



AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE
DE SÃO PAULO

PADRONIZAÇÃO DO MÉTODO DE DOSIMETRIA DE DOSES
ALTAS PELA TÉCNICA DE RESSONÂNCIA
PARAMAGNÉTICA ELETRÔNICA

OCIMAR LUIZ GALANTE

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

Orientadora:
Dra. Leticia L.C. Rodrigues

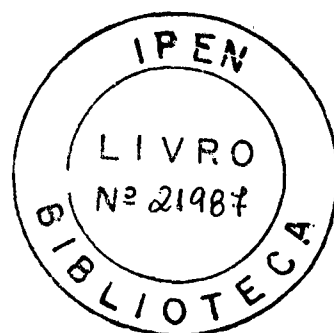
São Paulo
2000

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES

Autarquia associada à Universidade de São Paulo

PADRONIZAÇÃO DO MÉTODO DE DOSIMETRIA DE DOSES ALTAS PELA
TÉCNICA DE RESSONÂNCIA PARAMAGNÉTICA ELETRÔNICA

OCIMAR LUIZ GALANTE



Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do grau de
Mestre em Ciências na Área de Tecnologia
Nuclear – Aplicações.

Orientadora: Dra. Letícia L. C. Rodrigues

São Paulo

2000

À minha esposa Ana Maria
e à minha filha Flávia

AGRADECIMENTOS

À Dra. Letícia Lucente Campos Rodrigues, pela orientação, incentivo e pela confiança demonstrada durante todas as fases deste trabalho.

Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares na pessoa do Superintendente Dr. Cláudio Rodrigues pela oportunidade oferecida.

Ao CNPq pelo suporte financeiro.

Ao amigo MSc. Orlando Rodrigues Jr. pelas discussões e sugestões apresentadas durante o trabalho e também pela constante ajuda oferecida durante as realizações das medidas.

Ao amigo MSc. Ademar José Potiens Jr. pela ajuda e dicas oferecidas com o microcomputador.

Ao Dr. Alberto Saburo Todo pela colaboração e amizade demonstrada.

Ao Dr. Cleber Nogueira de Souza pelas irradiações com Raios X no Hospital das Clínicas de São Paulo - H. C.

À Dra. Maria da Penha Albuquerque Potiens pelas irradiações com Raios X no Laboratório de Calibração de Instrumentos do Departamento de Dosimetria das Radiações, NM-IPEN.

Aos engenheiros Elisabeth S. R. Somessari e Carlos Gaia da Silveira responsáveis pelas irradiações realizadas nas fontes de Cobalto-60 e no acelerador de elétrons do Centro de Tecnologia das Radiações CTR-IPEN.

À Dra. Bárbara M. Rzycki pelas sugestões e apoio.

À Dra Maria Teresa Lamy Freund e aos técnicos do Laboratório de Biofísica do Instituto de Física da Universidade de São Paulo pela possibilidade da realização das medidas com o espectrômetro de ressonância paramagnética eletrônica.

Meus agradecimentos estendem à todo o pessoal da biblioteca, laboratório de produção de materiais dosimétricos, professores e todas as pessoas que contribuíram direta ou indiretamente, dentro ou fora do IPEN, para a realização deste trabalho.

PADRONIZAÇÃO DO MÉTODO DE DOSIMETRIA DE DOSES ALTAS PELA TÉCNICA DE RESSONÂNCIA PARAMAGNÉTICA ELETRÔNICA

Ocimar Luiz Galante

RESUMO

Este trabalho apresenta o desenvolvimento de um sistema dosimétrico padrão para dosimetria de doses altas baseado na alanina como detector de radiação e a Ressonância Paramagnética Eletrônica (RPE) como técnica de medida. O dosímetro consiste de um porta-detector cilíndrico construído em polietileno de alta densidade e de um elemento detector de DL-alanina comercialmente disponível. Para a construção do elemento detector foram testados como agregantes para a alanina diferentes materiais como parafina e solução de acetato de polivinila (pva) e utilizados tubos plásticos, onde a alanina é encapsulada, compactada e selada. Foram realizados testes de desempenho do dosímetro tais como: avaliação do sinal em função da dose, decaimento do sinal, limite mínimo de detecção, reprodutibilidade e dependência energética do sinal RPE.

Os resultados obtidos confirmaram a aplicabilidade do dosímetro proposto na dosimetria de doses altas.

STANDARDIZATION OF THE METHOD OF DOSIMETRY OF HIGH DOSES FOR THE TECHNIQUE OF ELETRONIC PARAMAGNETIC RESONANCE

Ocimar Luiz Galante

ABSTRACT

This work presents the development of a standard dosimetric system for high doses assessment based on alanine as radiation detector and electron paramagnetic resonance (EPR) as measurement technique. The developed system consists of a cylindrical container built in polyethylene of high density and the detector element based on DL-alanina commercially available. For the detector preparation materials such as paraffin and polyvinyl acetate solution (pva) were tested as binding materials and a polyethylene tube of low density, where the pure alanine was encapsulated, compacted and sealed, was used. Type tests such as evaluation of the sign as a function of the dose, fading, lowest detection limit, reproducibility and energy dependence of the sign EPR, were performed.

The obtained results show the aplicability of the proposed dosimeter for high doses dosimetry.

SUMÁRIO

	Página	
1	INTRODUÇÃO	1
1.1	Considerações gerais	1
1.2	Histórico	4
1.3	Objetivo	6
2	CONCEITOS DE DOSIMETRIA	7
2.1	Grandezas dosimétricas	7
2.2	Considerações sobre as propriedades de um dosímetro	9
2.3	Classificação dos dosímetros	12
3	RESSONÂNCIA PARAMAGNÉTICA ELETRÔNICA (RPE)	14
3.1	Princípios	15
3.2	Interação spin-rede	18
3.3	Tratamento clássico da RPE	20
3.4	Interação Hiperfina	23
3.5	Princípio de funcionamento de um espectrômetro de RPE	24
3.6	Fator de desdobramento Espectroscópico ou fator "g"	26
3.7	Amostra Padrão	26

