloração, descoloração e remoção da coloração por tratamentos térmicos de vidros expostos à radiação de rádio^[32].

A radiação induz no vidro bandas de absorção óptica que dependem de inúmeros fatores, tais como: composição do vidro, tipo e concentração de materiais alcalinos, história térmica da amostra, presença de impurezas, temperatura de medida e de irradiação, bem como tipo de radiação^[7, 13]. As modificações em um ou mais destes parâmetros acarretam diferenças nos dados de absorção óptica, como pode ser notado no trabalho publicado em 1956 por Stevels e Kats^[31]. A coloração nos vidros é devida a mecanismos de oxidação e redução de seus componentes e à formação de centros de cor^[13, 29, 32, 35]. A coloração nos vidros, devida a processos de oxiredução, é um fenômeno que ocorre para fótons de energias da ordem da luz solar e quando houver presença de íons polivalentes na estrutura vítrea^[13, 32, 35].

Um exemplo clássico deste fenômeno é a formação do Mn^{3+} purpúreo através da oxidação do Mn^{2+} devido à perda de um elétron após ser submetido à radiação.

A luminescência (fosforescência e fluorescência) é também um fenômeno observado em materiais vítreos, que ocorre quando os elétrons excitados, formados durante a passagem da radiação, retornam a níveis menos energéticos ou ao seu estado fundamental, emitindo radiação visível com comprimentos de onda bem definidos^[1, 10, 35]

A termoluminescência é o fenômeno no qual ocorre emissão de luz visível ou ultravioleta quando um sólido é aquecido, após ter sido previamente

excitado por radiações ionizantes, não ionizantes, vibrações mecânicas, etc. Com a excitação surgem elétrons livres e lacunas que podem ser capturados em armadilhas, localizadas entre a banda de valência e de condução, formadas a partir de defeitos ou impurezas presentes na estrutura cristalina^[25, 30].

O fenômeno da termoluminescência foi observado em amostras de vidro submetidas a radiações nucleares, quase juntamente com o fenômeno da coloração; vidros de fosfato, adquiriam uma tonalidade vermelha quando irradiados com rádio; quando aquecidos a temperaturas entre 120 e 150°C, emitiam uma luminosidade vermelho-amarelada^[32].

A radiação ionizante pode também criar "centros de cor" nas estruturas cristalinas. Estes centros são definidos 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 para o qual o sólido é normalmente transparente^[2, 11, 29, 30, 32, 35].

A presença de centros de cor num sólido pode ser notada através de medidas de absorção óptica. O fenômeno da absorção óptica ocorre quando a radiação luminosa, interagindo com a matéria, é capaz de induzir uma transição eletrônica (elétron ou lacuna) do estado fundamental para um estado excitado dessa configuração pela absorção preferencial a um comprimento de onda.

Os fenômenos descritos têm sido largamente utilizados em dosimetria, envolvendo uma série de materiais, relacionando a dose absorvida com os eventuais efeitos provocados pela radiação.

Alguns vidros especiais, cristais finos e plásticos vêm sendo utilizados como dosímetros de rotina. Entretanto, para sua utilização recomenda-se calibrá-los, já que a sua produção, em grandes lotes, pode levar à variação de espessura de amostra para amostra. A estabilidade destes dosímetros também pode ser afetada pelas condições ambientais tais como temperatura de armazenamento, umidade, etc.^[25].

Os estudos da dependência energética de alguns vidros mostram que o vidro borossilicato de sódio contendo 0,1 % de óxido de cobalto pode ser empregado para medir doses entre 10^2 e 10^5 Gy. Este vidro é pouco dependente da energia da radiação, uma vez que os elementos bário e prata, de elevado número atômico, presentes no vidro fosfatado, estão ausentes neste tipo de material^[4, 22]. Os vidros compostos à base de silício e sódio são considerados como os que possuem menor dependência energética, com número atômico efetivo variando entre 12 e 13; apresentam uma independência energética entre 0,1 e 10 MeV^[12].

2.3 A Interação da Radiação Gama com a Matéria

A interação da radiação gama com a matéria é bem diferente daquela que ocorre no caso de partículas alfa e beta. A diferença torna-se óbvia pelo poder de penetração muito maior dos raios gama na matéria. As radiações X e gama, que são ambas radiações eletromagnéticas, mostram uma característica exponencial de absorção na matéria, e não têm alcance definido como no caso das partículas carregadas. Estas perdem sua energia durante a trajetória devido a um grande número de colisões com os elétrons atômicos. A perda de energia ocorre em inúmeros pequenos degraus e a partícula carregada perde gradualmente sua velocidade até parar e ser absorvida. Entretanto, quando um feixe de fótons de raios gama incide num absorvedor fino, cada fóton é removido do feixe individualmente num único evento, que pode ser um processo de absorção real, caso no qual o fóton desaparece, ou ele pode ser espalhado para fora do feixe.

Os processos responsáveis pela absorção da radiação eletromagnética são : Efeito Fotoelétrico, Espalhamento Compton e Produção de Pares.

No processo fotoelétrico toda a energia $h\nu$ do fóton incidente é transferida para um elétron ligado que é ejetado do átomo com uma energia cinética $T = h\nu - I$, onde I é o potencial de ionização do elétron.

A probabilidade de ocorrência do efeito fotoelétrico depende fortemente do número atômico (Z) do meio absorvedor, na proporcionalidade de Z^5 , e é inversamente proporcional à energia do fóton incidente. A dependência com Z^5 significa que, para uma dada energia do fóton, o processo de absorção fotoelétrica é muito mais importante em metais pesados como o chumbo, do que em metais leves como o alumínio.

Os estudos de dependência energética mostram que, para um dado elemento, o efeito é muito maior em energias baixas de fótons do que em altas. Portanto, o efeito fotoelétrico é especialmente importante na absorção de fótons de energias baixas por elementos pesados^[17, 18, 21].

À medida que a energia da radiação aumenta, a ocorrência de espalhamento Compton substitui a do efeito fotoelétrico como principal meio de remoção de fótons do feixe inicial. Neste fenômeno, o fóton incidente é espalhado por um dos elétrons atômicos e este é separado de seu átomo. O fóton sai num certo ângulo em relação à sua direção original e com energia mais baixa do que tinha inicialmente. A mudança de direção serve para remover o fóton do feixe de raios gama incidente. O processo pode ser visto como o espalhamento de um fóton por um elétron livre (fracamente ligado), inicialmente em repouso, no qual o fóton transfere parte de sua energia para o elétron, que é então ejetado.

O elétron que recua tem uma energia cinética dada por $T = h\nu_0 - h\nu$, onde $h\nu_0$ é a energia do fóton incidente e $h\nu$ é a energia do fóton que recua.

A probabilidade de ocorrer o espalhamento Compton, por átomo, dependerá da quantidade de elétrons por grama de material ou densidade eletrônica do meio; desta forma aumenta linearmente com o número atômico do meio absorvedor.

Em energias suficientemente altas, maiores que 1,02 MeV, tanto a absorção fotoelétrica como o espalhamento Compton perdem sua importância em

comparação com a produção de pares. Neste último processo, no campo coulombiano de um núcleo atômico, um raio gama com energia suficiente desaparece e são criados um elétron e um pósitron.

Para que a produção de pares ocorra, a energia do fóton incidente deve ser equivalente a $2m_0c^2$ ou 1,02 MeV, que corresponde à quantidade de energia de repouso das duas partículas. Na interação com fótons de energias maiores que 1,02 MeV, o excesso de energia se transforma em energia cinética do pósitron e do elétron .

A probabilidade de ocorrência do fenômeno da formação de pares é proporcional a Z^2 , de modo que, para uma dada energia de fóton, a formação de pares aumenta rapidamente com o número atômico do material. Conclui-se, então, que este processo é importante para altas energias e para materiais de elementos pesados.

A absorção de raios gama pelo processo de produção de pares é acompanhada pelo processo inverso, o da aniquilação elétron - pósitron. Um pósitron, após ser formado, é moderado por colisões com átomos até que esteja praticamente em repouso. Ele então interage com um elétron que está também praticamente em repouso. As duas partículas desaparecem e surgem dois fótons se movendo em sentidos opostos, cada um com a energia de 0,511 MeV, igual à energia de repouso de um elétron.

2.4 Dosimetria

O objetivo da dosimetria é avaliar quantitativamente os efeitos causados pela interação da radiação ionizante com a matéria. Definem-se radiações ionizantes como aquelas capazes de ionizar a matéria diretamente ou através de alguma radiação secundária^[3, 25].

Na maioria das aplicações de altas doses a grandeza de maior importância na análise quantitativa desta interação é a dose absorvida^[3, 25].

2.4.1 Dose Absorvida

A dose absorvida (D) é definida como :

$$D = \frac{\overline{dE}}{dm} \quad (2.1)$$

onde \overline{dE} é energia média depositada pela radiação ionizante em um elemento de volume com massa dm .

A unidade de dose absorvida no Sistema Internacional de Unidades é o Jkg^{-1} , cujo nome restrito é o Gray (Gy); a unidade especial é o rad, que já não deve ser utilizada.

$$1 \text{ Gy} = 1 \text{ Jkg}^{-1}$$

$$1 \text{ Gy} = 100 \text{ rad}$$

2.4.2 Taxa de Dose Absorvida

A taxa de dose absorvida (\dot{D}) é definida como :

$$\dot{D} = \frac{dD}{dt} \quad (2.2)$$

onde dD é a variação da dose absorvida no intervalo de tempo dt , num ponto P e num determinado instante t .

A unidade de taxa de dose absorvida no Sistema Internacional de Unidades é $\text{Jkg}^{-1}\text{s}^{-1}$, sendo Gys^{-1} a unidade restrita.

Para a determinação da dose absorvida utilizam-se dosímetros, os quais podem ser de referência, de transferência e de rotina. Estes dosímetros devem ser calibrados usando-se sistemas experimentais adequados. Calibrar um instrumento significa determinar sua resposta a uma exposição de radiação conhecida (ou a uma dose absorvida conhecida), envolvendo sempre o uso de pelo menos um instrumento de referência ou padrão.

2.4.3 Classificação de Instrumentos

2.4.3.1 Sistemas Padrões e Instrumentos de Referência

Padrão é um instrumento de medida usado para definir, representar fisicamente, conservar ou reproduzir a unidade de uma grandeza (ou múltiplo ou submúltiplo desta unidade), com o objetivo de transferí-la a outros instrumentos de medida. O padrão pode ser classificado como primário, secundário, terciário ou nacional.

O padrão primário é um instrumento da mais alta qualidade metrológica, que permite a determinação da unidade de uma grandeza a partir de medidas de grandezas físicas básicas. Participa de intercomparações internacionais.

O padrão secundário é um instrumento calibrado por meio de comparação com um padrão primário e o padrão terciário é um instrumento calibrado por meio de comparação com um padrão secundário.

O padrão nacional é o sistema reconhecido por uma decisão nacional oficial, para representar o valor de uma certa grandeza no país. Pode ser padrão primário ou secundário, conforme a existência de um ou outro tipo de padrão.

O instrumento de referência é um instrumento de medida, de desempenho e estabilidade altos, usado apenas para calibração de outros instrumentos.

2.4.3.2 Sistemas Dosimétricos

O dosímetro de referência é definido como um dosímetro de alta qualidade metrológica, que é calibrado contra um padrão de referência e, para ser utilizado, deve satisfazer a critérios bem estabelecidos. Deve apresentar um sinal devido à radiação que possa ser medido com precisão e que esteja relacionado com a dose absorvida. Os calorímetros, as câmaras de ionização e o dosímetro de sulfato ferroso (Fricke) podem servir como dosímetros de referência se forem irradiados sob condições em que a resposta dos mesmos não seja influenciada pela taxa de dose^[3, 25]. Os parâmetros envolvidos na avaliação da dose absorvida por estes sistemas requerem equipamentos sofisticados e laboratórios especiais. O dosímetro de Fricke, por exemplo, é baseado no processo químico de oxidação dos íons ferrosos em solução aquosa ácida, com a passagem da radiação. Este dosímetro pode ser usado para determinação de doses absorvidas em materiais no intervalo de 20 Gy a 2 kGy.

O dosímetro de transferência é definido como sendo suficientemente preciso e estável, de modo que possa ser calibrado em relação a um padrão de referência. Este tipo de dosímetro pode ser transportado para uma instalação de irradiação para a avaliação apropriada da dose, ou para calibrar dosímetros de rotina. Como dosímetros de transferência pode-se citar entre

outros a alanina, os filmes radiocrômicos e o dosímetro químico de etanol clorobenzeno^[3, 25].

Os dosímetros de rotina são geralmente dosímetros de trabalho que são usados no dia a dia nas instalações de irradiação, mas devido à sua instabilidade devem ser frequentemente calibrados contra dosímetros de referência ou de transferência. Estes sistemas de rotina devem ser de fácil manuseio e devem ter uma resposta de rápida análise. Como exemplos, têm-se os filmes plásticos e as soluções químicas^[3, 25]. No caso de alguns dosímetros de estado sólido, mede-se a variação da densidade óptica em função da dose absorvida. Um dosímetro muito utilizado nas instalações de irradiação com ^{60}Co é o plástico "Red Perspex" de aproximadamente 3 mm de espessura, que pode ser utilizado no intervalo de dose absorvida de 5 a 50 kGy. Cabe ainda mencionar que certos dosímetros de rotina são utilizados apenas como detectores de radiação do tipo Sim/Não, mediante a mudança em sua coloração provocada pela interação com a radiação.

2.4.4 Dosimetria em Processos por Radiação

A dosimetria nas aplicações industriais de radiação deve ser rastreada por padrões nacionais ou de referência. Uma rede de padronização em dosimetria foi estabelecida para alcançar este propósito. Os padrões de referência de dose absorvida são mantidos por laboratórios nacionais de padronização.

Alguns laboratórios nacionais têm arranjos e sistemas de medidas que podem ser utilizados para a calibração de instrumentos em relação à dose absorvida com uma incerteza menor que 1,5 % (equivalente a 1σ , que corresponde a um nível de confiança de 68 % nas medidas) em campos de feixes de elétrons e de radiação gama tanto para doses altas como para taxas de dose altas. A calibração de dosímetros com fontes padrões é muito importante para o posterior uso correto deles em dosimetria nos processos por radiação. Serão aqui citados os laboratórios dos Estados Unidos e da Inglaterra^[25, 28].

O “ National Institute of Standards and Technology ” (NIST), EUA, oferece o serviço de calibração de dosímetros com radiação gama de fontes de ^{60}Co e ^{137}Cs , no intervalo de dose que se estende de 10 até 10^6 Gy. As taxas de dose são determinadas usando-se como padrões de referência um calorímetro de grafite e uma câmara de ionização de grafite, e mais recentemente um calorímetro de poliestireno. Além disso, é oferecido o serviço de calibração de dosímetros de filmes finos em feixes contínuos e monoenergéticos de elétrons com energias entre 50 keV e 1,5 MeV.

O “ UK National Physical Laboratory ” (NPL), Inglaterra, possui três sistemas padrões de radiação gama (^{60}Co) para calibração de dosímetros, os quais são utilizados para fornecer a dose absorvida na água, com taxas de dose entre 0,07 e 3 Gys^{-1} .

Os usuários podem solicitar a calibração de seus sistemas dosimétricos em laboratórios padrões em termos de dose absorvida na água. Se a resposta do dosímetro não for linear com a dose, como acontece em muitos casos para doses altas, é preciso obter-se uma curva de calibração.

Se os dosímetros forem avaliados nos laboratórios padrões, é necessário comparar a exatidão do instrumento de leitura do usuário com a do laboratório padrão, para minimizar os possíveis erros instrumentais. Se os dosímetros forem avaliados nos laboratórios do usuário, estes erros podem ser evitados, desde que a resposta pós-irradiação do dosímetro seja suficientemente estável.

Os funcionários dos laboratórios padrões podem visitar a instalação de irradiação para efetuar a dosimetria, usando dosímetros de transferência. Os dosímetros podem ser avaliados na própria instalação e neste caso os instrumentos da instalação devem ser comparados aos do laboratório padrão. Se os dosímetros forem avaliados no laboratório padrão, é necessário utilizar um dosímetro de transferência estável e calibrado. A exatidão da dosimetria local requer ainda um conhecimento detalhado a respeito das

condições de irradiação da instalação, tais como condições ambientais, limitações na taxa de dose e da localização dos dosímetros de área, para que eventualmente possam ser efetuadas as correções pertinentes às influências externas.

O controle rotineiro da dose nos produtos irradiados nas instalações de irradiação fornece tanto para o operador da instalação quanto para as autoridades normativas um controle de qualidade independente do processo. Em alguns processos por irradiação, especialmente aqueles relacionados com a saúde, faz-se necessário verificar, mediante medidas dosimétricas, se o tratamento recomendado ao produto foi alcançado, e só assim, então, colocá-lo à disposição do consumo público. Desta forma é importante que a dosimetria do processo seja adequadamente exata e rastreável em relação a um padrão primário.

2.4.5 Propriedades Dosimétricas

As principais propriedades dosimétricas que um material deve apresentar para ser empregado com sucesso na dosimetria das radiações^[3, 25] são:

- Resposta linear com a dose absorvida
- Grande intervalo de medição de dose
- Resposta independente da taxa de dose e da energia
- Repetitividade de resposta
- Manuseio e sistema de leitura fáceis
- Custo baixo do material
- Estabilidade de resposta ao longo do tempo

Entretanto, é difícil obter-se um material que apresente com satisfação todos estes itens.

Em relação ao intervalo de medição, o limite inferior é definido geralmente em função das limitações do equipamento utilizado nas leituras; já o valor do limite superior do dosímetro pode ser relacionado com as leituras fora da região de sensibilidade do equipamento ou por danos de radiação causados aos dosímetros. Para doses acima desse limite, a resposta do dosímetro em geral não se altera mais, caracterizando uma região de saturação. Às vezes a resposta decresce em função da dose após esta região de saturação.

A estabilidade de um dosímetro evidencia a diminuição, ou não, da resposta dosimétrica em função do tempo decorrido entre a irradiação e sua avaliação. A diminuição da estabilidade pode ser causada pelas condições de armazenamento do dosímetro e/ou por se tratar de uma característica intrínseca do material. Embora este requisito seja muito importante, existe a possibilidade de se determinar fatores de correção para a determinação da dose absorvida.

2.5 Equilíbrio Eletrônico

É a condição que existe num material quando submetido à radiação ionizante que garante que a energia, o número e a direção dos elétrons induzidos pela radiação são constantes no volume de interesse; desta forma, a soma das energias dos elétrons entrando é igual à soma das energias dos elétrons que deixam o volume em questão^[3, 30].

2.6 Espectrofotometria

Os instrumentos para a medida da absorção óptica de soluções, filmes ou vidros são conhecidos por espectrofotômetros. São formados por fontes de radiação contínua, que emitem radiações em um intervalo de comprimento de onda que se estende desde a região espectral visível à região ultravioleta.

Para que os espectrofotômetros possam utilizar bandas de comprimentos de onda estreito, é necessário o uso de um monocromador ou de filtros que permitam selecionar o comprimento de onda.

A absorção óptica nas regiões dos espectros visível e ultravioleta depende do número e do arranjo dos elétrons nas moléculas ou íons absorvedores dos materiais sob estudo.

Para se entender o fenômeno de absorção óptica pode-se usar o princípio conhecido como Lei de Beer^[10]. Neste caso, considere-se um recipiente transparente de faces planas e paralelas atingido por um feixe de radiação monocromática. Desprezando as perdas por reflexão e absorção na superfície do recipiente e supondo que o mesmo seja preenchido com uma substância absorvedora, pode-se dizer que a intensidade da radiação diminui à medida que ela penetra na substância e quanto maior for a concentração de material absorvedor. Assim,

$$\frac{dl}{dn} = -kl \quad (2.3)$$

onde dl é a intensidade absorvida por incremento do número de moléculas absorvedoras (dn) e k é uma constante de proporcionalidade. Integrando a expressão acima entre l_0 e l , tem-se :

$$\int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = -k \int_0^N dn \quad (2.4)$$

$$\ln \frac{l}{l_0} = -kN \quad (2.5)$$

onde l_0 é a intensidade da radiação que atravessa a amostra de referência adotada e l é a intensidade da radiação que atravessa a amostra em estudo; N é o número de moléculas absorvedoras atravessadas por um feixe de 1cm^2 de secção transversal. Para um feixe de área de secção transversal $s\text{cm}^2$, o membro da direita da equação (2.5) deve ser multiplicado por s :

$$\ln \frac{I}{I_0} = -kNs \quad (2.6)$$

Ns representa uma medida do número de partículas que são efetivas na absorção da radiação. Uma medida mais útil, contudo, é o produto da concentração c e do comprimento de percurso b , de modo que:

$$\ln \frac{I}{I_0} = -kbc \quad (2.7)$$

Por conveniência, substituí-se k por outra constante a , que inclui o fator de conversão dos logaritmos naturais em decimais:

$$\log \frac{I_0}{I} = A = abc \quad (2.8)$$

A razão I / I_0 foi invertida para eliminar o sinal negativo. O valor de $\log I_0 / I$ é chamada de *Absorbância* ou *Densidade Óptica*, que constitui a representação mais simples da Lei de Beer.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Considerações Gerais

Os espectros ópticos dos vidros apresentam em geral bandas largas e picos de absorção em diferentes comprimentos de onda, associados a diferentes tipos de defeitos, bem como a seus inúmeros componentes ^[4, 7, 24, 31, 32].

O vidro estudado neste trabalho é transparente na região visível do espectro, antes de submetido à radiação de ⁶⁰Co, possuindo absorção máxima na região do ultravioleta. Quando irradiado, adquire uma tonalidade marrom, tendo esta mudança de cor motivado o presente trabalho.

Para a verificação da possibilidade de utilização de vidros comuns na dosimetria de altas exposições, foi estudada uma série de características necessárias para que um material possa ser considerado dosimétrico, através da técnica de absorção óptica, utilizando-se um densitômetro e um espectrofotômetro :

- uniformidade de lote de amostras
- repetitividade de resposta
- possibilidade de reutilização por tratamento térmico
- resposta à dose absorvida
- dose mínima detectável
- região de saturação
- influência do tempo de irradiação na resposta da amostra
- estudo da estabilidade da resposta em função da dose absorvida, da temperatura de armazenamento e tratamentos térmicos pré- e pós-irradiação

3.2 Amostras

Para a verificação da possibilidade de utilização de vidros comuns na dosimetria de altas doses, foi estudado um tipo de vidro nacional fabricado pela firma Santa Marina, São Paulo, e um tipo de vidro importado da Bélgica, fornecido pela firma Glasstec, São Paulo. Quatro amostras de cada tipo foram submetidas a uma análise por ativação com nêutrons pela Supervisão de Radioquímica do IPEN, revelando a presença de diversos componentes, conforme tabela 3.1.

Tabela 3.1 Componentes presentes em Amostras de Vidros Nacional e Importado; Análise por Ativação com Nêutrons.

Elemento-Molécula	Vidro	
	Nacional (%)	Importado (%)
SiO_2	70,30	71,78
Al_2O_3	0,77	0,98
Fe	0,10	0,13
Ca	0,13	8,10
Mg	4,13	4,04
Na	15,06	14,43
K_2O	0,35	0,42
Ti	traços	não há
outros	~ 10	~ 4

3.2.1 Corte das Amostras

As amostras de vidro nacional foram adquiridas em placas de 100 x 100 mm e com espessura variando entre 2,00 e 2,07 mm e as amostras importadas em placas de 50 x 30 mm e espessura entre 0,80 e 1,90 mm.

O material teve que ser cortado para se adaptar aos compartimentos dos equipamentos de leitura de densidade óptica utilizados.

O corte foi realizado com serra de diamante ao longo de linhas riscadas em sua superfície, tomando-se cuidado para evitar riscos em outras posições. As dimensões das amostras foram medidas com um micrômetro *Mitutoyo* (0-25 mm; precisão de 0,01 mm).

3.2.2 Proteção das Amostras

As amostras foram manuseadas com muito cuidado, utilizando-se sempre pinças para se evitar assim a formação de sulcos em sua superfície. Antes de serem feitas as medidas de densidade óptica, cada amostra foi limpa com álcool para que fosse removido qualquer vestígio de gordura ou outras impurezas na superfície, que pudessem interferir nas medidas.

As amostras foram guardadas em porta-amostras confeccionados em plástico transparente tanto no caso de armazenamento à temperatura ambiente quanto a baixas temperaturas.

3.3 Tratamentos Térmicos

Para a reutilização do material, verificou-se que um tratamento térmico a 300 °C por 15 minutos^[6] era suficiente para que as amostras voltassem às condições iniciais, apresentando medidas de densidade óptica iguais às anteriores à irradiação. Para este tratamento foi utilizado um forno elétrico de

temperatura regulável entre 30 e 500 °C, com variação de 1 °C, fabricado pelo *Instituto de Radioproteção e Dosimetria (IRD-CNEN/ RJ)*.

Para o estudo do decaimento da resposta das amostras à baixa temperatura (- 16,5 °C), utilizou-se um freezer *Brastemp modelo 440* cuja temperatura foi monitorada através de um termopar *Omega, modelo TD-1200, tipo K (Níquel-Cromo / Níquel-Alumínio)*.

3.4 Irradiação Gama

Todas as irradiações foram realizadas no ar, entre placas de polimetil metacrilato (Lucite) de 3 mm de espessura para garantir a ocorrência de equilíbrio eletrônico, utilizando uma fonte de radiação gama de ^{60}Co , tipo *Panorâmica, Yoshizawa Kiko Co, Ltda.*(95,7 TBq, Julho / 1996) da Coordenadoria de Aplicações na Engenharia e Indústria do IPEN. A dosimetria da fonte foi realizada utilizando-se uma solução de sulfato ferroso (Fricke)^[20].

O nuclídeo radioativo ^{60}Co , na forma de um bastão (chamado lápis), com diâmetro de 6,4 mm e comprimento de 20 cm, está encapsulado em um tubo de aço inox de 4 mm de espessura. Desse modo, a fonte de ^{60}Co está selada com o máximo de segurança. O esquema da fonte é mostrado na figura 3.1.

O dispositivo de irradiação consiste de um sistema de roldanas que faz com que a fonte seja retirada da blindagem, localizada abaixo do solo e seja suspensa à altura da mesa onde são realizadas as irradiações. Na mesa, onde são colocadas as amostras a serem irradiadas, existem marcações de diferentes distâncias em relação à posição da fonte, o que permite a irradiação do material com diferentes taxas de dose, conforme a posição escolhida (às distâncias entre 5 e 60 cm, em intervalos de 5 cm). Esse equipamento de irradiação está montado no centro de uma sala blindada por paredes de concreto de aproximadamente 1 m de espessura.

As irradiações utilizadas neste trabalho foram realizadas em diversas posições, conforme ilustra a figura 3.2.

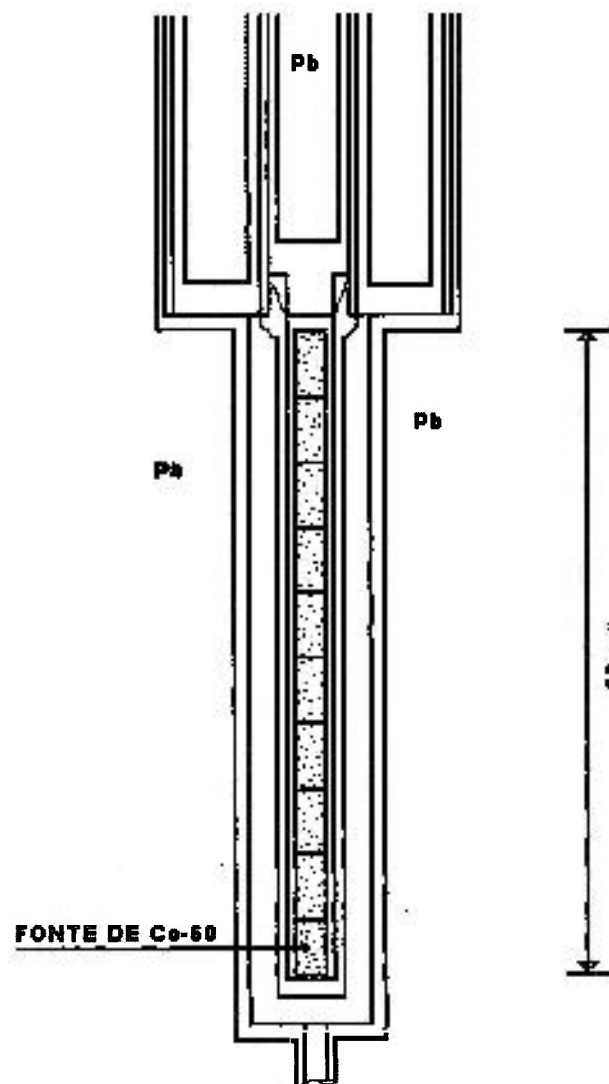


Figura 3.1 : Nuclídeo radioativo ^{60}Co , na forma de bastão (lápis). Encapsulado em um tubo de aço inox de 4 mm de espessura.

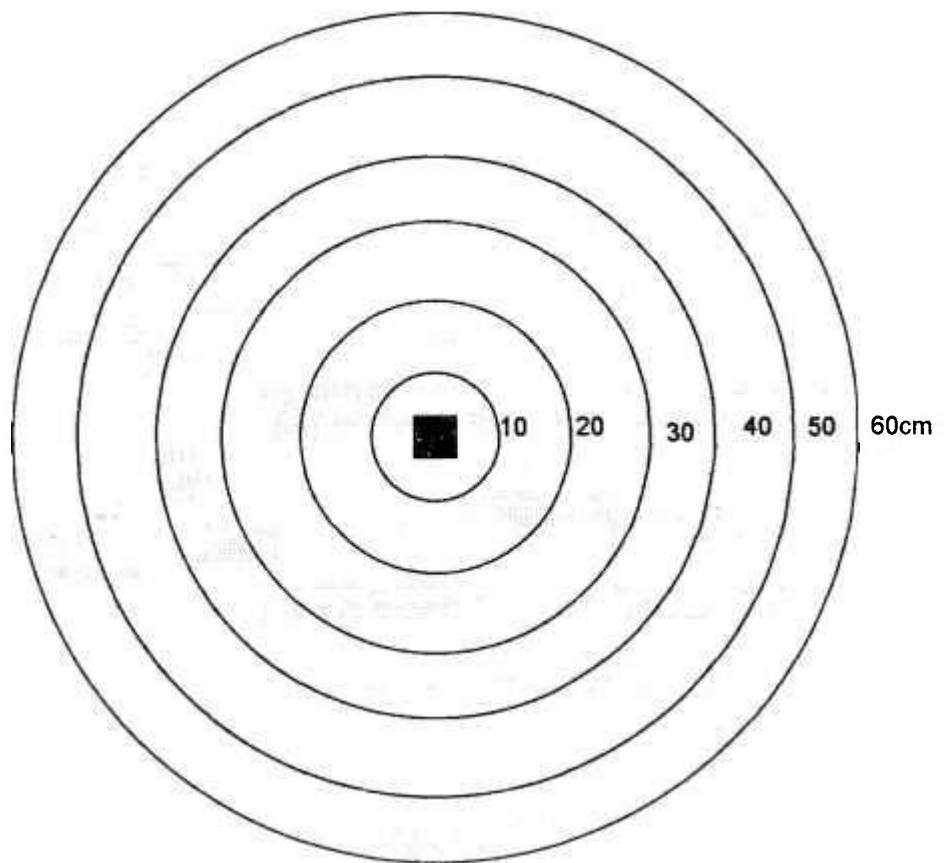


Figura 3.2 : Esquema de arranjo de irradiação da fonte de ^{60}Co tipo panorâmica.

3.5 Medidas de Densidade Óptica

Para se verificar as mudanças de absorção óptica induzidas pela radiação nas amostras de vidro, foram sempre realizadas medidas de densidade óptica antes (DO_0) e após a irradiação (DO_1), em intervalos de tempo pré-estabelecidos para cada estudo. Devido às diferentes espessuras das amostras, foi necessário considerar este parâmetro na avaliação dos dados obtidos; assim sendo, cada amostra foi avaliada em termos da razão entre a variação de densidade óptica (ΔDO), que é representada por ($DO_1 - DO_0$) e o valor de sua espessura (x) em milímetros. Cada ponto apresentado nas curvas representa o valor médio da resposta das amostras estudadas e o desvio padrão das medidas é representado pela barra de erro 1σ .

Nas medidas realizadas com o espectrofotômetro o ar foi tomado como referência e foram mantidas sempre as mesmas condições do aparelho quanto à geometria e à largura de fenda; além disso, as amostras foram colocadas perpendicularmente ao feixe de luz incidente.

Os espectros de absorção óptica foram medidos entre 350 e 660 nm, utilizando-se um espectrofotômetro *Femto, modelo 482*, de feixe simples, do Departamento de Calibração e Dosimetria. A seleção do comprimento de onda e a localização da amostra em relação ao feixe de luz foi realizada manualmente. O comprimento de onda é selecionado por meio de uma manivela que permite a variação em intervalos de 1 nm. Foi também utilizado um espectrofotômetro *Perkin - Elmer, modelo 356*, de feixe duplo, pertencente à Coordenadoria de Caracterização de Materiais (IPEN), para comparação de alguns dados.

As medidas de densidade óptica para os estudos de estabilidade da resposta das amostras e as curvas de calibração foram realizadas com o espectrofotômetro *Femto, modelo 482*, de feixe simples, na região visível do espectro.

Foi ainda utilizado um densitômetro *MRA*, especialmente construído para medidas com amostras de vidros, com transmissão de 400 a 550 nm. Neste densitômetro a altura de trabalho do braço em relação à base é de 2 mm, possibilitando o trabalho de leitura em vidros de 1 a 3 mm. Com este procedimento, a base do logaritmo passa a ser 2 e não 10 como recomenda a especificação internacional para as medidas de densidade óptica. Cabe ressaltar que neste trabalho as medidas obtidas, utilizando-se o equipamento em questão, foram referenciadas apenas com o nome de densidade óptica.

4 RESULTADOS

Neste capítulo serão apresentados os resultados dos experimentos realizados com as amostras de vidro comercial comum, tanto nacional como importado, utilizando um densitômetro e um espectrofotômetro para verificar a viabilidade da utilização de vidros comuns na dosimetria de ^{60}Co , no caso de doses altas.

4.1 Espectro de Absorção do Vidro Comum induzido pela Radiação Gama de ^{60}Co

Com o objetivo de se determinar as bandas de absorção óptica, quatro amostras de cada tipo de vidro, com dimensões de 11,50 x 50,00 mm e espessura de 2,07 mm (nacionais) e 1,20 mm (importadas), foram irradiadas com doses diferentes na fonte Panorâmica de ^{60}Co e os espectros de absorção óptica foram sempre obtidos após 20 minutos da irradiação. Foram realizadas medidas antes e após as irradiações.

Para a obtenção do espectro de absorção com o espectrofotômetro *Femto, modelo 482*, as amostras foram colocadas no porta-amostras próprio do aparelho, que se encontra montado sobre um trilho móvel.

Nas figuras 4.1 e 4.2 nota-se que as amostras antes de serem submetidas ao feixe de radiação apresentam aumento da absorção da luz para comprimentos de onda inferiores a 350 nm, que corresponde à região ultravioleta, característica destes materiais. Na região visível do espectro, pode-se observar um patamar mínimo de absorção localizado entre 400 e 660 nm. Observa-se ainda que após a irradiação, a região visível do espectro apresenta bandas largas de absorção sugerindo um pico máximo em

torno de 420 nm, sendo este comprimento de onda escolhido para todas as medidas de densidade óptica realizadas neste trabalho.

Verifica-se também que a localização das bandas de absorção após a irradiação não é afetada pela variação de dose e que a intensidade de absorção é função da dose absorvida e da espessura do material em toda a extensão do espectro.

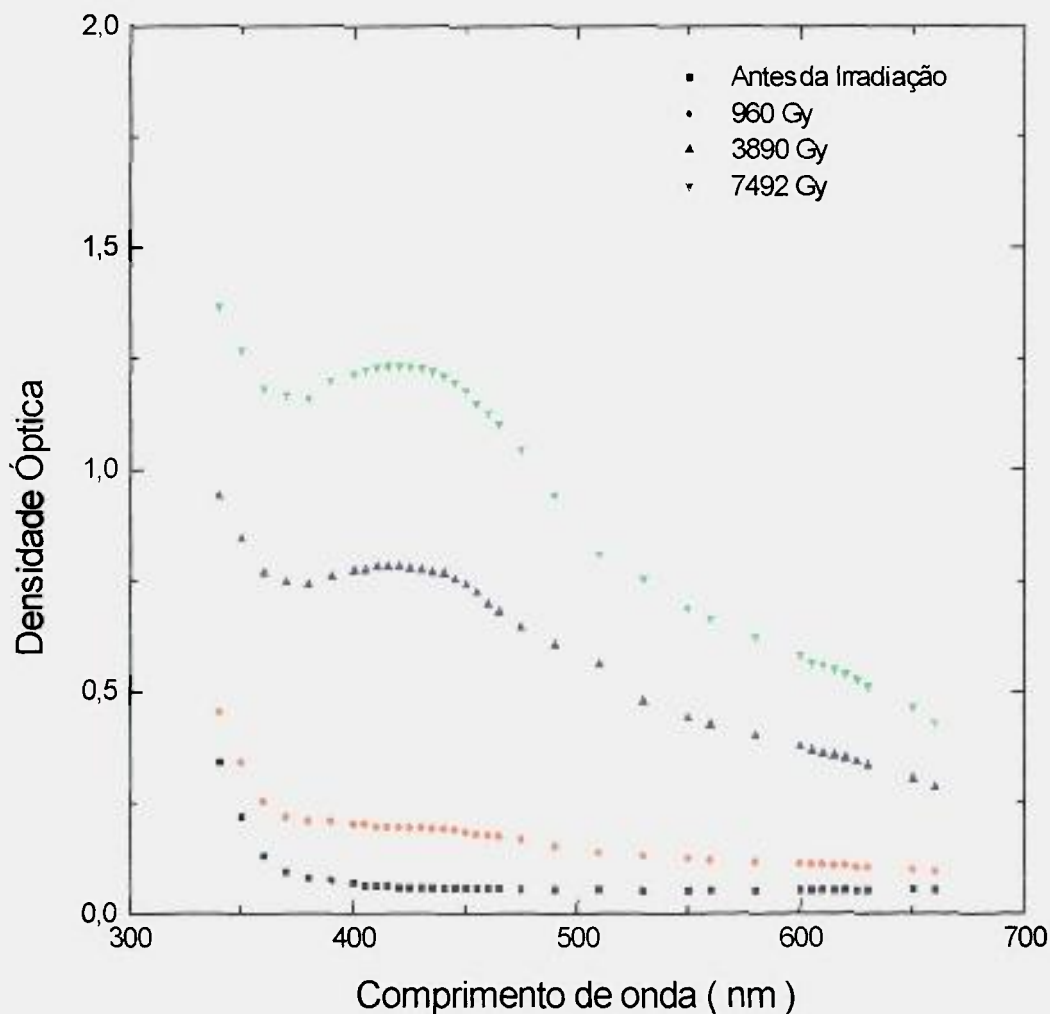


Figura 4.1 : Espectro de absorção de amostras de vidro nacional, antes e após a irradiação com diferentes doses de ^{60}Co .