4	AMINOÁCIDOS	28
4.1	Obtenção dos aminoácidos	29
4.2	Isomeria óptica	30
4.3	Separação dos enantiomorfos da mistura racêmica	32
4.4	Propriedades químicas e físicas	33
4.5	Aplicação de aminoácidos em dosimetria	34
4.5.1	Produção de radicais livres	34
4.5.2	A Alanina como dosímetro	35
5	MATERIAIS E MÉTODOS	38
5.1	Materiais utilizados	38
5.1.1	Alanina	38
5.1.2	Agregantes	38
5.1.3	Encapsulantes	39
5.1.4	Porta-detector	39
5.1.5	Detector	40
5.1.6	Tubo de Quartzo	41
5.1.7	Matriz	41
5.2	Equipamentos utilizados	43
5.2.1	Prensa	43
5.2.2	Estufa	43
5.2.3	Balança Analítica	43
5.2.4	Espectrômetro de Ressonância Paramagnética Eletrônica	43
5.2.5	Fontes de ⁶⁰ Co	44
5.2.5.1	Tipo Panorâmica	44
5.2.5.2	Tipo Câmara	44
5.2.6	Acelerador de elétrons	45
5.2.7	Aparelhos de Raios X	45
5.2.8	Fonte de ¹³⁷ Cs	47
5.3	Método de preparação dos detectores	47
5.3.1	Padronização do método de preparação dos detectores	47

5.3.1.1	Detectores em tubete plástico	48
5.3.1.2	Detectores de alanina/parafina	48
5.3.1.3	Detectores de alanina/pva	49
5.4	Método de irradiação	50
5.4.1	Fonte Panorâmica	50
5.4.2	Fonte Gammacell	51
5.4.3	Aparelhos de Raios X	52
5.4.4	Acelerador de elétrons	52
5.4.5	Fonte de ^{137}Cs	53
5.5	Método de leitura dos detectores	53
6	RESULTADOS E DISCUSSÕES	55
6.1	Influência da forma de preparação dos detectores	55
6.1.1	Tubete	55
6.1.2	Alanina/parafina	55
6.1.3	Alanina/pva	56
6.2	Análise da resposta RPE dos detectores	56
6.2.1	Tubetes plásticos irradiados vazios	56
6.2.2	Detectores produzidos com os tubetes de polietileno e polipropileno	57
6.2.2.1	Dependência do sinal RPE com a massa de alanina	58
6.2.3	Detectores produzidos com tubete de polietileno, ala/pva e ala/parafina com 30 mm de comprimento	59
6.3	Testes de desempenho do dosímetro utilizando os detectores de tubete de polietileno contendo alanina	61
6.3.1	Dependência do sinal RPE com o posicionamento do detector na cavidade ressonante	61
6.3.2	Dependência do sinal RPE com o ângulo de rotação do detector na cavidade ressonante	62
6.3.3	Dependência do sinal RPE com a potência de microondas	63
6.3.4	Efeito de choque mecânico no sinal RPE	64

6.3.5	Reprodutibilidade	65
6.3.5.1	Reprodutibilidade do lote	65
6.3.5.2	Reprodutibilidade do sistema de leitura	65
6.3.6	Dependência do sinal RPE com o tipo de radiação incidente	65
6.3.7	Dependência do sinal RPE com a taxa de dose aplicada	66
6.3.8	Teste de decaimento do sinal RPE em função do tempo e da condição de armazenamento	67
6.3.9	Dependência energética do sinal RPE	70
6.3.10	Curva dose-resposta	71
6.3.11	Limite mínimo de detecção	72
6.4	Teste de confiabilidade do sistema dosimétrico	72
6.5	Intercomparação com o programa IDAS	72
7	CONCLUSÕES	74
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	75

1 INTRODUÇÃO

1.1 Considerações Gerais

A utilização da radiação ionizante nas aplicações médicas teve início com a descoberta dos raios X por Röntgen em 1895, em particular, nas aplicações em radioterapia, iniciando assim a dosimetria das radiações com o objetivo de prever e reproduzir os resultados clínicos [30].

Em muitos casos, o uso controlado da radiação ionizante faz com que reações químicas sejam aceleradas, melhorando a qualidade de produtos naturais e sintéticos. Esta prática vem sendo utilizada em várias áreas da atividade humana [35].

O processamento industrial de materiais utilizando radiação é uma atividade relativamente recente, foi iniciado na metade dos anos 50, e continua se desenvolvendo. A esterilização de produtos médicos estabeleceu-se completamente durante os anos 70. Um processo muito importante, e que continua em expansão, é o processamento de polímeros, que introduz novas aplicações ano a ano. Uma terceira aplicação em larga escala, e muito promissora, é o tratamento de alimentos, que têm sido profundamente estudado [10].

A aplicação de fontes intensas de radiação no processamento industrial está crescendo numa proporção aproximada de 20% ao ano. Atualmente, a radiação ionizante está sendo amplamente usada para fornecer,

com segurança, materiais médicos esterilizados e em um grande número de outras atividades [51].

As principais aplicações industriais da radiação podem ser exemplificadas pela [55]:

- esterilização bacteriológica de produtos farmacêuticos e também para o uso médico;
- irradiação de alimentos para a inibição da germinação, desinfestação, pasteurização e esterilização;
- polimerização induzida por radiação; modificação de polímeros para induzir a reticulação, copolimerização ou degradação.

O controle da dose absorvida pelo material irradiado garante o padrão de qualidade dos processos de irradiação. Isto tem exigido o desenvolvimento de novos materiais e métodos dosimétricos onde se utilizam doses altas e taxas de doses elevadas, diferentes dos aplicados em Proteção Radiológica, que envolve a detecção de doses baixas.

A dosimetria das radiações tem como objetivo a determinação da dose absorvida resultante das interações da radiação ionizante com o meio. Para isto se utilizam os dosímetros, que são dispositivos com a capacidade de fornecer informações que estejam relacionadas à dose absorvida [35].

Para a dosimetria de doses altas podem ser empregados métodos físicos e químicos.

Dentre os métodos físicos citam-se [35]:

- **Calorímetros** – semi-adiabático, adiabático, de água e de poliestireno.
- **Câmaras de ionização** – ar livre, cavitária, dedal, placas paralelas e de extrapolação.
- **Semicondutores** – barreira de superfície, germânio-lítio, germânio hiper-puro e diodo de silício.

Entre os métodos químicos encontram-se sistemas sólidos, líquidos e gasosos. Como exemplo citam-se:

- **Sólidos** - filmes fotográficos; triacetato de celulose (CTA); polimetilmetacrilato (PMMA); dosímetros termoluminescentes; materiais cristalinos orgânicos (aminoácidos) [35].
- **Líquidos** - dosímetro Fricke ou dosímetro sulfato-ferroso; dosímetro sulfato ferroso-cúprico; dosímetro sulfato-cérico; dosímetro dicromato.
- **Gasosos** - óxido nitroso; dissulfeto de hidrogênio; etileno.