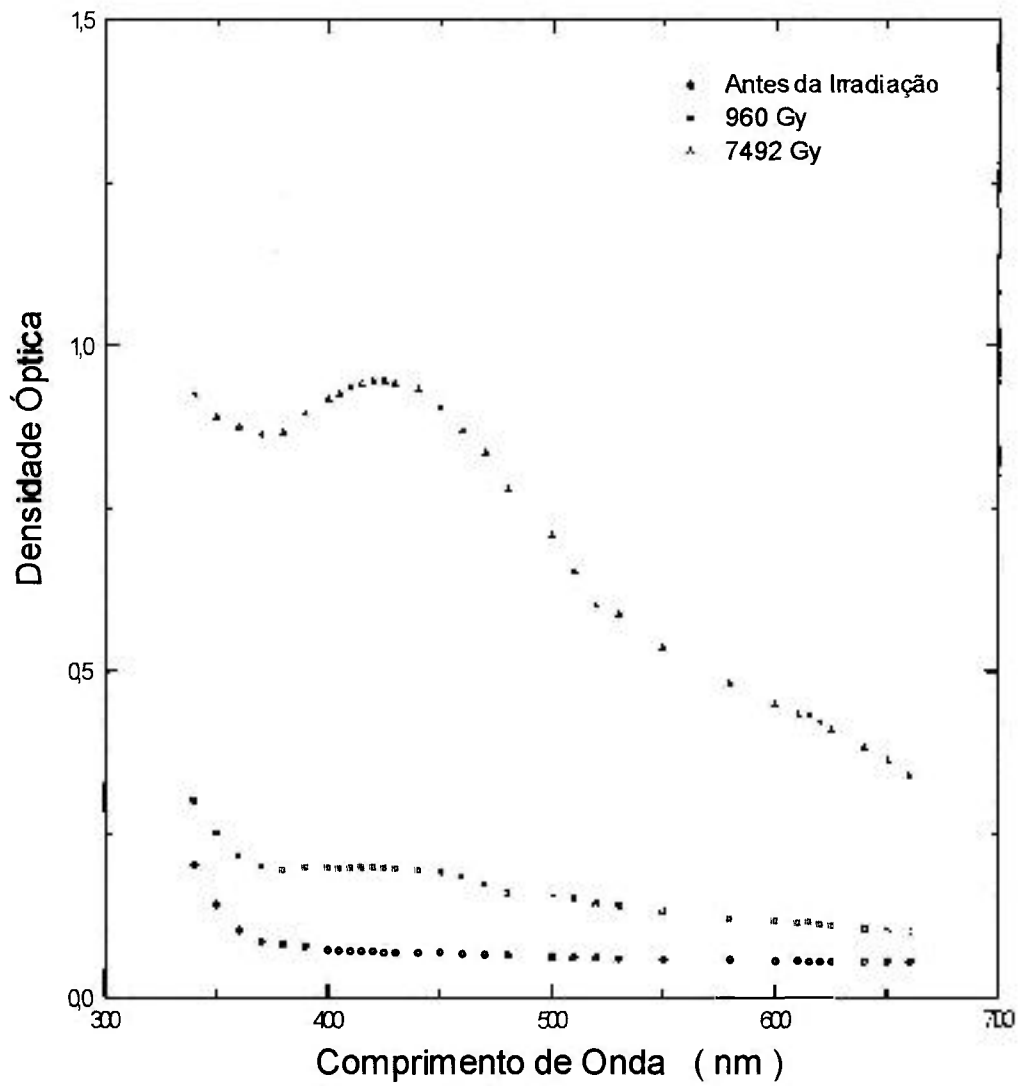


Figura 4.2 : Espectro de absorção de amostras de vidro importado, antes e após a irradiação com diferentes doses de ^{60}Co .

4.2 Uniformidade de Lote e Repetitividade de Resposta

Para testar a uniformidade de lote e a repetitividade de resposta, utilizando-se o densitômetro, seis grupos de vidro contendo 4 exemplares de 9,60 x 11,50 mm cada um, diferindo quanto à procedência e espessura (tabela 4.1) foram submetidos dez vezes consecutivas ao procedimento de irradiação (1 kGy, ^{60}Co), leitura e tratamento térmico para reutilização. As medidas de densidade óptica foram sempre realizadas após 30 minutos da irradiação.

Tabela 4.1 - Variação da Espessura das Amostras de Vidro.

Lote	Espessura (mm)	
	Vidro Nacional	Vidro Importado
A	2,06-2,07	
B	2,00-2,02	
C		1,80-1,90
D		1,18-1,20
E		0,90-1,01
F		0,80-0,84

Na tabela 4.2 têm-se os valores dos coeficientes de variação (V_1) do lote de amostras, representando a uniformidade de lote, e os valores dos coeficientes de variação (V_2) das medidas de cada amostra do lote, representando a repetitividade das medidas, onde V_1 e V_2 correspondem ao desvio padrão relativo em cada caso.

Tabela 4.2 : Uniformidade do Lote de Amostras (V_1) e Repetitividade (V_2) de 10 medidas das Amostras, após Irradiação com ^{60}Co (1 kGy). Medidas com Densitômetro.

Lote	Procedência	V_1 (%)	V_2 (%)
A	Nacional	1,8	1,8
B	Nacional	1,8	1,9
C	Importado	2,9	2,3
D	Importado	3,5	2,8
E	Importado	8,2	6,5
F	Importado	10,5	8,7

A análise estatística dos dados revelou ainda que a espessura da amostra constitui um parâmetro importante na uniformidade e repetitividade das medidas obtidas com o densitômetro, uma vez que foram encontrados maiores coeficientes de variação no caso das amostras com espessuras menores, como pode ser observado na tabela 4.2.

Para se verificar a uniformidade de lote e repetitividade de resposta, utilizando-se desta vez o espectrofotômetro, foi estudado um lote de cada procedência, com 4 amostras cada um. Elas foram irradiadas também com 1 kGy de ^{60}Co , tendo dimensões de 11,50 x 50,00 mm e espessura de 2,07 mm as amostras nacionais (lote A) e de 1,20 mm as amostras importadas(lote D). A análise estatística dos dados revelou um coeficiente de variação do lote de amostras de 3,5 % tanto para as nacionais como para as importadas. A repetitividade nas medidas de cada amostra apresentou coeficientes de variação máximos de 3,2 % (vidros nacionais) e 3,4 % (vidros importados).

4.3 Resposta à Dose Absorvida

Para se determinar as curvas de calibração, dois lotes de vidro, sendo um nacional e o outro importado, com dimensões de 11,50 x 50,00 mm e de diferentes espessuras, foram submetidos à irradiação de ^{60}Co entre 18 Gy e 7,5 kGy de dose absorvida no ar, fixando-se o tempo de irradiação em 2,5 horas para as doses entre 0,2 e 7,5 kGy. Para a obtenção das doses menores, houve necessidade de se variar o intervalo de tempo de irradiação.

As leituras de densidade óptica foram sempre realizadas após 20 minutos do fim da irradiação no caso das amostras nacionais e após 45 minutos, no caso das importadas.

Nas figuras 4.3 e 4.4 têm-se as curvas de calibração, relativas às medidas de densidade óptica obtidas com o espectrofotômetro, para as amostras nacionais e importadas, respectivamente. Pode-se notar um crescimento do tipo linear da resposta com a dose entre 30 Gy e 1,0 kGy, vindo a seguir uma região do tipo supralinear, com uma posterior tendência à saturação. Os valores máximos dos desvios padrões das medidas foram de 17,7 % para as amostras nacionais e de 22,7 % no caso das importadas; os maiores valores encontrados situam-se na faixa das menores doses, em torno de 30 Gy; em doses superiores a 30 Gy, o valor máximo encontrado foi de 3,2 e de 3,4 % respectivamente.

Nas figuras 4.5 e 4.6 têm-se as curvas de calibração, relativas às medidas de densidade óptica obtidas com o densitômetro, para as amostras nacionais e importadas, respectivamente. Observa-se que, nos dois casos, ocorre um crescimento da resposta com a dose. No caso dos vidros nacionais, a linearidade apresenta-se entre 100 Gy e 1,0 kGy sugerindo a seguir a ocorrência de uma região de supralinearidade até 8,0 kGy e uma tendência à saturação. Os vidros importados também apresentaram um crescimento com a dose, não sendo observada nenhuma região de linearidade, mas sim de supralinearidade, entre 150 Gy e 8,0 kGy e uma tendência à saturação a partir de 8,0 kGy. Os valores

máximos das incertezas associadas às medidas foram de 2,4 % no caso das amostras nacionais e de 2,7 % para as importadas.

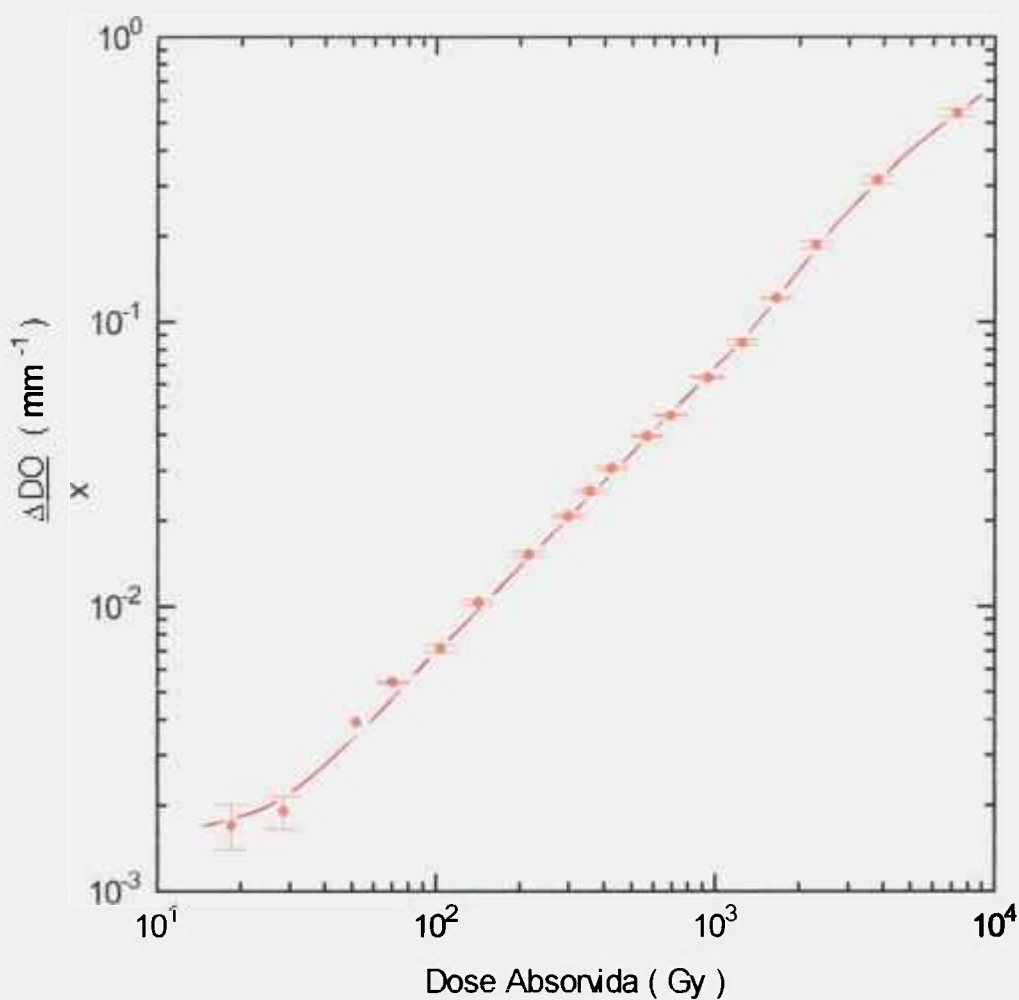


Figura 4.3 : Curva de calibração de amostras de vidro nacional irradiadas com ⁶⁰Co. Medidas de variação da densidade óptica por espessura da amostra, em função da dose absorvida. Medidas de densidade óptica obtidas com espectrofotômetro.

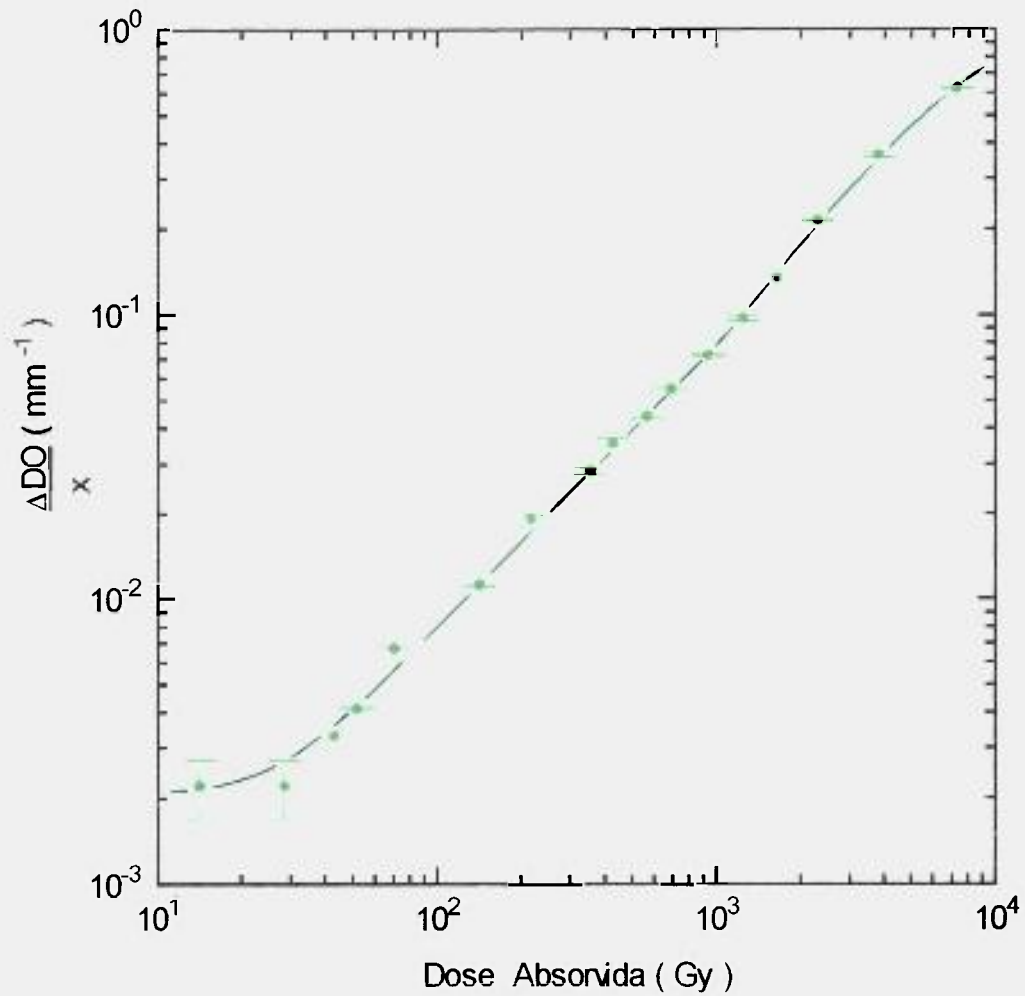


Figura 4.4 : Curva de calibração de amostras de vidro importado irradiadas com ⁶⁰Co. Medidas de variação da densidade óptica por espessura da amostra, em função da dose absorvida. Medidas de densidade óptica obtidas com espectrofotômetro.

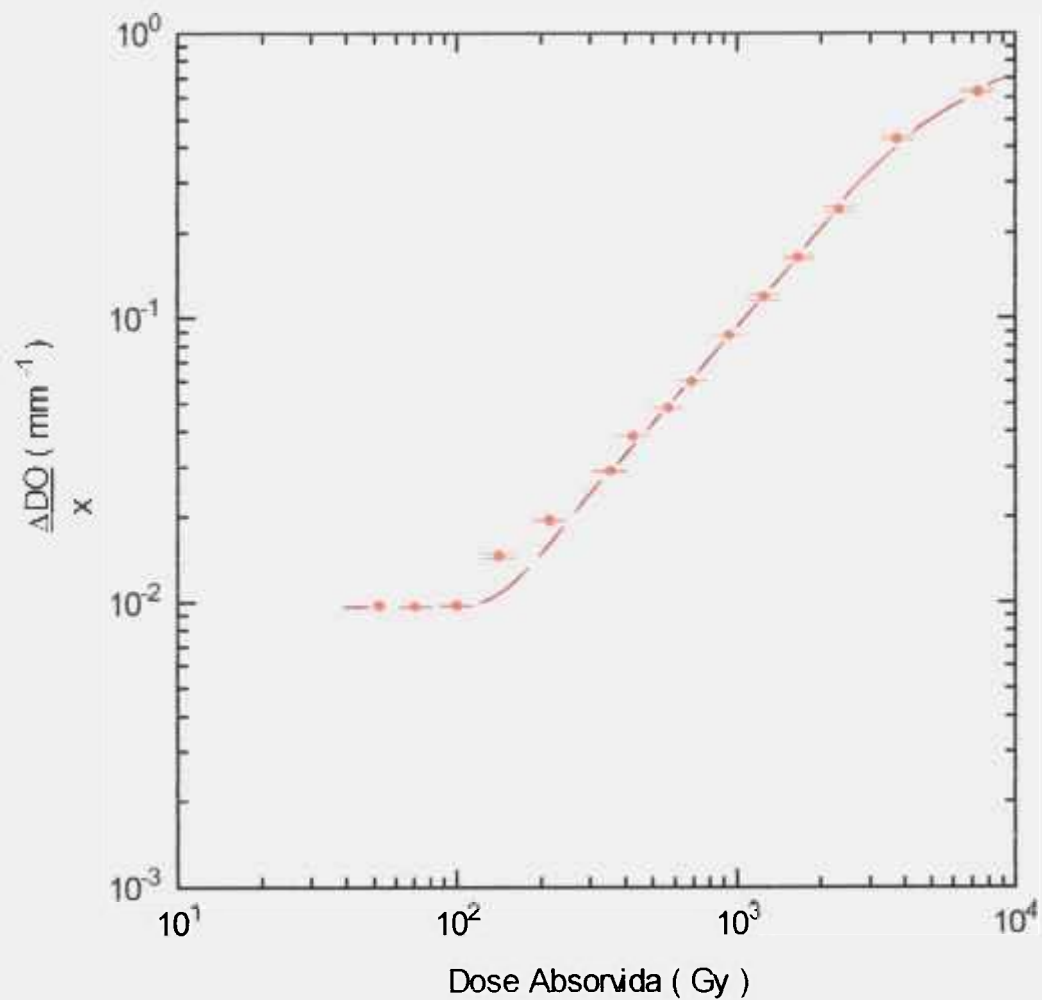


Figura 4.5 : Curva de calibração de amostras de vidro nacional irradiadas com ⁶⁰Co. Medidas de variação da densidade óptica por espessura da amostra, em função da dose absorvida. Medidas de densidade óptica obtidas com densitômetro.

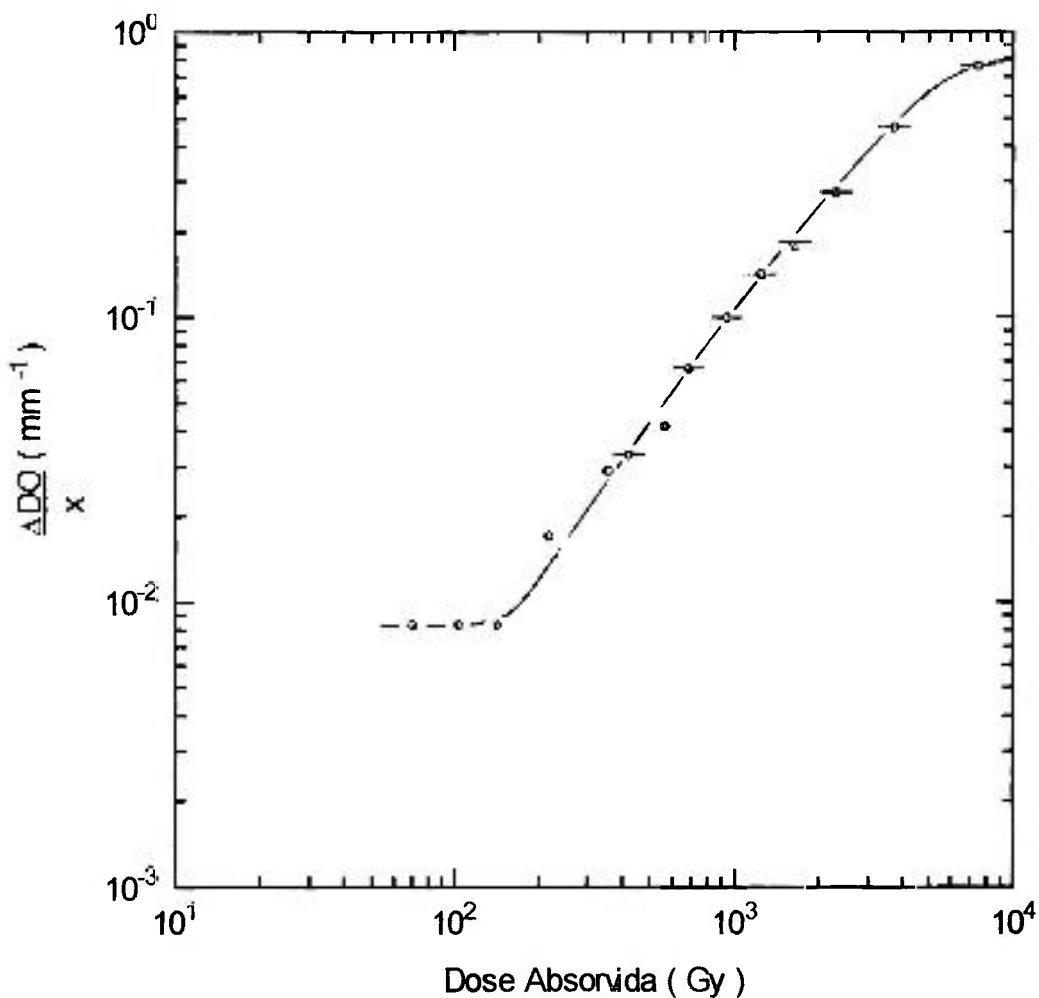


Figura 4.6 : Curva de calibração de amostras de vidro importado irradiadas com ^{60}Co . Medidas de variação da densidade óptica por espessura da amostra, em função da dose absorvida. Medidas de densidade óptica obtidas com densitômetro.

Foram também contruídas curvas de calibração para a radiação de ^{60}Co utilizando-se o densitômetro para os lotes de vidro nacional e importado, mantendo-se desta vez a taxa de dose constante, com conseqüente variação do tempo de irradiação. Estes resultados são apresentados nas figuras 4.7 e 4.8, onde se pode observar comportamentos análogos para os dois tipos de vidro em estudo.

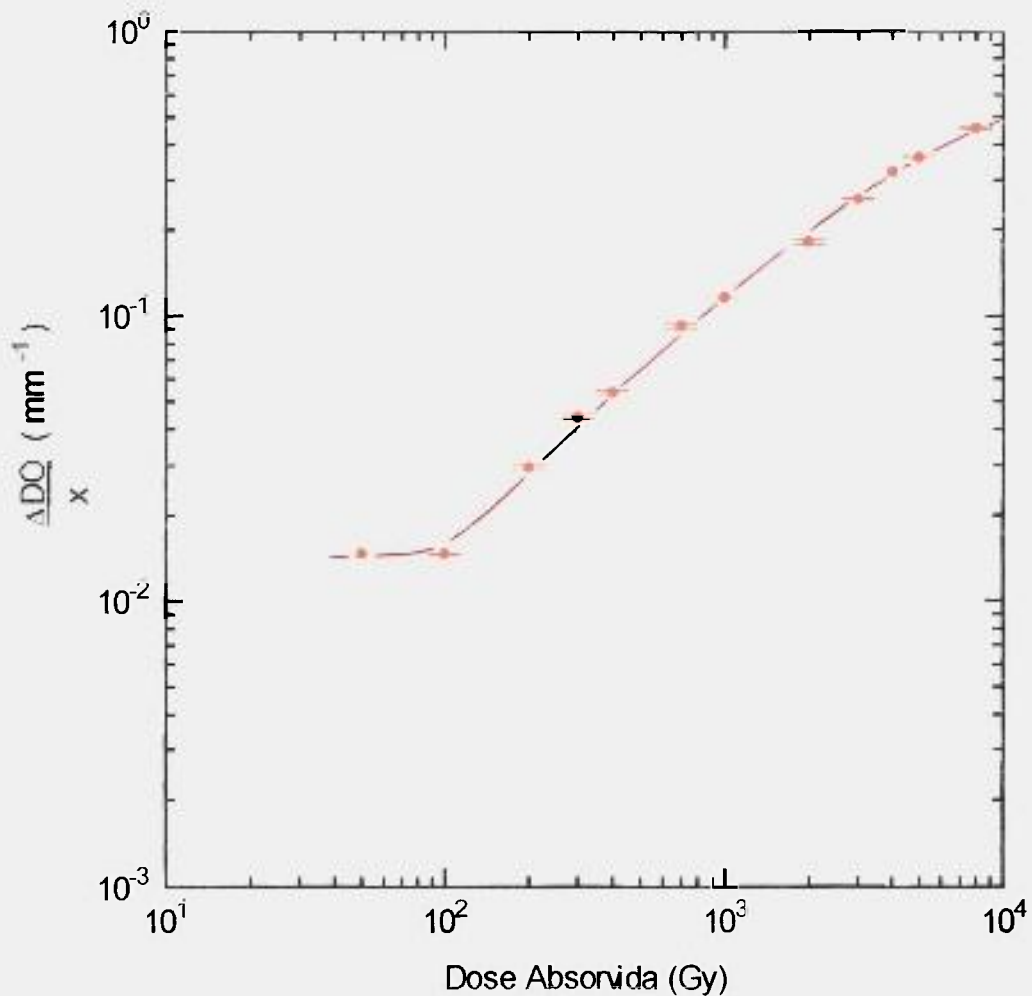


Figura 4.7 : Curva de calibração de amostras de vidro nacional irradiadas com ^{60}Co (1,09 kGy/h). Medidas de variação da densidade óptica por espessura da amostra, em função da dose absorvida. Medidas de densidade óptica obtidas com densitômetro.

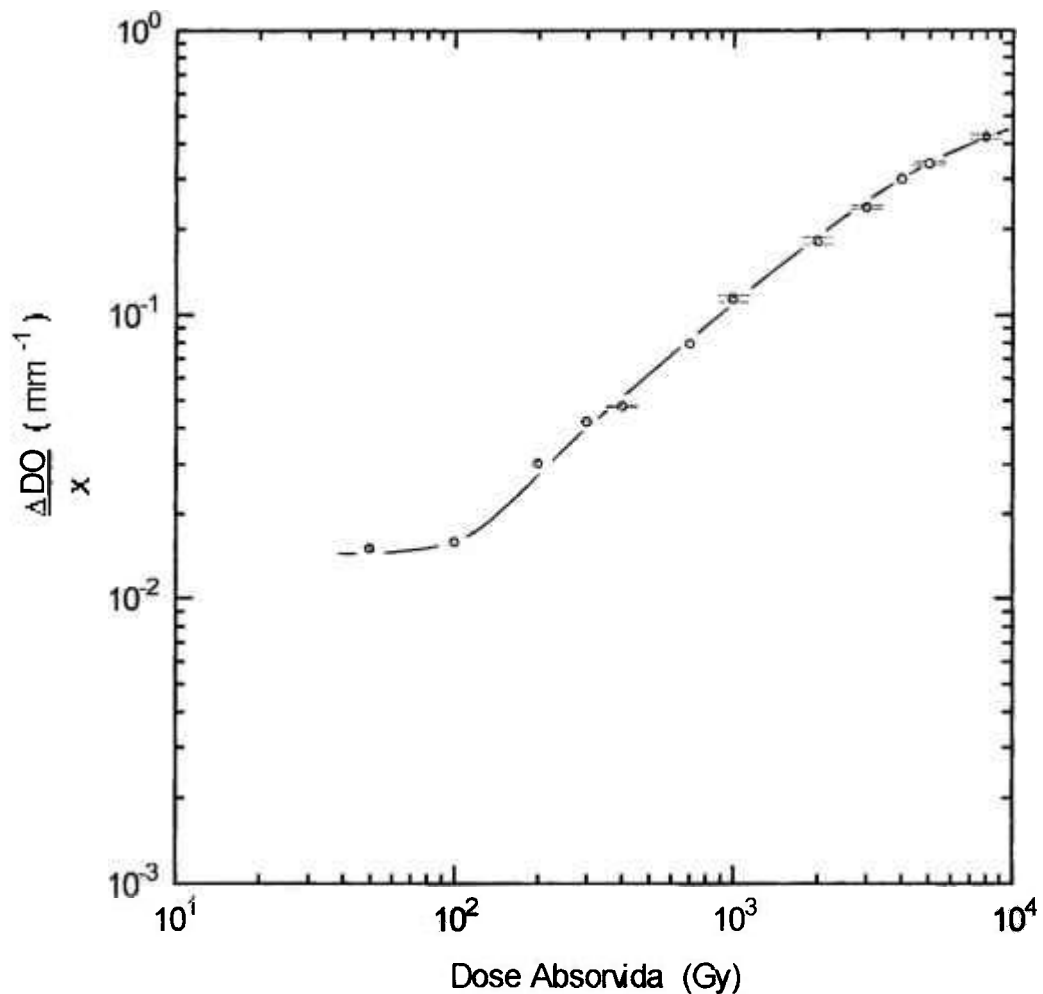


Figura 4.8 : Curva de calibração de amostras de vidro importado irradiadas com ^{60}Co (1,09 kGy/h). Medidas de variação da densidade óptica por espessura da amostra, em função da dose absorvida. Medidas de densidade óptica obtidas com densitômetro.

Em ambos os casos não se observam trechos de linearidade e a saturação manifesta-se para doses acima de 8,0 kGy da mesma forma como ocorreu nos experimentos representados nas figuras 4.5 e 4.6, onde o parâmetro adotado como constante foi o tempo de irradiação. Os valores máximos das incertezas associadas às medidas neste estudo foram de 2,3 % para as nacionais e de 2,7% para as importadas.

4.4 Dose Mínima Detectável

Para a determinação da dose mínima detectável foi calculado o valor do desvio padrão de 10 medidas de DO/x de 4 amostras de cada lote de vidro não irradiado. Tomando-se o valor de 3σ (correspondente a um nível de confiança de 99,7 %) foram determinados os valores de dose mínima detectável, obtendo-se 19 e 35 Gy no caso do espectrofotômetro, e 100 e 150 Gy no caso do densitômetro, para os lotes nacional e importado, respectivamente. Contudo, cabe ressaltar que a dose mínima detectada pelo espectrofotômetro encontra-se na faixa de maior incerteza nas medidas, e desta forma aconselha-se o seu uso a partir de doses superiores a este intervalo.

A análise das curvas de calibração mostra que o comportamento das amostras nacionais é análogo ao das amostras importadas, observando-se apenas uma variação quanto aos valores das incertezas associadas às medidas, sendo eles máximos para as importadas nos dois aparelhos utilizados. Este resultado concorda com o teste de uniformidade e repetitividade de resposta das amostras (tabela 4.2).

4.5 Estudo do Decaimento da Resposta à Temperatura Ambiente

Para o estudo do decaimento da resposta das amostras à temperatura ambiente, foram realizadas duas irradiações utilizando-se a fonte de ^{60}Co .

Primeiramente foi verificado se as amostras de vidro importadas apresentavam o mesmo comportamento que as nacionais. Para este propósito foram irradiados dois lotes de vidro com 10 kGy, sendo um nacional e outro importado, contendo 4 amostras cada um, com dimensões de 9,60 x 11,50 x 2,02 mm e 9,60 x 11,50 x 1,90 mm respectivamente; neste caso as leituras foram realizadas utilizando-se o densitômetro.

A resposta das amostras em função do tempo de armazenamento pós-irradiação foi avaliada em termos de leitura relativa percentual, que é representada pela razão entre a variação de densidade óptica num certo instante "t" e a variação de densidade óptica no instante $t = 0$, correspondente à primeira leitura pós - irradiação.

Nas figuras 4.9 e 4.10 têm-se as leituras relativas de densidade óptica do vidro nacional e importado respectivamente. Observa-se que o decaimento da resposta não apresenta diferença quanto à procedência das amostras, evidenciando para os dois casos uma redução da resposta pronunciada: cerca de 25 % em 24 horas e depois decaimentos lentos indicando uma tendência a um valor constante após cerca de 40 dias. Nas figuras 4.9a e 4.10a tem-se a resposta das amostras até 43 dias de observação e nas figuras 4.9b e 4.10b, até as primeiras 48 horas após as irradiações. A incerteza associada às medidas apresentou-se no máximo de 1,3 %.

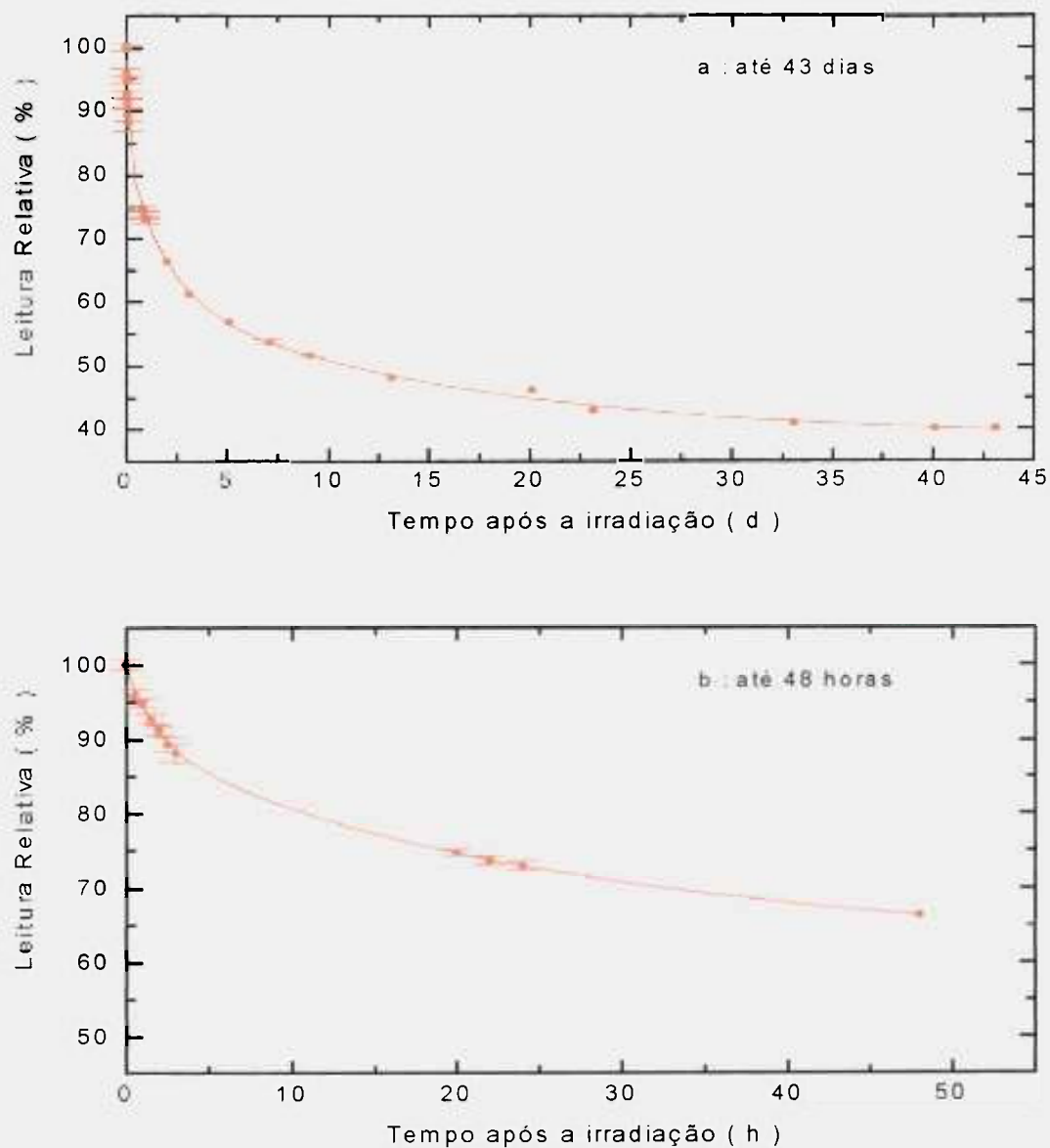


Figura 4.9: Decaimento da resposta das amostras de vidro nacional à temperatura ambiente, irradiadas com 10 kGy de ^{60}Co . Medidas de densidade óptica relativa obtidas com densitômetro.