As técnicas de medida mais empregadas são a espectrofotometria, termoluminescência e a ressonância paramagnética eletrônica.

1.2 Histórico

A ressonância paramagnética eletrônica (RPE), também conhecida como ressonância de spin eletrônico (RSE), é uma técnica que vem sendo muito utilizada na dosimetria de doses altas das radiações gama, X, de nêutrons e de elétrons, dosimetria de acidentes, datação arqueológica e geológica, caracterização de materiais e análise de radicais.

Entre os vários aminoácidos estudados por Gordy e colaboradores (1955) utilizando a técnica de ressonância paramagnética eletrônica (RPE), a alanina apresentou um espectro bem resolvido e um grande número de radicais livres formados por unidade de dose absorvida e, em razão destas características, a alanina passou a ser estudada como dosímetro [23].

Bradshaw e colaboradores (1962) propuseram um dos primeiros trabalhos utilizando a alanina como dosímetro. O dosímetro consistia de um tubo de polietileno com 1 cm de diâmetro e 2 a 4 cm de comprimento preenchido com alanina e selado. Entretanto, por causa das dimensões do dosímetro não serem compatíveis com a da cavidade do espectrômetro de ressonância paramagnética eletrônica utilizado, a amostra foi transferida para outro recipiente com dimensões menores, a fim de ser efetuada a leitura. Em virtude deste problema, Bradshaw não mais utilizou o tubo de polietileno preenchido com alanina como um dosímetro [14].

Regulla e colaboradores (1981) relataram que amostras cilíndricas de alanina agregada com parafina ou poliestireno foram desenvolvidas para serem usadas como dosímetros de rotina para irradiação industrial, e, em razão da sua robustez, elas são usadas como dosímetros de referência e enviadas pelo correio como um serviço oferecido por muitos laboratórios [41, 43].

Muitos dosímetros contendo alanina têm sido utilizados por vários pesquisadores, em várias formas e variando-se os materiais agregantes, pois, a alanina quando prensada na forma pura não apresenta boa resistência mecânica.

A bibliografia relata a confecção de dosímetros de alanina em diversas formas:

- **cilíndrica:** Bermann e colaboradores, 1971; Regulla e colaboradores, 1981; Regulla e Deffner, 1982 e 1985; Shneider e colaboradores, 1985 e Hansen e colaboradores, 1987 [11, 12, 26, 29, 31, 43, 44, 45, 49].
- **bastão:** Regulla e colaboradores, 1981; Bartollota e colaboradores, 1985 e Kojima e colaboradores, 1982 [12, 29, 32].
- **pastilhas:** Kojima e colaboradores, 1986 [29, 32].
- **filmes:** Instituto de Pesquisa Nuclear, Rez, República Tcheca. [29].

Neste trabalho foi estudada a alanina, em diversas formas, como elemento detector, e foram analisadas as características do dosímetro de alanina na forma que apresentou melhores resultados quanto ao processo de fabricação e desempenho, utilizando a técnica de RPE.

1.3 Objetivo

O objetivo deste trabalho é o desenvolvimento de um dosímetro padrão, usando alanina como elemento detector, para utilização em dosimetria de doses altas pela técnica de ressonância paramagnética eletrônica (RPE).

2 CONCEITOS DE DOSIMETRIA

2.1 Grandezas dosimétricas

A dosimetria das radiações, ou simplesmente dosimetria, trata da medida da dose absorvida ou da taxa de dose absorvida, resultante da interação da radiação ionizante com a matéria. Mas, no geral, isto se refere à determinação, por medidas ou cálculos, das grandezas dose absorvida e taxa de dose absorvida [9, 33].

➤ **Dose Absorvida (D):** é o quociente de $d\bar{\epsilon}$ por dm , onde $d\bar{\epsilon}$ é a energia média depositada pela radiação ionizante na matéria em um elemento de volume e dm é a massa da matéria naquele elemento de volume.

$$D = \frac{d\bar{\epsilon}}{dm}$$

A energia média cedida, $\bar{\epsilon}$, é o valor esperado da energia cedida ϵ .

A grandeza dose absorvida é capaz de abranger todos os tipos de radiação diretamente ou indiretamente ionizante.

As unidades de dose absorvida são:

Sistema internacional: J kg^{-1}

Unidade antiga: rad ($1 \text{ rad} = 10^{-2} \text{ J kg}^{-1}$)

Unidade restrita: Gray (Gy) ($1 \text{ Gy} = 1 \text{ J kg}^{-1}$)

A determinação correta da dose absorvida pelo material irradiado é de grande importância, principalmente na utilização de radiações ionizantes tanto em processos industriais como em terapias, pois dela dependerá o sucesso das aplicações.

A dose absorvida depende de alguns parâmetros importantes como a atividade e a geometria da fonte, a distância do produto em relação à fonte, o tempo de irradiação, a composição e a densidade do produto e até da geometria do produto [5].

- **Taxa de dose absorvida (\dot{D}):** é o quociente de dD por dt , onde dD é o incremento de dose absorvida no intervalo de tempo dt .

$$\dot{D} = \frac{dD}{dt}$$

As unidades de Taxa de Dose Absorvida são:

Sistema internacional: $\text{J kg}^{-1} \text{ s}^{-1}$

Unidade antiga: rad s^{-1}

Unidade restrita: Gy s^{-1}

A dosimetria das radiações tem um papel fundamental nos processos de irradiação quando conduzidos dentro das exigências das normas. A otimização do processo nos leva inicialmente a um sucesso científico e posteriormente financeiro.

2.2 Considerações sobre as propriedades de um dosímetro

Em 1977 a Agência Internacional de Energia Atômica (IAEA) implantou um programa científico de padronização da dosimetria de doses altas com os objetivos de:

- recomendar a aplicação de técnicas de dosimetria nas instalações de doses altas;
- padronizar a dose e garantir o serviço em escala internacional;
- recomendar que a dosimetria seja a forma de controle da qualidade nos processos de irradiação;
- apoiar o desenvolvimento de novas técnicas dosimétricas.