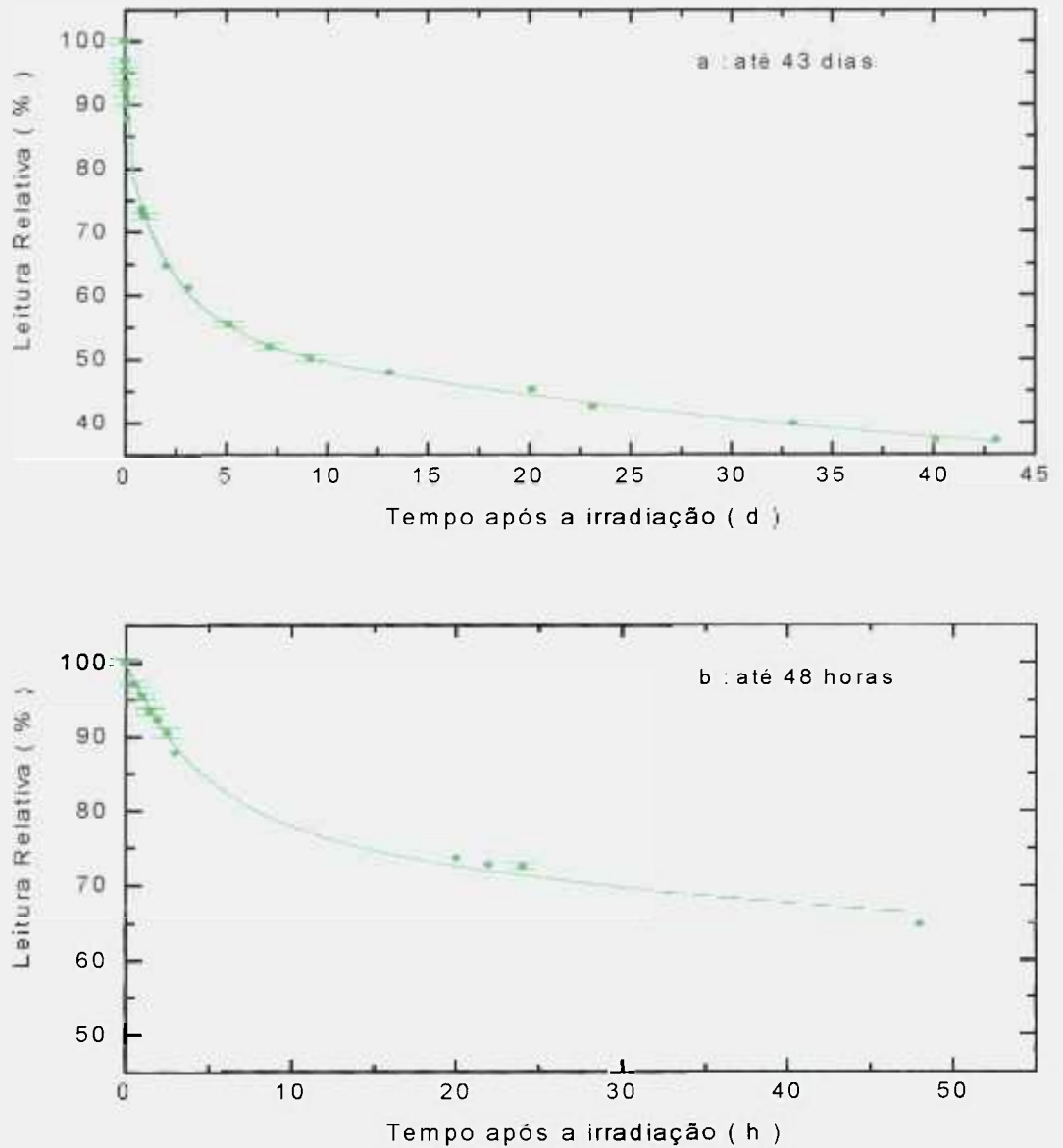


Figura 4.10 : Decaimento da resposta das amostras de vidro importado à temperatura ambiente, irradiadas com 10 kGy de ^{60}Co . Medidas de densidade óptica relativa obtidas com densitômetro.

Verificou-se, ainda, se o comportamento do decaimento da resposta das amostras dependia da dose absorvida. Para este estudo foi selecionado um lote de vidro nacional, contendo 4 amostras com dimensões de 11,50 x 50,00 mm e espessuras entre 2,00 e 2,07 mm, irradiado com 2,3 kGy (^{60}Co). As medidas foram realizadas utilizando-se o densitômetro e o espectrofotômetro.

Nas figuras 4.11 e 4.12 têm-se as leituras relativas de densidade óptica do vidro nacional, em função do tempo de armazenamento à temperatura ambiente, utilizando-se o densitômetro e o espectrofotômetro, respectivamente. Observa-se, para os dois casos, uma queda inicial pronunciada da resposta, cerca de 25 % em 24 horas, seguindo-se um decaimento lento. Neste estudo a máxima incerteza associada às medidas foi de 1,5 % no caso do densitômetro e variou entre 1,8 e 2,6 % no caso do espectrofotômetro. Analisando-se valores das incertezas associadas às medidas, verifica-se que o espectrofotômetro consegue detectar variações mínimas de densidade óptica, que escapam à sensibilidade do densitômetro.

Comparando-se o decaimento da resposta das amostras em termos da dose absorvida, pode-se verificar que o comportamento do decaimento da resposta nas 24 horas iniciais e a tendência ao valor constante independem da dose, nos casos aqui estudados.

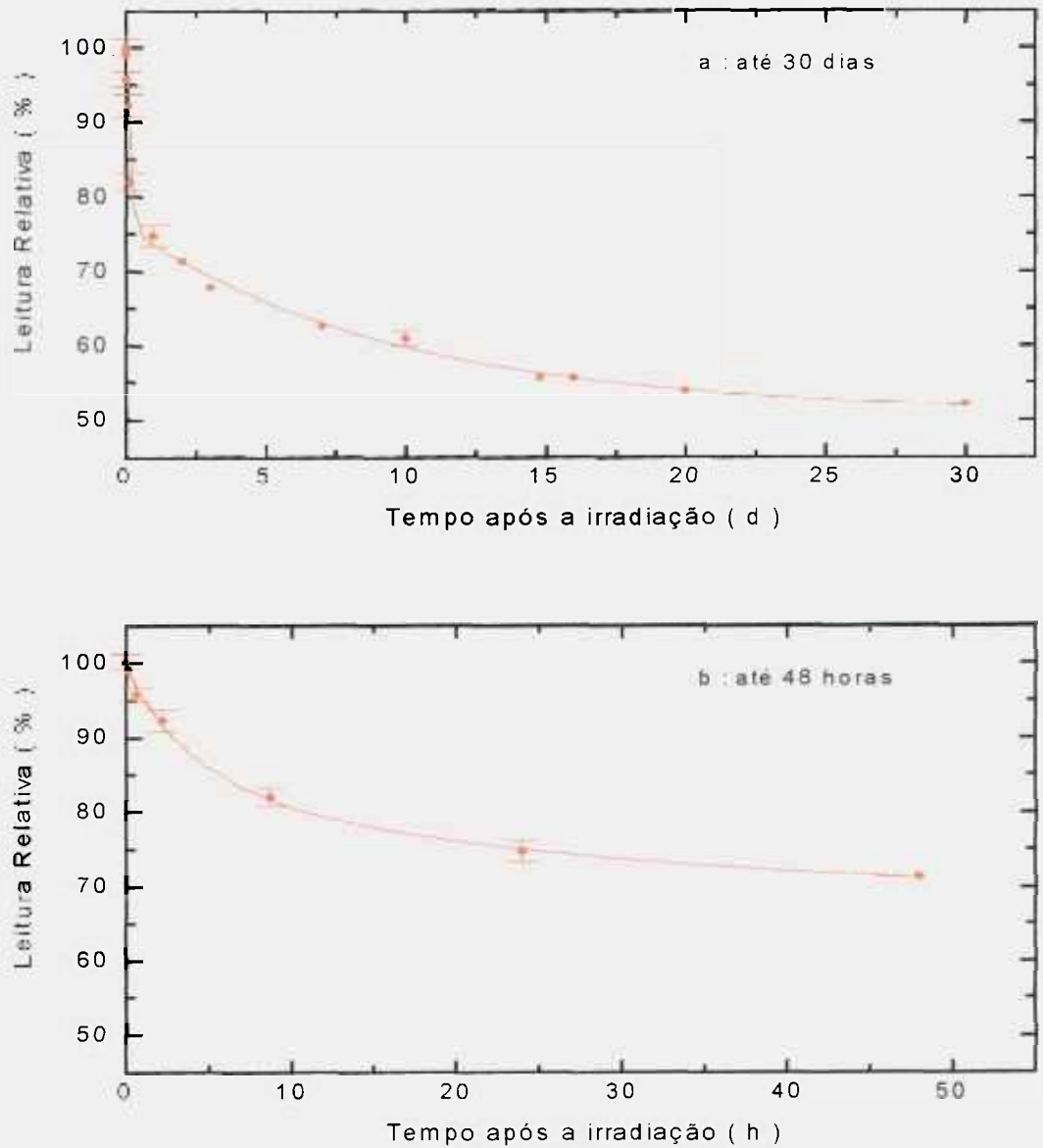


Figura 4.11 : Decaimento da resposta das amostras de vidro nacional à temperatura ambiente, irradiadas com 2,3 kGy de ^{60}Co . Medidas de densidade óptica relativa obtidas com densitômetro.

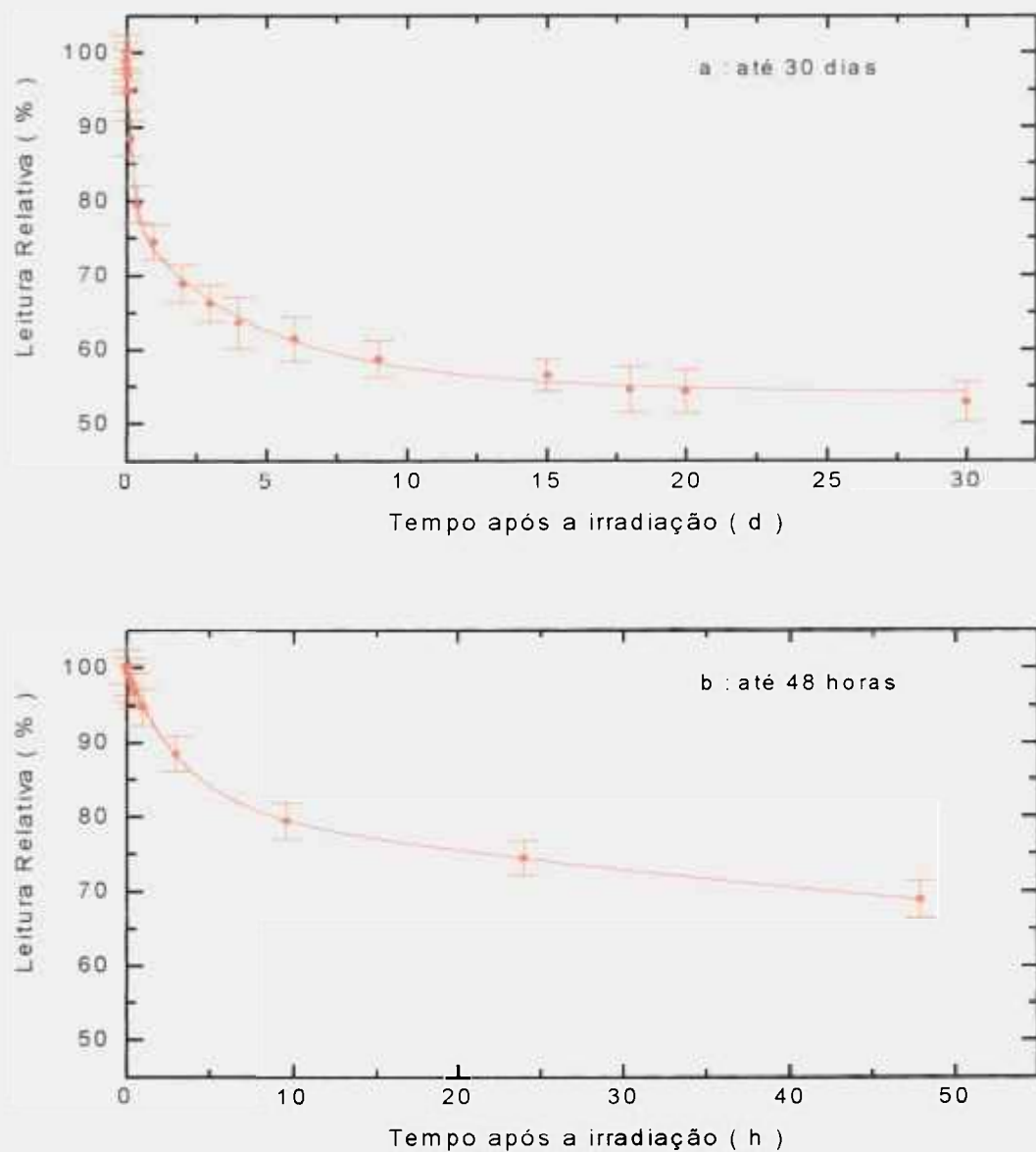


Figura 4.12 : Decaimento da resposta das amostras de vidro nacional à temperatura ambiente, irradiadas com 2,3 kGy de ^{60}Co . Medidas de densidade óptica relativa obtidas com espectrofotômetro.

4.6 Efeitos de Tratamentos Térmicos

Com o intuito de verificar a possibilidade de se reduzir o decaimento inicial pronunciado da resposta dos vidros irradiados, foi estudado o comportamento da resposta das amostras em relação a alguns procedimentos experimentais, tais como armazenamento à temperatura baixa de $-16,5^{\circ}\text{C}$ para congelar os centros de cor mais instáveis, e tratamentos térmicos pré- e pós-irradiação, na tentativa de impossibilitar a formação e a destruição de centros de cor muito instáveis^[4, 8, 25].

4.6.1 Influência da Temperatura de Armazenamento

Para o estudo da influência da temperatura de armazenamento na resposta das amostras de vidro, após irradiação, dois lotes de vidro nacional, contendo 4 amostras cada um com dimensões de $11,50 \times 50,00$ mm e espessuras entre 2,00 e 2,07 mm, foram inicialmente submetidos à radiação gama de ^{60}Co com 2,3 kGy de dose absorvida no ar. A primeira medida de densidade óptica foi realizada após 20 minutos da irradiação para os dois lotes. As medidas foram obtidas com o densitômetro e o espectrofotômetro, até um total de 14 dias.

Para uma melhor comparação dos resultados, foi estudado simultaneamente o comportamento da resposta das amostras à temperatura ambiente e a $-16,5^{\circ}\text{C}$, repetindo-se desta forma parcialmente o estudo realizado no item 4.5, apresentado nas figuras 4.11 e 4.12.

Um dos lotes foi mantido à temperatura ambiente e o seu comportamento, em função do tempo de armazenamento, está representado nas figuras 4.13 e 4.14. Nas figuras 4.13a e 4.14a tem-se o comportamento da resposta das amostras até 14 dias de observação e nas figuras 4.13b e 4.14b, até 53 horas após irradiação. Observa-se que o decaimento da resposta das amostras nas 24 horas iniciais é em torno de 23 % para as medidas obtidas com o densitômetro e de 27 % para as obtidas com o espectrofotômetro. A máxima incerteza associada às

medidas foi de 2,17 %. Comparando-se estes resultados com os encontrados no item 4.5, verifica-se uma variação máxima em torno de 2 %, demonstrando que o comportamento do decaimento da resposta das amostras é um fenômeno repetitivo, já que a variação percentual encontrada está dentro dos valores das incertezas das medidas realizadas neste trabalho.

As amostras do outro lote, logo após a irradiação, foram acondicionadas em saquinhos plásticos devidamente lacrados e armazenadas no “freezer” a uma temperatura de $-16,5\text{ }^{\circ}\text{C}$, monitorada com um termopar de Níquel-Cromo / Níquel-Alumínio.

As medidas subsequentes foram sempre realizadas após um intervalo de tempo (aproximadamente 5 minutos) necessário para a remoção natural da umidade das amostras, atingindo o equilíbrio térmico com o meio ambiente.

As figuras 4.15 e 4.16 mostram as leituras relativas de densidade óptica para este lote, também em função do tempo de armazenamento, através dos dados obtidos com o densitômetro e o espectrofotômetro respectivamente.

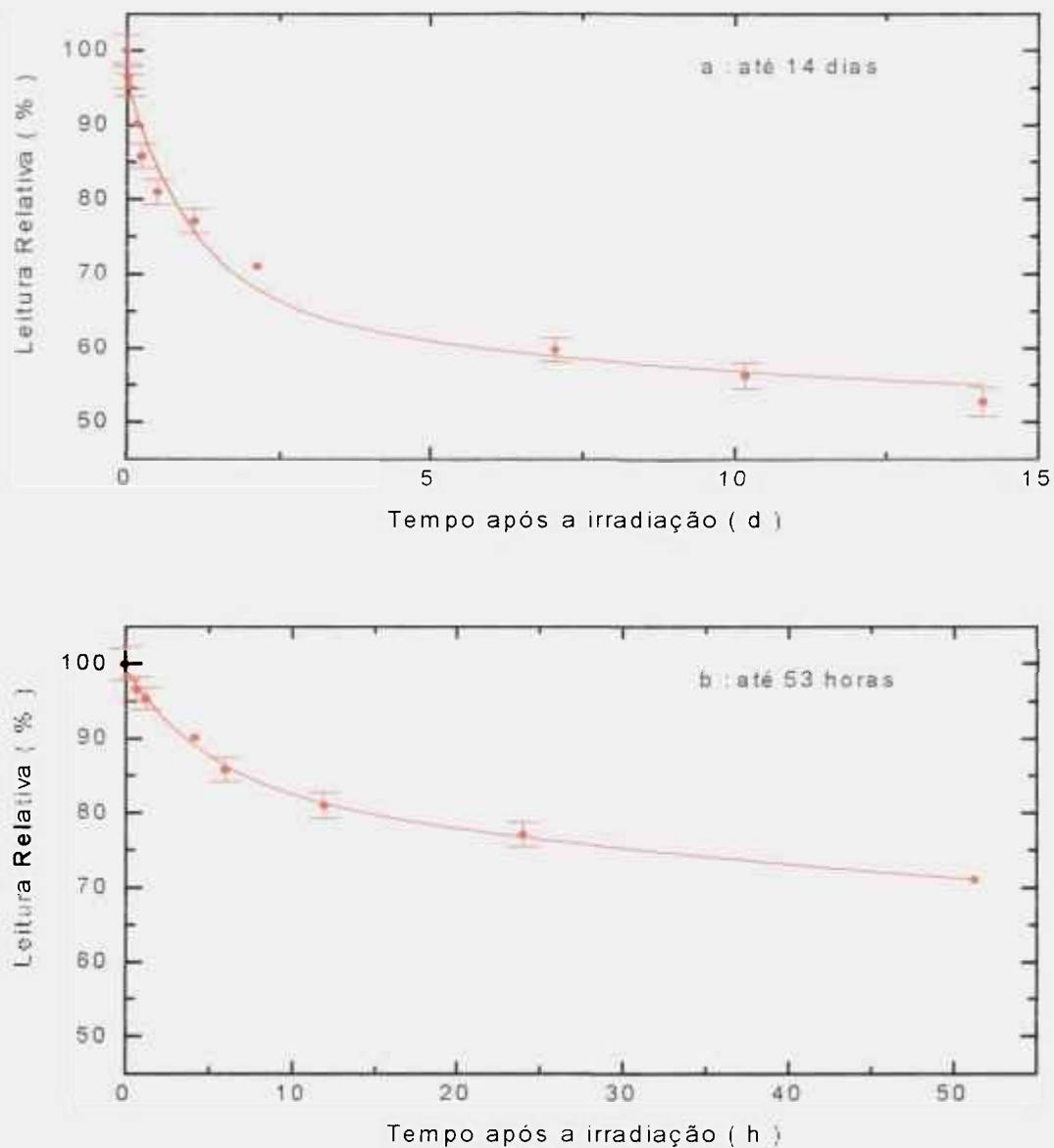


Figura 4.13 : Decaimento da resposta das amostras de vidro nacional à temperatura ambiente, irradiadas com 2,3 kGy de ^{60}Co . Medidas de densidade óptica relativa obtidas com densitômetro.