O programa IDAS (Serviço Internacional de Garantia da Dose) foi criado em 1985 com o objetivo de qualificar a dosimetria das instalações de irradiação, assegurando e garantindo que o valor da dose seja rigorosamente correto e confiável. Instalações que operam com doses entre 10 Gy e 100 kGy são convidadas a participar do programa de intercomparação.

Por razões práticas, os programas de padronização foram definidos pela IAEA para doses entre 10 Gy e 100 kGy. Desta forma foram subdivididos em três intervalos [40]:

- | | |
|-----------------------------|-----------------|
| - intervalo de doses baixas | 10 Gy – 3 kGy |
| - intervalo de doses médias | 1 kGy – 10 kGy |
| - intervalo de doses altas | 5 kGy – 100 kGy |

A implementação da dosimetria de doses altas no processamento por radiação requer um planejamento bem analisado e definido das várias funções da dosimetria [35]:

- A medida correta da dose; que conduzirá ao sucesso do processamento.
- A rastreabilidade e a calibração correta dos padrões; usando dosímetros de referência.
- A validação do processo; incluindo a fixação de doses para satisfazer as especificações do processo.
- A qualificação do processo; incluindo o estabelecimento das localizações e os valores de doses máximas e mínimas.
- A verificação do processo; pela coordenação da dosimetria de rotina e o monitoramento dos parâmetros do processo.

Ao planejar ou administrar um processo por um determinado meio de radiação (ex: gama, elétrons, etc), a otimização da dosimetria em cada um dos estágios será diferenciada dependendo do tipo de processo, às vezes, é necessário utilizar sistemas dosimétricos diferentes [34].

Para um sistema dosimétrico específico, alguns fatores afetam a detecção e a precisão dos dosímetros e, desta maneira, contribuem para incertezas na medida da dose absorvida.

Em virtude de uma diversidade enorme de tipos de dosímetros, que abrangem um grande número de aplicações, não é possível quantificar

potenciais incertezas para cada tipo específico de dosímetro, em geral os possíveis fatores que influenciam a detecção precisa da radiação são [6]:

- Variação na resposta de um grupo de dosímetros irradiados com o mesmo nível de dose.
- Variação na espessura ou massa de cada dosímetro.
- Análise da instrumentação do sistema dosimétrico (ex: variação na leitura, comprimento de onda, etc).
- Reprodutibilidade da dose absorvida.
- Correção do decaimento da fonte de radiação.
- Estabilidade de resposta do dosímetro.

Um material para ser empregado com sucesso na dosimetria das radiações deve apresentar algumas propriedades dosimétricas que são consideradas fundamentais, dentre elas, a linearidade, a estabilidade e a reprodutibilidade da resposta [5, 20].

Linearidade: o dosímetro deve apresentar uma sensibilidade adequada em um determinado intervalo de dose absorvida, fornecendo resposta linear dentro de limites estabelecidos, facilitando os cálculos e a interpretação dos resultados.

Estabilidade: o dosímetro deve ser o mais insensível possível a mudanças externas das condições ambientais, ou fornecer caminhos que permitam a correção dos erros causados por essas mudanças. A estabilidade de um

dosímetro é afetada pela alteração, ou não, da resposta do dosímetro em função do tempo decorrido entre a irradiação e a leitura.

Reprodutibilidade: a reprodutibilidade está relacionada com os conceitos de precisão e exatidão, pois, precisão é o quanto uma medida é reprodutível, isto é, está relacionada com a concordância das medidas entre si, ou seja, quanto maior a dispersão dos valores, menor a precisão e, quanto maior a grandeza dos desvios, menor a precisão. Exatidão é a medida mais próxima da verdadeira, relacionada com o método. A exatidão está relacionada com o erro absoluto, isto é, com a proximidade do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza, portanto, a exatidão está relacionada com a veracidade das medidas.

Um material para ser usado como um sistema dosimétrico deve ser de fácil obtenção e de manuseio simples, ter custo inicial e operacional satisfatório e apresentar propriedades de absorção semelhantes às daquelas dos produtos irradiados [20].

2.3 Classificação dos dosímetros [35]

1 - Dosímetros primários ou de referência: São aqueles capazes de medir a dose absorvida diretamente, ou uma grandeza física que possa ser associada com a dose absorvida, sem a necessidade de calibração em feixes de radiação conhecidos. Tem a qualidade metrológica mais alta e são reconhecidos como tais pelas autoridades nacionais e internacionais.

2 - Dosímetros padrão de referência: São dosímetros de qualidade metrológica alta, que fazem parte do acervo da instalação de irradiação, e são

coincidentes com os padrões primários nacionais (calibrados por dosímetros primários em laboratório de padronização internacional).

3 - Dosímetros de campo ou de transferência: São dosímetros suficientemente precisos e estáveis e são calibrados por um dosímetro de referência. Podem ser usados para calibrar a resposta característica dos dosímetros de rotina. São também usados como **dosímetros secundários**.

4 - Dosímetros de rotina: São sistemas padronizados, usados de forma rotineira nas unidades de irradiação. Estes dosímetros devem ser freqüentemente calibrados por dosímetros de transferência. São usados para a monitoração das irradiações, garantindo a qualidade.

5 - Dosímetros terciários: São os que fornecem uma estimativa da dose absorvida. São classificados como terciários os corantes químicos que dão origem aos materiais dosimétricos que mudam de cor quando irradiados ou com o aumento da dose.

3 RESSONÂNCIA PARAMAGNÉTICA ELETRÔNICA (RPE)

Este método analítico, que foi descoberto em 1945 por Y.K. Zavoisky, tem sido muito utilizado por apresentar vantagens em relação a outros métodos. É comumente usado em processos envolvendo radiações ionizantes tais como: dosimetria das radiações com alanina; controle da irradiação de alimentos; datação arqueológica e geológica; dosimetria de acidentes e dosimetria de irradiação industrial [36, 42, 54].

A técnica de ressonância paramagnética eletrônica detecta elétrons desemparelhados armadilhados na rede cristalina. Os elétrons armadilhados são medidos por espectroscopia de absorção de microonda, e a intensidade do sinal RPE é proporcional à dose absorvida. A natureza não destrutiva da detecção de RPE permite o estudo de espécies armadilhadas em amostras biológicas [28] tais como ossos [18], tecidos, remédios, dentes [46], cabelos, unhas e pele seca. Os materiais inorgânicos mais utilizados são o MgO:Mn^{2+} , estalactites, estalagmites, corais, conchas, hidroxiapatita, minerais, quartzo e $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}^{3+}$ (rubi), os orgânicos são os aminoácidos e os açúcares.

As vantagens que esta técnica apresenta são: informação cumulativa com a dose; leitura não destrutiva; alta sensibilidade; facilidade de manuseio; boa reprodutibilidade; pequeno decaimento do sinal; grande intervalo de linearidade; pequena dependência energética; permite o uso de materiais orgânicos, uma vez que a medida é feita em temperatura ambiente ou do nitrogênio líquido.

Como desvantagens pode-se citar o alto custo do equipamento de ressonância paramagnética eletrônica e o fato dos materiais orgânicos não poderem ser reutilizados, uma vez que não podem sofrer tratamento térmico a temperaturas altas para eliminar o sinal.

3.1 Princípios

As substâncias que apresentam paramagnetismo são aquelas que contém elétrons cujos momentos magnéticos não estão cancelados, isto é, os átomos, íons ou moléculas que contém um número ímpar de elétrons, portanto, estão desemparelhados [20, 42].

Quando uma amostra é colocada em um campo magnético, a absorção ressonante de microondas em tal sistema é chamada RPE, e os elétrons desemparelhados são convenientemente detectados por esta técnica. As moléculas e os átomos apresentam estados distintos, cada um com uma energia correspondente. Com a técnica de espectroscopia com RPE é possível medir e interpretar as diferenças de energia entre os estados atômicos e moleculares [20, 42, 54].

As propriedades fundamentais de um elétron são massa, carga, momento angular intrínseco e momento magnético. O momento angular intrínseco é também conhecido como spin e é representado pelo símbolo S .

O momento magnético de um elétron tendo spin S é expresso por:

$$\vec{\mu} = -g \cdot \beta \cdot \vec{S} = \gamma \cdot \hbar \cdot \vec{S} \quad (1)$$

onde $\beta = e.\hbar/2.m.c$ é o magnéton de Bohr cujo valor é $0,927320 \times 10^{20}$ erg/gauss, $\gamma = e/2.m.c$ é a razão giromagnética, e g é o fator de desdobramento espectroscópico, que é igual a 2,002319 para um elétron livre.

As diferenças de energia são predominantemente causadas pela interação dos elétrons desemparelhados com o campo magnético produzidas pelo magnéton no laboratório, este efeito é chamado de efeito Zeeman.

Ao aplicar um campo magnético \vec{H}_0 , os spins se quantificam tomando os valores possíveis: $m_z = 1/2$ e $m_z = -1/2$, isto é, se alinham paralelos ou antiparalelos ao campo aplicado [1, 13, 20].

Nas interações entre o elétron e o campo magnético a energia que aparece é dada pela *Hamiltoniana*:

$$H = -\vec{\mu} \cdot \vec{H}_0 \quad (2)$$

Os elétrons em um campo magnético podem ter duas energias, como mostram as equações 3 e 4 e a figura 1 [8, 20, 28, 35]:

$$E_+ = +1/2.g.\beta.H_0 \quad \text{para } m_z = 1/2 \quad (3)$$

$$E_- = -1/2.g.\beta.H_0 \quad \text{para } m_z = -1/2 \quad (4)$$

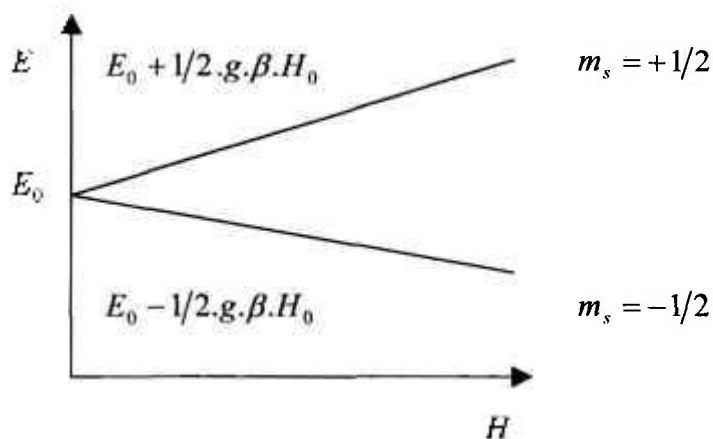


Figura 1 - Efeito de um campo magnético sobre a energia de um elétron desemparelhado [42].

A aplicação de um campo magnético cria dois níveis de energias e transições de um nível para outro podem ser induzidas se a diferença de energia $\Delta E = g \cdot \beta \cdot H_0$ é fornecida ao sistema. Dois métodos podem ser aplicados ao espectrômetro: um com campo magnético constante variando a frequência da radiação eletromagnética (microondas) e outro mantendo a frequência da radiação eletromagnética constante e variando o campo magnético, este último método é o que apresenta melhor desempenho. Um pico na absorção ocorrerá quando o campo magnético ajustar os dois níveis de spin e quando a diferença de energia igualar à energia da radiação. Este campo é chamado de campo de ressonância. A absorção de energia é normalmente registrada como a primeira derivada da curva de absorção por causa do próprio sistema de detecção do sinal. As formas da curva de absorção e de sua primeira derivadas são mostradas na figura 2.

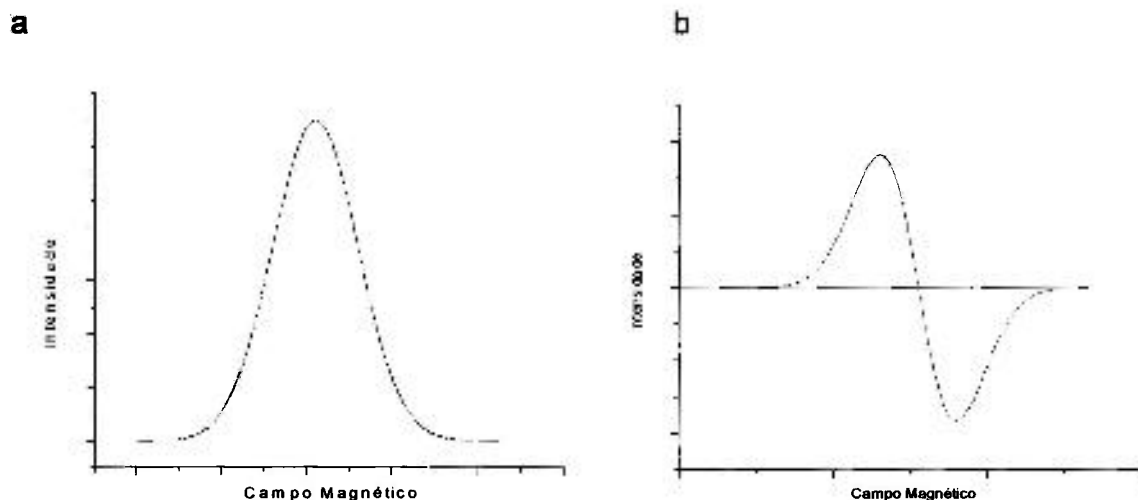


Figura 2 - (a) Pico de absorção típico

(b) 1ª derivada do pico de absorção típico [42].