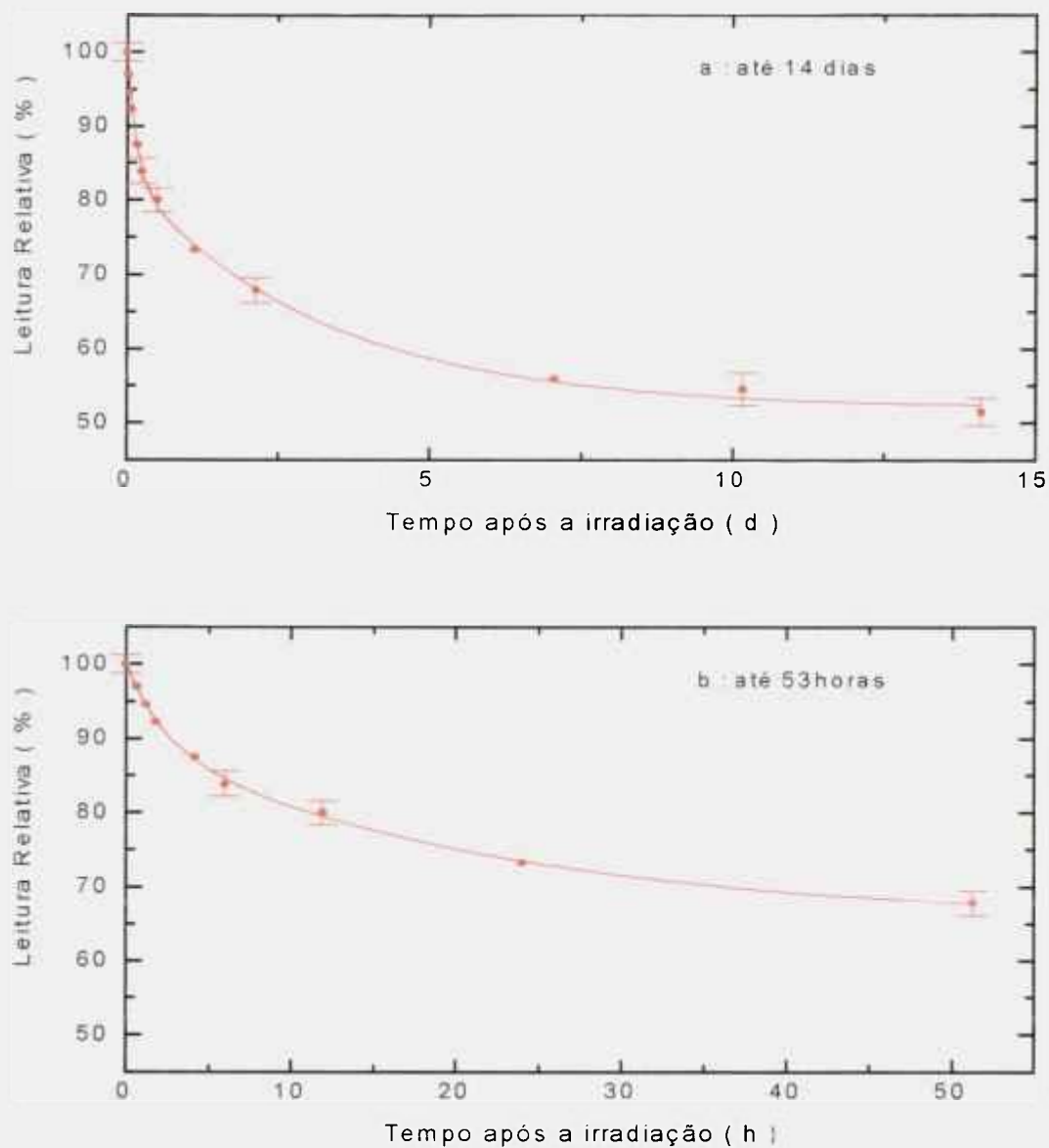


Figura 4.14: Decaimento da resposta das amostras de vidro nacional à temperatura ambiente, irradiadas com 2,3 kGy de ^{60}Co . Medidas de densidade óptica relativa obtidas com espectrofotômetro.

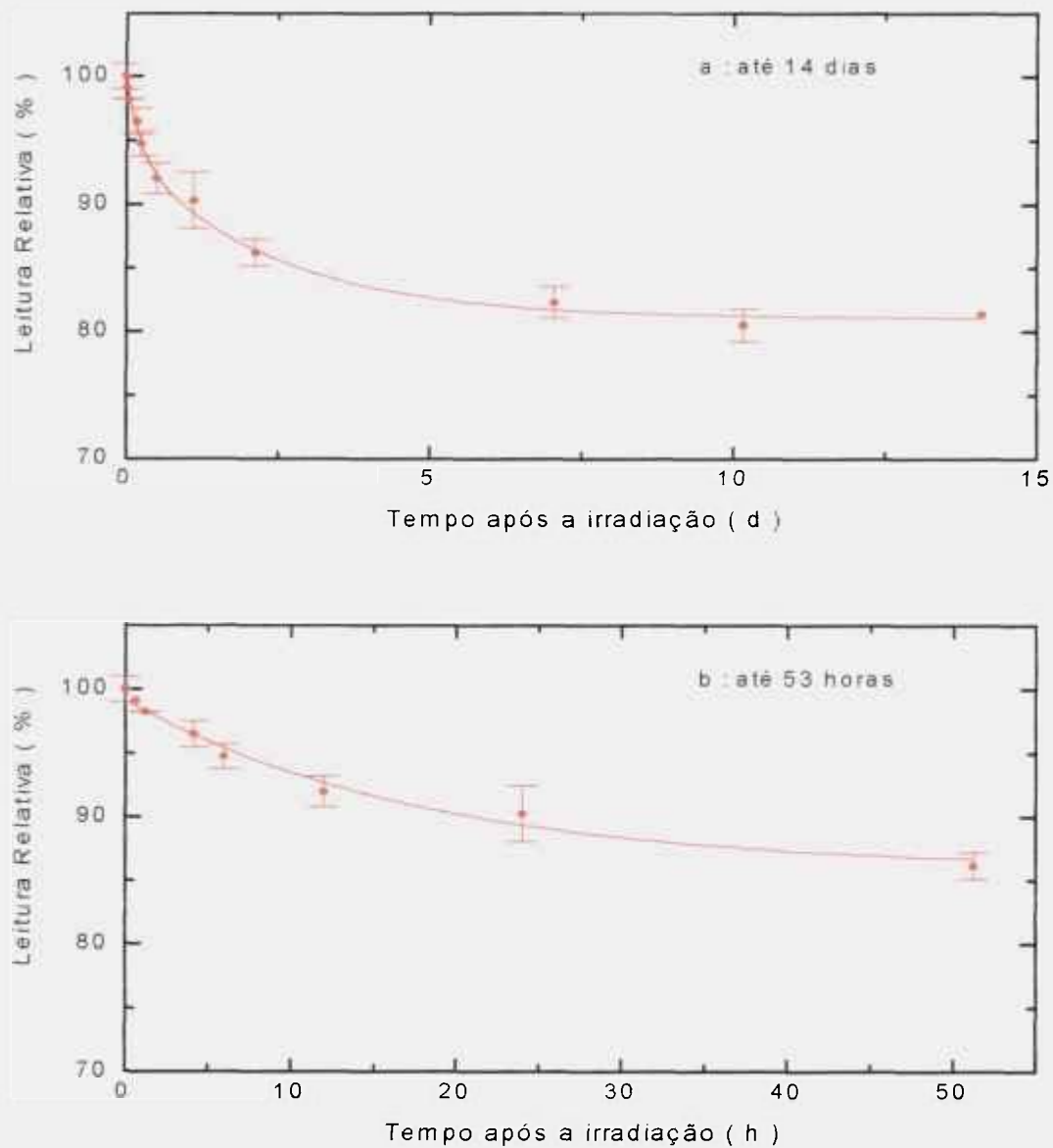


Figura 4.15 : Decaimento da resposta das amostras de vidro nacional à temperatura de $-16,5^{\circ}\text{C}$, irradiadas com $2,3 \text{ kGy}$ de $^{60}\text{C0}$. Medidas de densidade óptica relativa obtidas com densitômetro.

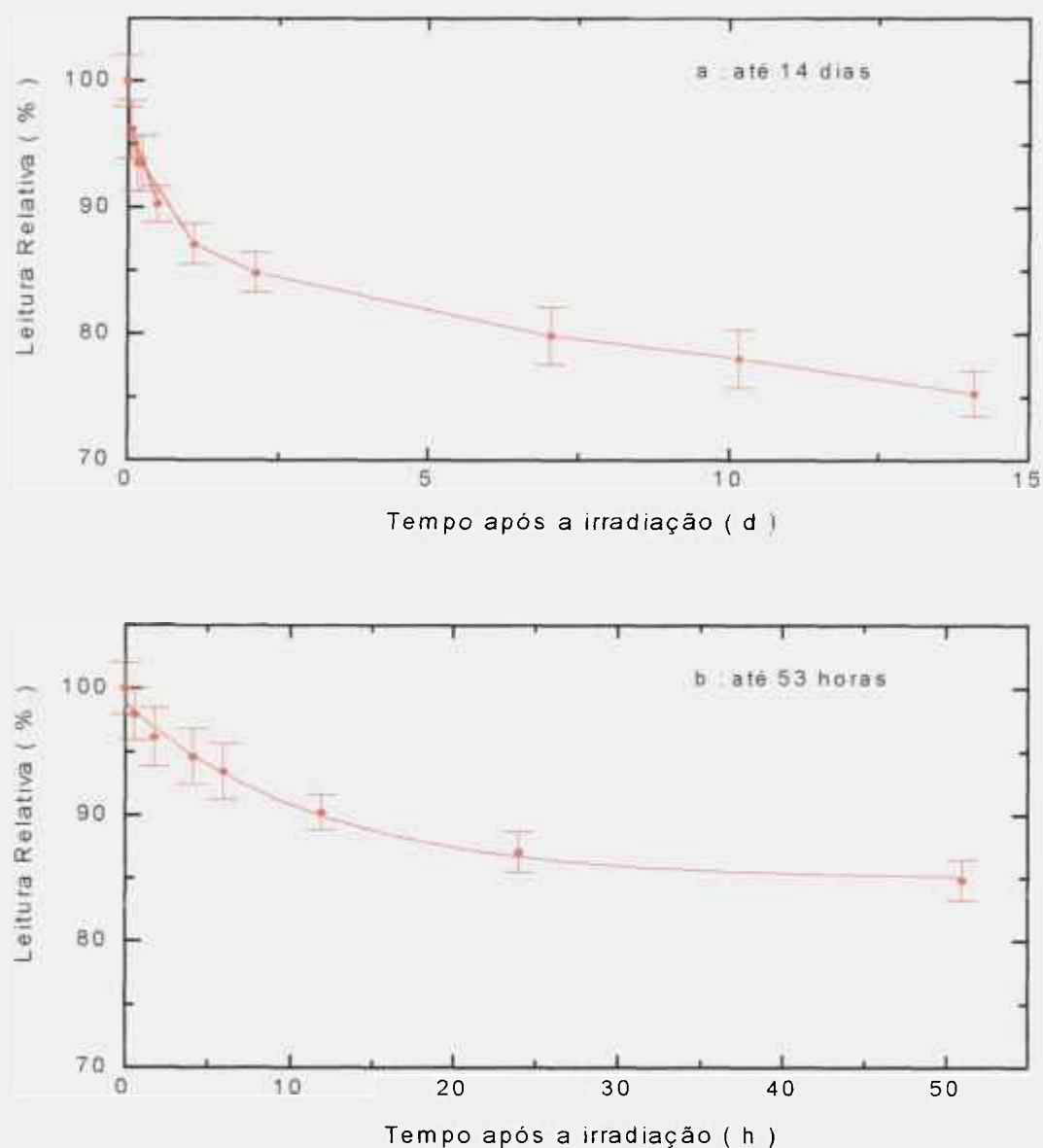


Figura 4.16 : Decaimento da resposta das amostras de vidro nacional à temperatura de $-16,5\text{ }^{\circ}\text{C}$, irradiadas com $2,3\text{ kGy}$ de ^{60}Co . Medidas de densidade optica relativa obtidas com espectrofotômetro.

Nas figuras 4.15 e 4.16 observa-se um decaimento inicial da resposta em torno de 10 % até 24 horas após a irradiação no caso das medidas com o densitômetro e cerca de 13 %, nas obtidas com o espectrofotômetro. As incertezas máximas associadas às medidas foram de 2,3 e de 2,2 % respectivamente.

Os resultados obtidos com este procedimento evidenciam uma redução do decaimento da resposta das amostras, nas 24 horas iniciais após a irradiação entre 14,3 e 17,3 %, em relação aos resultados obtidos com o densitômetro representados nas figuras 4.9, 4.11 e 4.13. Nos resultados obtidos com o espectrofotômetro observa-se redução de 12,7 e 13,8 % em relação aos apresentados nas figuras 4.12 e 4.14 respectivamente.

Pode-se concluir, então, que as amostras de vidro estudadas possuem alguns tipos de centros de cor extremamente instáveis, até em baixas temperaturas; embora a resposta das amostras, em função do tempo de armazenamento após irradiação, tenha mostrado uma redução inferior àquela observada à temperatura ambiente, ainda se faz presente à baixa temperatura.

4.6.2 Influência de Tratamento Térmico Pré-Irradiação

Três lotes de vidro nacional, contendo 4 amostras cada um, com dimensões de 11,50 x 50,0 mm e espessuras variando entre 2,00 e 2,07 mm, foram submetidos a diferentes tratamentos térmicos pré-irradiação com o objetivo de tentar reduzir o decaimento inicial brusco da resposta destes materiais em função do tempo de armazenamento. O primeiro lote foi tratado a 300°C e o segundo lote a 100°C, ambos durante 15 minutos; o terceiro lote recebeu um tratamento térmico de 100°C durante uma hora. Após alcançar o equilíbrio térmico com o meio ambiente, foi realizada a leitura de densidade óptica pré-irradiação; em seguida as amostras foram submetidas à radiação de ^{60}Co com 1,8 kGy de dose absorvida no ar.

Após 20 minutos do fim da irradiação, foram realizadas as medidas de densidade óptica à temperatura ambiente com os dois equipamentos: densitômetro e espectrofotômetro. Não foram observadas diferenças na resposta dos vidros em relação aos três tipos de tratamentos térmicos aplicados, durante as 24 horas iniciais após irradiação.

O decaimento após 24 horas da irradiação apresentou as mesmas características daquele observado nas figuras 4.9, 4.11, 4.12, 4.13 e 4.14, o que demonstra que eventuais modificações nas características intrínsecas dos materiais em estudo, devido aos tratamentos térmicos pré-irradiação testados, não são mensuráveis com as técnicas utilizadas neste trabalho.

4.6.3 Influência de Tratamento Térmico Pós - Irradiação

Para este estudo quatro lotes de 4 amostras(A e B) de vidro nacional cada um, com dimensões de 11,50 x 50,00 mm e espessuras variando entre 2,00 e 2,07 mm, foram inicialmente submetidos à radiação de ^{60}Co com 2,2 kGy de dose absorvida no ar, e posteriormente a diferentes tratamentos térmicos.

O estudo do decaimento da resposta das amostras em função do tempo de armazenamento, após serem submetidas a diferentes tratamentos térmicos pós-irradiação, foi inicialmente realizado utilizando-se o densitômetro que apresenta maior simplicidade de trabalho, e levando-se em conta que o tipo de decaimento destes materiais só apresenta diferenças em termos das incertezas associadas às medidas, quando realizadas com o densitômetro e com o espectrofotômetro. A primeira medida de densidade óptica utilizando o densitômetro foi efetuada após 20 minutos do fim da irradiação para todos os lotes. A seguir as amostras foram submetidas a períodos diferentes de espera à temperatura ambiente antes de se aplicar o tratamento térmico proposto, conforme tabela 4.1. As medidas após cada tratamento térmico foram tomadas depois de submeter as amostras a um

resfriamento rápido, imediatamente após sua saída da estufa, sobre uma placa de alumínio (0,5 cm de espessura) durante 5 minutos.

A tabela 4.1 apresenta as condições experimentais a que cada lote foi submetido, constando o tempo de espera à temperatura ambiente, antes de aplicar o tratamento térmico, a duração e temperatura do tratamento térmico.

Tabela 4.1 : Tratamentos térmicos pós-irradiação aplicados às amostras de vidro nacional irradiadas com 2,2 kGy de ^{60}Co .

Tratamento Térmico			
Lote	Período de espera à temperatura ambiente	Temperatura	Duração
1	20 minutos	80 °C	1 hora
2	20 minutos	80 °C	2 horas
3	2 horas	100 °C	2 horas
4	1 hora	130 °C	10 minutos

O comportamento da resposta das amostras, após a irradiação e aos testes térmicos propostos, está representado nas figuras 4.17, 4.18 , 4.19 e 4.20, onde cada ponto corresponde à média de 4 medidas com uma incerteza máxima de 1,8 % (1σ), decorrente do teste de uniformidade de lote. O valor máximo de $\Delta DO / x$ representado nas figuras corresponde às medidas obtidas após 20 minutos da irradiação e antes do respectivo tratamento térmico pós-irradiação.