3.2 Interação spin-rede

A aplicação de um campo magnético oscilante produz transições entre os níveis mostrados na figura 1. Ocorre absorção de energia quando o elétron desemparelhado é promovido de um nível inferior para um superior, ou então, ocorre emissão de energia quando a transição ocorre do nível superior para o nível inferior. A absorção ocorre por causa do fato que, no equilíbrio térmico existe um número maior de spins no nível inferior. Essa relação é dada pelo fator de Boltzmann, $e^{(-g \cdot \beta \cdot H / k \cdot T)}$. À temperatura ambiente e um campo de 3000 G o valor é igual a 1,001. Como ocorre mais absorção de energia do que emissão pode-se então pensar que, em certo momento, isto levaria a cessar as absorções, quando ocorresse a transição de todos os elétrons. O que acontece é que os spins estão em contato com reservatórios térmicos na sua vizinhança (rede cristalina) o que tende a manter a diferença na população.

A diferença de população pode ser expressa de forma quantitativa do seguinte modo:

$$n = N \downarrow - N \uparrow \quad (5)$$

onde $N \downarrow$ e $N \uparrow$ são os números de elétrons com spin de nível inferior e superior, respectivamente.

A taxa de transição de n é dada pelo campo de microondas e pela rede:

$$\frac{dn}{dt} = \left. \frac{dn}{dt} \right|_{\text{microonda}} + \left. \frac{dn}{dt} \right|_{\text{rede}} \quad (6)$$

Se $P(\downarrow \uparrow)$ é a probabilidade de que as microondas induzam transições do nível superior para o inferior, a teoria da perturbação mostra que $P(\uparrow \downarrow) = P(\downarrow \uparrow) = P$, então:

$$\left. \frac{dn}{dt} \right|_{\text{microonda}} = -2Pn \quad (7)$$

O equilíbrio térmico produzido é dado na equação 8 e a velocidade com que a rede restaura a diferença na população é dada pela força de acoplamento do spin à rede. Este acoplamento é descrito pelo tempo de relaxação "spin-rede" T_1 .

$$\left. \frac{dn}{dt} \right|_{\text{rede}} = (n_0 - n) \frac{1}{T_1} \quad (8)$$

A taxa total de variação é:
$$\frac{dn}{dt} = -2.P.n + (n_0 - n) \frac{1}{T_1} \quad (9)$$

Para a situação de equilíbrio $\frac{dn}{dt} = 0$ então:

$$n = n_0 \frac{1}{1 + 2.P.T_1} \quad (10)$$

Quando ocorrem transições com taxas muito superiores a $1/T_1$, isto é, $P \gg 1/T_1$, ocorre a saturação e a população dos dois níveis tende a ser exatamente igual. Em RPE este efeito é chamado de “saturação de microondas” e pode ser evitado pela redução da potência de microonda incidente.

Visto que o sinal RPE, ou seja, a potência absorvida do campo de microonda é proporcional a n , grandes erros podem ser cometidos quando se deseja estimar o número de centros paramagnéticos trabalhando sob condições de saturação. Assim, o aumento da potência de microonda para elevar a sensibilidade é limitada pela saturação do sinal.

3.3 Tratamento clássico da RPE

Os fenômenos da ressonância paramagnética podem ser mostrados por equações clássicas.

Nos elétrons livres independentes que possuem um momento magnético $\vec{\mu}$ quando estão na ausência de um campo magnético \vec{H}_0 os spins estão orientados aleatoriamente, mas tenderão a se orientarem na direção de um campo magnético aplicado, por exemplo, se for a direção z, eles tenderão a um alinhamento nessa direção, precessionando em torno do eixo z com uma frequência característica ω_0 (frequência de Larmor), como mostrado na figura 3.

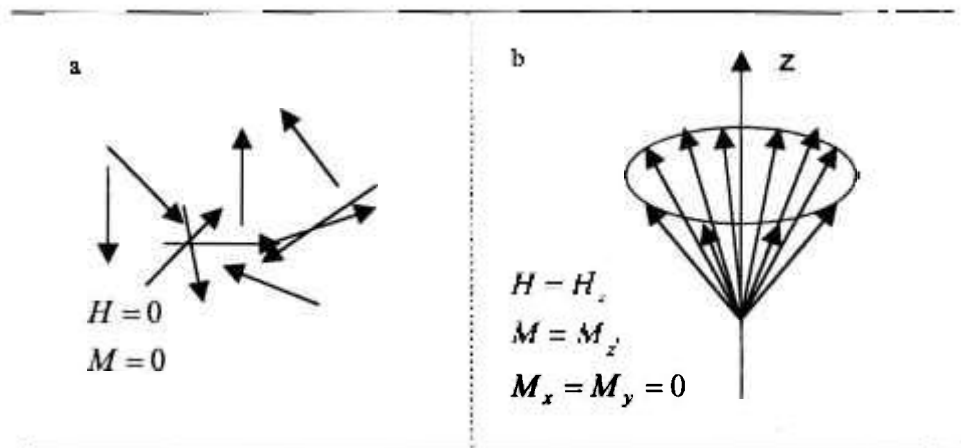


Figura 3 - (a) Orientação aleatória dos spins na ausência de campo magnético. (b) Precessão dos spins em torno do eixo z quando é aplicado um campo magnético [1, 42].