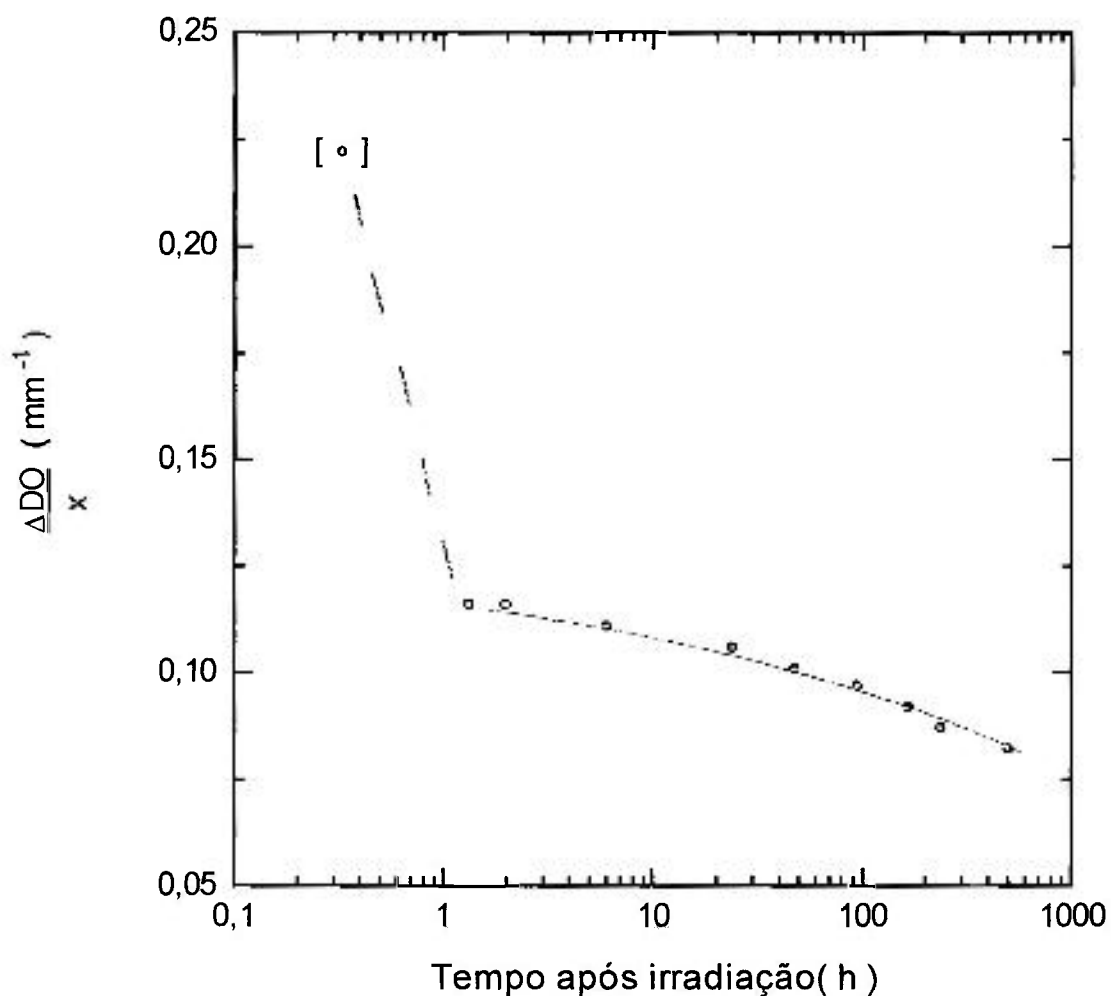


Figura 4.17:

Decaimento da resposta das amostras de vidro nacional (lote 1) irradiadas com 2,2 kGy de ^{60}Co , após tratamento térmico de 80 °C durante 1 hora e armazenadas à temperatura ambiente. Medidas obtidas com densitômetro.

[•] Primeira medida após a irradiação e antes do tratamento térmico.

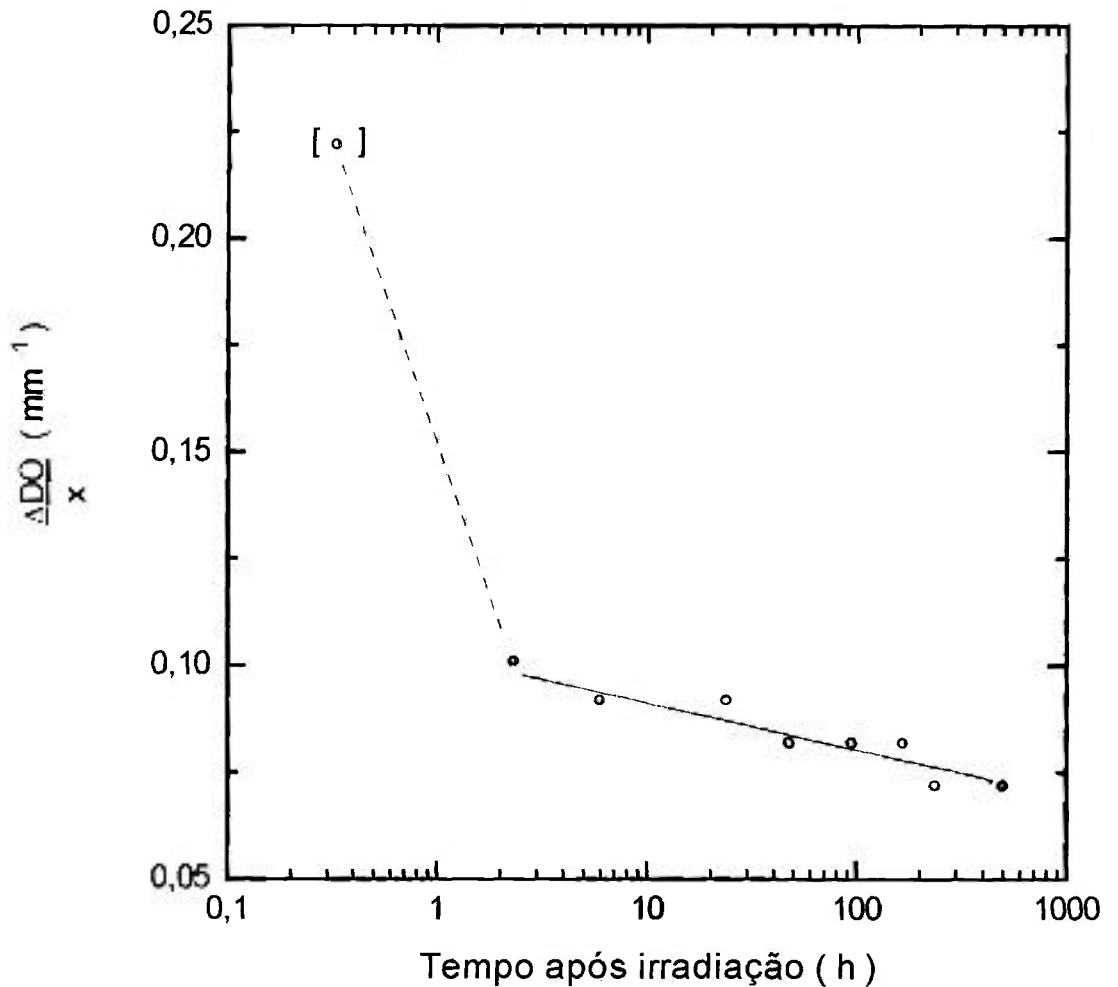


Figura 4.18: Decaimento da resposta das amostras de vidro nacional (lote 2) irradiadas com 2,2 kGy de ^{60}Co , após tratamento térmico de 80 °C durante 2 horas e armazenadas à temperatura ambiente. Medidas obtidas com densitômetro.
[°] Primeira medida após a irradiação e antes do tratamento térmico.

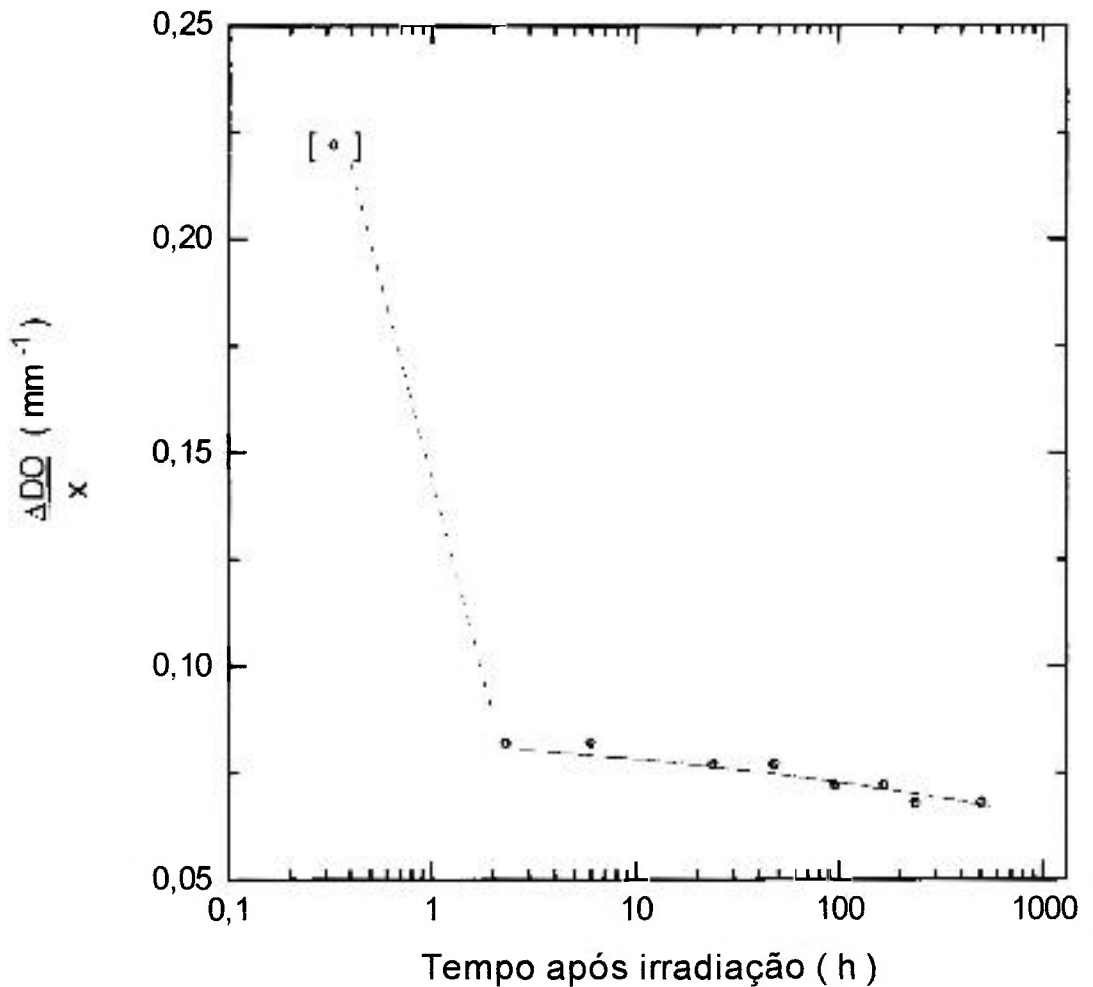


Figura 4.19 : Decaimento da resposta das amostras vidro nacional (lote 3) irradiadas com 2,2 kGy de ^{60}Co , após tratamento térmico de 100 °C durante 2 horas e armazenadas à temperatura ambiente. Medidas obtidas com densitômetro. [◦] Primeira medida após a irradiação e antes do tratamento térmico.

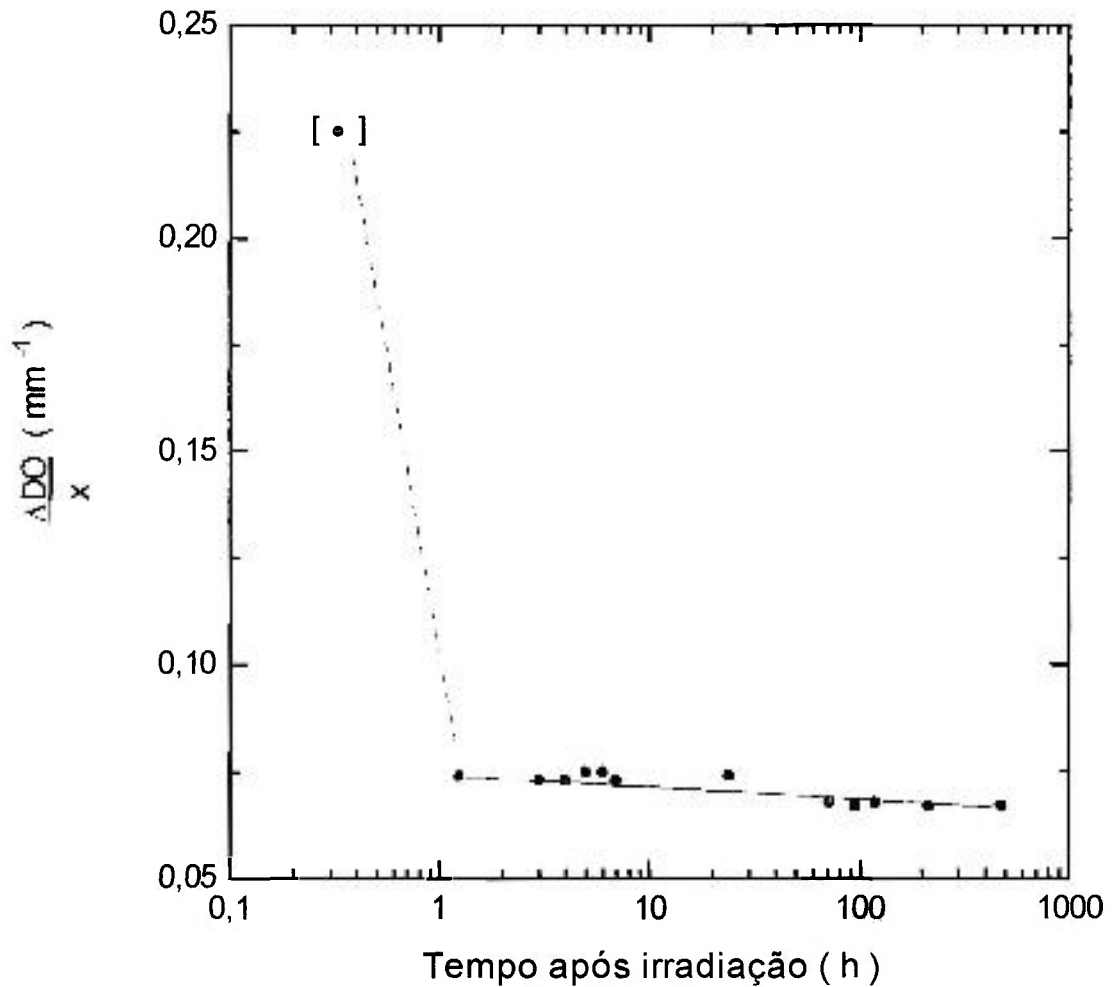


Figura 4.20 : Decaimento da resposta das amostras de vidro nacional (lote 4) irradiadas com 2,2 kGy de ^{60}Co , após tratamento térmico de 130°C durante 10 minutos e armazenadas à temperatura ambiente. Medidas obtidas com densitômetro.
[•] Primeira medida antes da irradiação e após tratamento térmico.

Na figura 4.17 está representado o comportamento da resposta do lote 1, no qual se pode observar que o aquecimento a 80 °C durante 1 hora provocou uma redução inicial de 48 % na resposta da amostra; nas primeiras 24 horas após o aquecimento, o decaimento da resposta foi de 8,6 % seguindo-se um decaimento mais acentuado após este período, sendo de 29 % ao final de 504 horas após a irradiação e respectivo tratamento térmico.

Pode-se observar que os tratamentos térmicos aplicados aos lotes 2 e 3 ocasionaram redução inicial da resposta de 55 e 63 % respectivamente. Após o tratamento térmico as amostras dos dois lotes apresentam comportamentos decrescentes, exibindo redução da resposta da amostra em função do tempo de armazenamento. A percentagem de redução da resposta da amostra nas 24 horas após o tratamento térmico foi de 9 % para o lote 2 e de 6 % para o lote 3 e de 28,7 % e 17 % ao final de 504 horas respectivamente, após a irradiação e tratamento térmico.

O tratamento aplicado ao lote 4 mostra ser o mais adequado, já que após o tratamento térmico a resposta da amostra, em função do tempo de armazenamento, apresenta um decaimento praticamente desprezível após 24 horas do tratamento térmico, (dentro da incerteza associada às medidas de 1,8 %); e de 9,5 % ao final de 480 horas de medidas. Devido aos resultados obtidos com este procedimento, novos testes foram realizados utilizando-se o densitômetro e o espectrofotômetro, e ainda variando-se a dose absorvida .

Nas figuras 4.21 e 4.22 são apresentados os resultados do comportamento do lote 4 quando submetido a doses absorvidas de 0,37, 2,20 e 6,35 kGy de radiação de ^{60}Co e ao posterior tratamento térmico de 130°C durante 10 minutos, com espera à temperatura ambiente de 1 hora antes do respectivo tratamento; as medidas de $\Delta\text{DO} / x$ foram obtidas com o densitômetro e o espectrofotômetro respectivamente. A primeira medida da variação da densidade óptica por espessura da amostra foi realizada 20 minutos após o fim da irradiação e

antes de ser aplicado o tratamento térmico. Os dados apresentados correspondem à média de 4 amostras, com a respectiva incerteza associada às medidas.

Nas figuras 4.21 e 4.22 verifica-se um comportamento análogo para as três doses testadas em termos de estabilidade da resposta da amostra em função do tempo de armazenamento à temperatura ambiente, tanto nas medidas obtidas com densitômetro como com o espectrofotômetro.

Observa-se também que as incertezas associadas às medidas estão de acordo com os valores encontrados no teste de uniformidade de lote apresentado no item 4.2, o que demonstra que o tratamento térmico aplicado às amostras não altera a uniformidade de resposta das mesmas.

Após o estudo apresentado pode-se concluir que o tratamento térmico de 130°C durante 10 minutos indica ser o mais recomendável para ser aplicado aos materiais em estudo, pois além de ser o mais rápido, parece propiciar a destruição dos centros de cor instáveis responsáveis pela brusca queda inicial da resposta da amostra, evidenciando uma estabilidade de resposta aceitável, em função do tempo de armazenamento.

Os resultados obtidos para a estabilidade da resposta da amostra após ser submetida ao tratamento térmico citado acima, são similares àqueles encontrados em estudos realizados envolvendo vidros especiais de fosfato ativado com prata^[8]. Este fato ressalta a viabilidade do uso de vidros comerciais comuns na dosimetria de ⁶⁰Co no intervalo de resposta destes materiais, evitando o uso de materiais que requerem uma preparação sofisticada, como é o caso dos vidros especiais citados anteriormente.

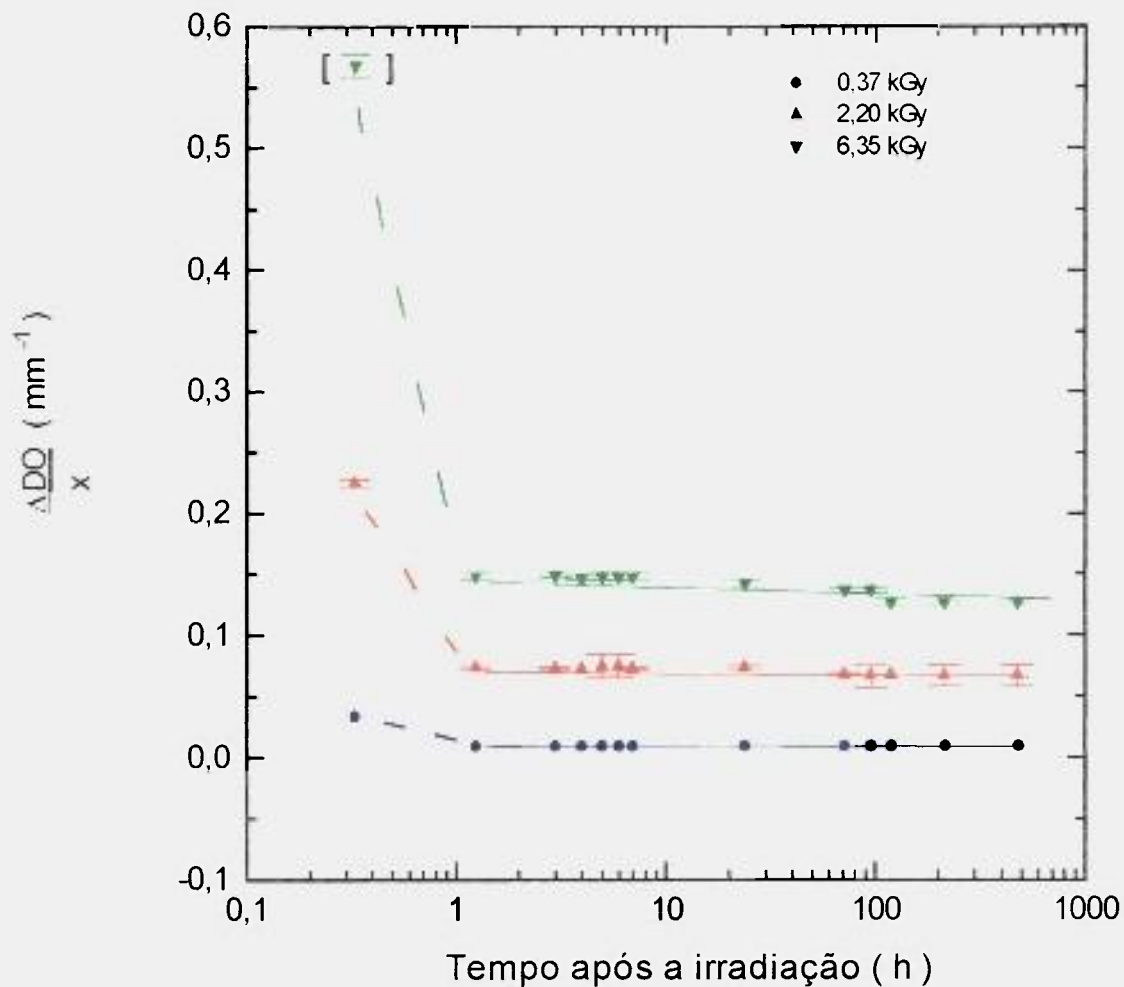


Figura 4.21 : Decaimento da resposta das amostras de vidro nacional (lote 4) irradiadas com ^{60}Co , após tratamento térmico de $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 10 minutos e armazenadas `a temperatura ambiente. Medias obtidas com densitômetro.