A interação de $\vec{\mu}$ com \vec{H}_0 resulta em um torque $\vec{\tau}$, que atua para produzir uma mudança no momento angular de spin e é dado por [1, 20, 42]:

$$\vec{\tau} = \vec{\mu} \times \vec{H}_0 \quad (11)$$

A equação do movimento para um elétron em um campo magnético é dada por:

$$\frac{d\vec{S}}{dt} = \vec{\tau} \quad (12)$$

$$\text{Em um sistema fixo de laboratório: } \frac{d\vec{\mu}}{dt} = \gamma \vec{\mu} \times \vec{H}_0 \quad (13)$$

Quando se tem N dipolos por unidade de volume, a magnetização \vec{M} que é o momento magnético por unidade de volume, é dada simplificada por :

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = \vec{M} \times \vec{H}_0 \quad (14)$$

A magnetização tem movimento de precessão com velocidade angular constante $\omega_0 = \gamma \vec{H}_0$, como mostra a figura 4. Visto que α é constante, a energia do sistema permanece inalterada, ou seja, não existe absorção de energia neste processo.

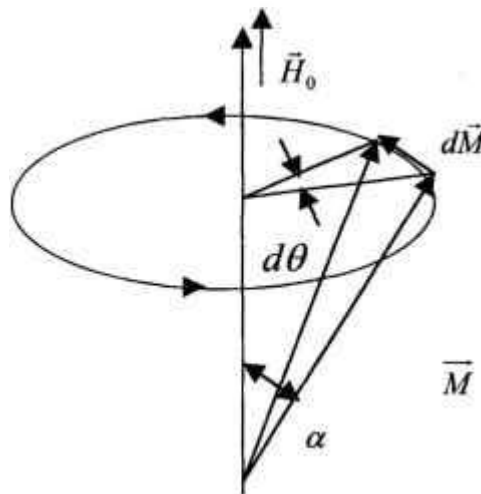


Figura 4 - Precessão do momento magnético \vec{M} em um campo magnético [1, 42].

Mudando o ângulo α , isto é, inclinando a magnetização, a absorção pode ocorrer. Para tanto, aplica-se um campo magnético alternado na frequência de Larmor e perpendicular ao campo externo \vec{H}_0 . Este campo em sincronismo com a precessão da magnetização produzirá um torque $\vec{M} \times \vec{H}_0$ que tenderá a mudar o ângulo α .

Quando a magnetização for girada em 180° o processo de absorção não mais poderá continuar, pois, o ângulo α começará a diminuir. Para continuar a absorção é necessário que a magnetização interaja com o ambiente externo (reservatório de calor – a rede).

Quando se inclina a magnetização, o valor de sua componente M_z sai do valor de equilíbrio M_0 (equivalente a mudança nas populações $N \downarrow$ e $N \uparrow$). O valor de equilíbrio da componente de z da magnetização tenderá a ser restaurado pela rede com uma taxa proporcional a $1/T_1$, T_1 é chamado de tempo de relaxação spin-rede.

As componentes x e y da magnetização são zero no equilíbrio térmico e decaem sem um acoplamento com a rede com um tempo T_2 (tempo de relaxação spin – spin) que é um pouco menor que T_1 [1, 20, 42].

3.4 Interação Hiperfina

Interação hiperfina é definida como a interação de um elétron desemparelhado com um núcleo magnético. Os dois tipos existentes são: a) clássica – interação de dois dipolos $\vec{\mu}_S$ e $\vec{\mu}_I$ (núcleo) separados pela distância \vec{r} ; esta interação depende do ângulo entre a linha que une os dipolos e o campo magnético externo e é chamada de interação anisotrópica; b) não clássica – se origina da probabilidade finita de encontrar elétron no núcleo; esta interação é isotrópica ou interação de Fermi, é representada por $a \times \vec{I} \times \vec{S}$, onde \vec{I} é o spin nuclear e a uma constante de acoplamento hiperfino.

A figura 5 mostra o esquema de níveis de um sistema de $S = I = 1/2$ em presença de um campo magnético [1, 20, 36].

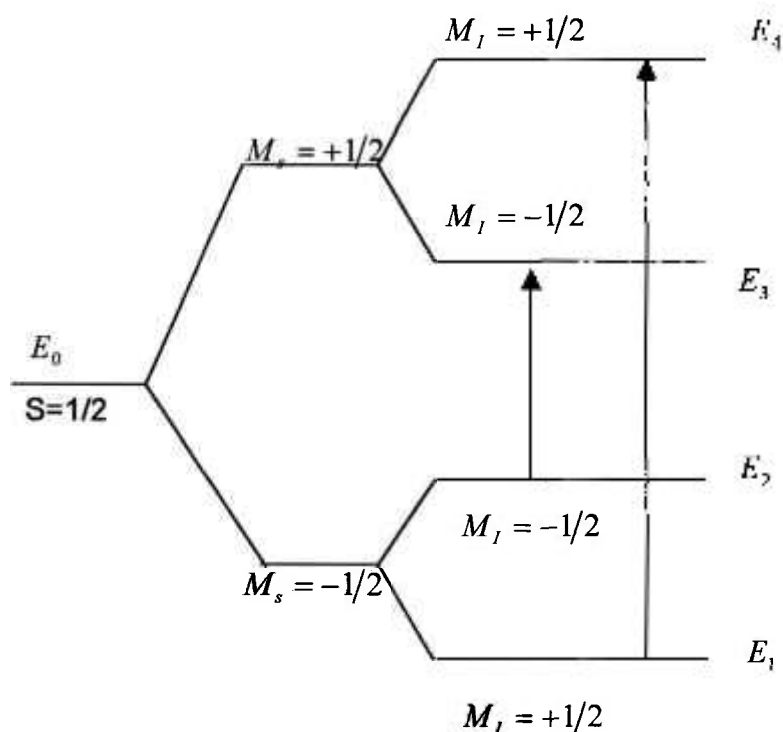


Figura 5 - Esquema de níveis de energia de um sistema com $S = 1/2$ e $I = 1/2$ sob a influência de um campo magnético [1, 36].

A interação hiperfina causa um desdobramento das linhas produzindo um espectro de ressonância rico em informações. O número e intensidade dessas linhas caracterizam uma molécula específica, portanto, auxiliando na identificação de espécies paramagnéticas.

3.5 Princípio de funcionamento de um espectrômetro de RPE

Um espectrômetro simples tem três componentes essenciais: uma fonte de radiação eletromagnética, uma cavidade para a amostra e um detector [54].

A cavidade da amostra localiza-se entre os pólos de um magnéton. Para obter um espectro varia-se a frequência da radiação eletromagnética ou o campo magnético H_0 . Por uma facilidade técnica, H_0 é variado em lugar da frequência para atingir a condição de ressonância, e mede-se a quantidade de radiação que passou através da amostra com um detector para observar as absorções espectroscópicas [20].