[▽], [Δ] e [•] Primeiras medidas antes da irradiação e antes do tratamento térmico.

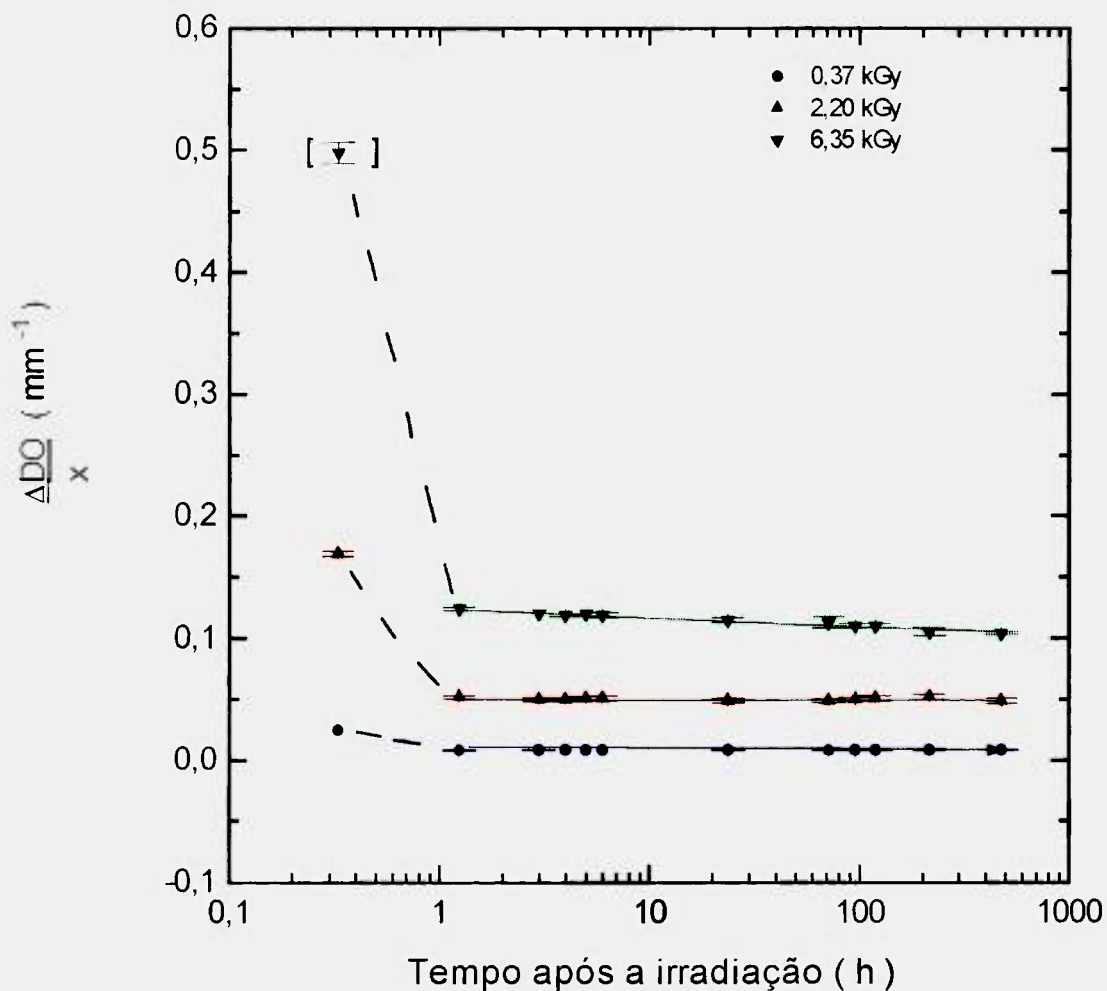


Figura 4.22 : Decaimento da resposta das amostras de vidro nacional (lote 4) irradiadas com ^{60}CO , após tratamento térmico de $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 10 minutos e armazenadas à temperatura ambiente. Medidas obtidas com espectrofotômetro.

[▽], [Δ] e [•] Primeiras medidas antes da irradiação e antes do tratamento térmico.

4.7 Aplicação : Irradiação de flores

Como aplicação do sistema dosimétrico proposto foi realizado um teste prático, em conjunto com o grupo de Irradiação de Alimentos da Coordenadoria de Aplicações na Engenharia e na Indústria (IPEN), que consiste na irradiação de flores com o objetivo de avaliar a sensibilidade destes materiais à radiação gama.

O teste foi realizado da seguinte forma: três grupos de flores foram submetidos à radiação de ^{60}Co tendo sido irradiados com doses absorvidas no ar de 200,0 , 400,0 e 600,0 Gy. Em cada grupo de flores foram colocadas 8 amostras de vidro nacional; as leituras subsequentes foram realizadas utilizando-se o densitômetro.

Neste teste não foi estabelecida nenhuma restrição quanto ao tempo, nem quanto à possibilidade de interrupções durante a irradiação; também não foi relevante fixar-se um tempo para as leituras das amostras após a irradiação.

As doses absorvidas foram determinadas através de um ajuste de reta obtida na parte linear da curva de calibração da figura 4.5, no intervalo de 100 Gy a 3,8 kGy.

Na tabela 4.2 são apresentados os dados e os resultados referentes ao teste realizado; pode-se verificar que os melhores resultados foram obtidos na determinação da dose absorvida correspondente a 400 e 600 Gy. A diferença percentual baixa obtida entre o valor da dose determinada e o valor da dose nominal de 0,8 e 0,3 % respectivamente, deve estar, provavelmente relacionado ao tempo de irradiação de 1h e 42 minutos para a dose de 400 Gy e de 2h e 32 minutos para 600 Gy, neste caso semelhante àquele adotado para a construção da curva da figura 4.5. Cabe, no entanto, ressaltar que a referida curva de calibração foi obtida sem interrupções no momento das irradiações. A maior dispersão foi observada no caso da dose de 200 Gy, fato também que deve estar

relacionado ao tempo de irradiação das amostras, neste caso, diferente do adotado na construção da citada curva de calibração, sendo de 51 minutos.

Os resultados do teste proposto mostram definitivamente a viabilidade do uso de vidros comuns nacionais na dosimetria de ^{60}Co apresentando diferenças entre as doses determinadas e as nominais de 7,7%, 0,8% e 0,3% para as doses de 200, 400 e 600Gy, respectivamente. Deve-se ainda enfatizar que o uso de uma curva de calibração para a determinação da dose absorvida, obtida em condições diferentes às quais o teste foi realizado, tais como tempo de irradiação fixado em 2,5 h, leitura das amostras após 20 minutos da irradiação e irradiações sem interrupções, não teve nenhuma consequência que pudesse desacreditar o sistema dosimétrico utilizado.

Tabela 4.2 : Dados referentes ao teste realizado na irradiação de flores com ^{60}Co , para mostrar a viabilidade do uso de vidros comuns nacionais na dosimetria de altas doses de ^{60}Co . Medidas obtidas com densitômetro.

Dose Absorvida Nominal (Gy)	Dose Absorvida Determinada (Gy)	Duração da Irradiação	Tempo de Interrupção da Irradiação	Tempo de Leitura Pós-irradiação	Dose Determinada Dose Nominal
200,0 ± 2,8	215,4 ± 3,9	51 min	0	25 min	1,077 ± 0,024
400,0 ± 5,6	396,8 ± 6,7	1 h e 42 min	10 min	1 h	0,992 ± 0,022
600,0 ± 8,4	602 ± 11	2 h e 32 min	19 min	25 min	1,003 ± 0,023

5 CONCLUSÕES

O vidro comum nacional e importado estudado neste trabalho apresentou um conjunto de características favoráveis à sua utilização como dosímetro de doses altas, pela técnica de medidas de densidade óptica, com densitômetro e espectrofotômetro, já que a possibilidade de reutilização, a repetitividade de resposta, a uniformidade do lote e a resposta à dose absorvida foram obtidas com resultados satisfatórios. Pode portanto ser utilizado em dosimetria de alguns processos por radiação como por exemplo na estimulação de mutações em sementes, na desinfestação e inibição de brotamento e ainda dentro de um intervalo de dose absorvida aplicada à purificação de águas, à pasteurização e reciclagem de rejeitos.

Deve-se salientar que para a obtenção de melhores resultados na determinação da dose absorvida, recomenda-se que a curva de calibração seja obtida dentro das condições reais de uso, pois a mesma depende das condições de irradiação e de leituras, bem como do tempo de espera entre a irradiação e as leituras. Neste trabalho foram apresentadas curvas de calibração mantendo-se constante o tempo de irradiação e curvas de calibração mantendo-se constante a taxa de dose absorvida; em ambos os casos as amostras foram mantidas à temperatura ambiente e sem a aplicação de qualquer tratamento térmico pós-irradiação.

O decaimento da resposta das amostras à temperatura ambiente, bastante pronunciado, tem que ser levado em conta na determinação das doses absorvidas, bastando para isto realizar-se as medidas de densidade óptica sempre após um intervalo de tempo pré-determinado, como foi o adotado neste trabalho ou, como alternativa para minimizar este fenômeno, recomenda-se o uso de algum tratamento térmico pós-irradiação como foi apresentado no item 4.6.3. Neste caso os melhores resultados foram obtidos mantendo-se as amostras à temperatura

ambiente durante 1 hora para posterior tratamento térmico de 130 °C durante 10 minutos. Este tipo de aquecimento permite a determinação da dose absorvida em quaisquer circunstâncias, como por exemplo em taxas de doses constantes ou não, já que o decaimento é quase totalmente eliminado, como pode ser visto nas Figuras 4.21 e 4.22. Além disto, evita-se a preocupação com o tempo decorrido entre o fim da irradiação e a leitura, permitindo desta forma a determinação da dose absorvida mediante o uso de curvas de calibração.

Cabe ainda mencionar que este tipo de dosímetro permite sua leitura utilizando-se tanto um espectrofotômetro como um densitômetro especial, oferecendo este último um custo operacional relativamente baixo. Nos dois aparelhos utilizados foi observado um comportamento similar para as amostras em estudo, em termos do aumento da resposta da amostra em função da dose absorvida; foram, entretanto, observadas diferenças quanto às doses mínimas detectáveis e aos valores das incertezas associadas às medidas.

Uma outra forma de utilização deste tipo de material é o de detector Sim/Não, devido à coloração que apresenta após a irradiação. Como o custo dos vidros comuns nacionais é muito baixo, poderiam até ser descartáveis, como a maioria dos detectores Sim / Não importados, com uma evidente vantagem econômica.

Pelo exposto acima, cabe ao usuário estabelecer as condições de uso deste material, se como dosímetro ou como detector de radiação, não esquecendo que para um funcionamento satisfatório como dosímetro, devem ser levadas em conta as condições de trabalho para a obtenção das curvas de calibração.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ABDEL-REHIM, F.; MAGED, A.F.; MORSY, M.A.; HASHAD, A.M. Muscle and plastic equivalent glass dosimeter for high dosimetry, **J. Radioanalyt. Nucl. Chem.**, v.140, n.1, p.103-110, 1990.
2. APPOURCHAUX, T.; GOURMELON, G.; JOHLANDER, B. Effect of gamma-ray irradiations on optical filter glass. **Opt.Eng.**, v.33, n.5, p.1659-1668, May, 1994.
3. ATTIX, F.H. **Introduction to radiological physics and radiation dosimetry**. London: John Wiley & Sons, 1986.
4. BECKER, K. **Solid state dosimetry**, p.272-289. Ohio: CRC, 1973
5. CALDAS, L.V.E. & SOUZA, C.N. High dose dosimetry using glass detectors in electron beams. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY: HIGH DOSE DOSIMETRY FOR RADIATION PROCESSING: **proceedings of the symposium on...held** in Vienna, 5-9 November, 1990. Vienna, 1991. p.93-99.
6. CALDAS, L.V.E. **Utilização de vidros como detectores de radiação para altas doses**. São Paulo: 1989. (IPEN-Pub-261).
7. CASES, R.; GRISCOM, D.L. On the structure of defect centers in γ -irradiated alkali silicate glasses. **Nucl. Instrum.Methods Phys.Res.**, v.B1, p.503-510, 1984.

8. DAVISON, S.; GOLDBLITH, A.S.; PROCTOR, E.B. Glass dosimetry. **Nucleonics**, v.14, n.1, p.34-39, January, 1956.
9. Del MASTRO, N.L.; VILLAVICENCIO, A.L.C.H. Impedance measurement of irradiated potatoes: a method to identify radiation processing. **Simposio de técnicas experimentais em física**, v.86, p. 257-264, são Paulo, SP, Novembro, 1992.
10. EWING, G.W. **Métodos instrumentais de análise química**. São Paulo: Edgard Blücher, 1971.
11. EZZ EL-DIN, F.M.; ABDEL RAHIM, F.; SHAFI, A.N.; EL-BATAL, H.A. Formation and decay of colour centers induced by gamma rays in alkali borate glasses containing iron. **Physics Chem.Glasses**, v.29, n.6, p.235-39, December, 1988.
12. EZZ EL-DIN, F.M.; ADEL-REHIM, F.; ABDEL-AZIM, A.A.; AHMED, A.A. Soda-line-silica glass for radiation dosimetry. **Med.Phys.**, v.21, n.7, p.1085-89, July, 1994.
13. EZZ EL-DIN, F.M.; EL-ALAILY, A.N.; EL-BATAL, A.H. Density and refractive index of some γ -irradiated alkali silicate glasses. **J.Radioanalyt.Nucl., Chem**, v.63, n.2, p.267-275, 1992.
14. FARRAR, H.IV Efforts to obtain international consensus on dosimetry standards for radiation processing. In : INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. **HIGH DOSE DOSIMETRY FOR RADIATION PROCESSING: proceeding of the symposium on...held** in Vienna, 5-9 November, 1990. Vienna, 1991. p.29.

15. GRISCOM, D.L. Defect structure of glasses. **J. Non-Crystalline Solids**, v.73, p.51-77, 1985.
16. **High dose dosimetry proceeding**, Int. symp. on high dose dosimetry (Vienna, 1984), IAEA, 1985.
17. KAPLAN, I. **Física nuclear**, p.331-346. Rio de Janeiro, RJ.: Guanabara Dois, 1978.
18. KHAN, M.F. **The physics of radiation therapy**. Baltimore, USA :Williams P. Wilkins, 1984.
19. KIKUCHI, K.O.; DEL MASTRO, N.L.; WIENDL, F.M. Preservative solution for gamma irradiated chrysanthemum cut flowers. **Radiat.Phys.Chem.**, v.46, n.4-6, p.1309-1311, 1995.
20. KIYOKO, L. **Aplicações de métodos químicos modificados em dosimetria das radiações**. São Paulo: 1994. Dissertação (Mestrado). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.
21. KNOLL, F.G., **Radiation detection and measurement**, p.63-67. New York, NY: John Wiley & Sons, 1979.
22. KREIDL, J.N.; BLAIR, E.G. A system of megaroentgen glass dosimetry. **Nucleonics**, v.14, n.1, p.56-60, 1956.
23. KREIDL, J.N.; BLAIR, E.G. Recent developments in glass dosimetry. **Nucleonics**, v.14, n.3, p.82-83, 1956.
24. LEVY, P.W. Radiation damage studies on non-metals utilizing measurements made during irradiation. **J.Phys.Chem.Solids**, v.52, n.1, p.319-349, 1991.

25. McLAUGHLIN, W.L. ; BOYD, A.W. ; CHADWICK, K.H. ; McDONALD, J.C. ; MILLER, A. ***Dosimetry for radiation processing***.
London: Taylor & Francis, 1989.
26. McLAUGHLIN, W.L. Novel radiation dosimetry systems. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. HIGH DOSE DOSIMETRY FOR RADIATION PROCESSING: ***proceedings of the symposium on...held*** in Vienna, 5-9 November, 1990. Vienna, 1991, p.3.
27. McLAUGHLIN, W.L. Standardization of high-dose measurement of electron and gamma ray absorbed dose and dose rates. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. HIGH DOSE DOSIMETRY FOR RADIATION PROCESSING: ***proceedings of the symposium on...held*** in Vienna, 5-9 November, 1990. Vienna, 1991, p.3.
28. MILLER, A. Role of dosimetry in quality control. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. HIGH DOSE DOSIMETRY FOR RADIATION PROCESSING: ***proceedings of the symposium on...held*** in Vienna, 5-9 November, 1990. Vienna, 1991. p.37.
29. MONK, S.G. Coloration of optical glass by high energy radiation. ***Nucleonics***, v.10, n.11, p. 52-55, 1952.
30. SCHULMAN, H.J.; COMPTON, D.W., ***Color centers in solids***.
Oxford: Pergamon, 1963.
31. STEVELS, M.J.; KATS, A. The effect of U.V. and X-ray radiation on silicate glasses, fused silica and quartz crystals. ***Philips Res.Rep.***, v.11, p.115-156, 1956.
32. SUN, K.H.; KREIDL, J.N. Coloration of glasses by radiation. ***Glass.Ind***, v.33, n.10, part (I, II, III), paginação irregular, October, 1952..

33. TESCH, K. Measurement of doses between 10^{-2} and 10^8 Gy with glass dosimeters. *Radiat.Prot.Dosim.*, v.6, n.1-4, p.347-349, 1992.
34. VAN VLACK, L.H. *Propriedades dos materiais cerâmicos*. ed. Universidade de São Paulo, São Paulo, 1973.
35. WONG, J.; ANGELL, C.A. *Glass structure by spectroscopy*. Dekker, New York, N.Y., 1976.
36. ZHENG, Z.; HONGGUI, D.; JIE, F.; DAOCHUAN, Y. Window glass as a routine dosimeter for radiation processing. *Radiat.Phys.Chem.*, v.31, n.4-6, p.419-423, 1988.