A figura 6 mostra um diagrama de um espectrômetro de RPE:

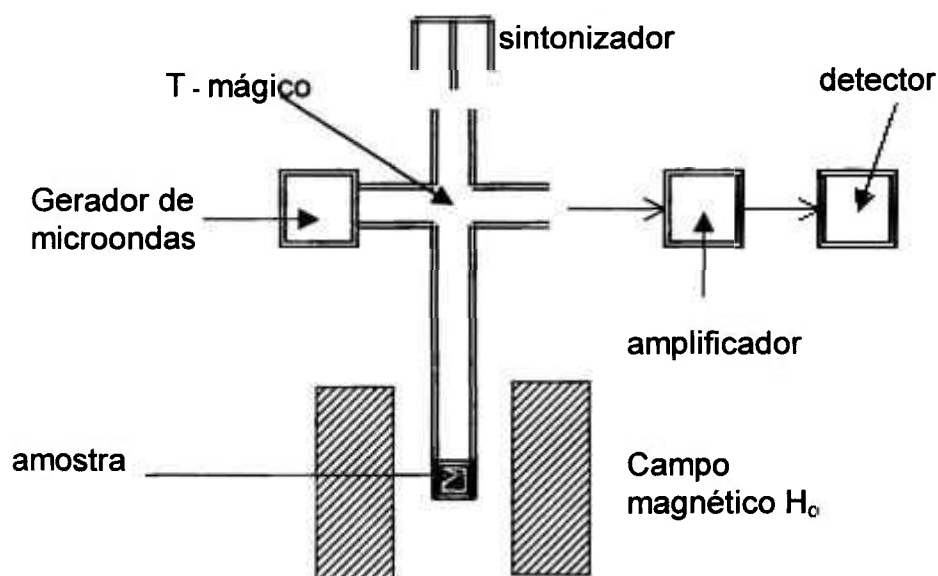


Figura 6 - Componentes básicos de um espectrômetro de RPE [54].

Como fonte geradora de microondas utiliza-se um diodo Gunn. O diodo produz oscilações de microondas centrada em um pequeno intervalo de frequências e deve ser sintonizado na frequência de ressonância da cavidade de amostra.

A amostra é colocada na cavidade de microondas, que é uma caixa metálica que amplifica o sinal na amostra. Há um magnéton posicionado dos lados da cavidade para sintonizar os níveis de energia eletrônico. Um computador

é usado para analisar os dados e coordenar todas as unidades para adquirir um espectro.

3.6 Fator de desdobramento espectroscópico ou fator “ g ”

O fator de desdobramento espectroscópico, ou fator “ g ”, é definido pela condição de ressonância $h\nu = g\beta H$, onde g expressa a proporcionalidade entre o campo magnético e a diferença de energia entre os níveis [3, 20].

A posição e o número de linhas de absorção paramagnética dependem de interações internas da substância paramagnética. A posição destas linhas para uma dada intensidade do campo magnético é determinada pelo fator g . O valor do fator g neste caso desvia do seu valor para partículas livres por causa dessas interações internas.

3.7 Amostra padrão

As amostras padrão são úteis para testes de desempenho dos sistemas, calibração do espectrômetro e medidas quantitativas de concentração. Idealmente, a amostra padrão deve conter espécies paramagnéticas estáveis de vida longa, ser facilmente preparada com métodos estáveis e controlados e deve ser caracterizada completamente, respeitando todos os parâmetros espectroscópicos como o tempo de relaxamento e a divisão da estrutura fina e hiperfina. Além disso, a linha de ressonância deve ser estreita e preferencialmente homogênea. Como amostras padrão podem citar o Manganês (Mn^{++}) e o DPPH (2,2-Difenil-1-Picrilhidrazil, $C_{18}H_{12}N_5O_6$).

O DPPH têm um fator g de 2.0036 ± 0.0003 . Um único cristal pequeno de DPPH é uma amostra suficiente para calibrar a fase e a amplitude de modulação do campo de um espectrômetro de RPE [54].

O DPPH foi utilizado como padrão em todas as medidas realizadas.

4 AMINOÁCIDOS

Aminoácidos são compostos orgânicos que apresentam simultaneamente um grupo amina (NH_2) e um grupo carboxílico (COOH). Quando o grupo funcional amina estiver ligado ao primeiro carbono vizinho ao da carboxila, o aminoácido é denominado alfa-aminoácido. Assim, há também os beta-aminoácidos e os gama-aminoácidos, como mostra a tabela 1 [2, 4, 17, 37].

Tabela 1 - Classificação dos aminoácidos de acordo com a posição do grupo funcional amina.

Alfa-aminoácidos	Beta-aminoácidos	Gama-aminoácidos
$ \begin{array}{c} H \\ \\ R - C - COOH \\ \\ NH_2 \end{array} $	$ \begin{array}{c} H \quad H \\ \quad \\ R - C - C - COOH \\ \quad \\ NH_2 \quad H \end{array} $	$ \begin{array}{c} H \quad H \quad H \\ \quad \quad \\ R - C - C - C - COOH \\ \quad \quad \\ NH_2 \quad H \quad H \end{array} $

Os aminoácidos mais encontrados e também os mais importantes são os alfa-aminoácidos.

Aminoácidos com mesmo número de grupos amina e carboxílico são denominados aminoácidos neutros. Os que apresentam maior número de grupo amina são denominados aminoácidos básicos e os com maior número de grupo carboxílico são os aminoácidos ácidos, conforme mostrados na tabela 2.

Tabela 2 - Classificação dos aminoácidos de acordo com a quantidade do grupo amina e grupo carboxílico presente na estrutura.

Neutros	Básicos	Ácidos
$\begin{array}{c} H_2C - COOH \\ \\ NH_2 \end{array}$	$\begin{array}{c} H_2C - CH_2 - CH - COOH \\ \qquad \qquad \\ NH_2 \qquad \qquad NH_2 \end{array}$	$\begin{array}{c} HCOO - CH_2 - CH - COOH \\ \qquad \qquad \qquad \\ \qquad \qquad \qquad NH_2 \end{array}$

Os aminoácidos também são classificados como essenciais e não essenciais. Essenciais são aqueles que o organismo não consegue sintetizar a partir dos carboidratos, ou seja, eles têm de existir nos alimentos ingeridos. Não essenciais são os aminoácidos que o organismo consegue sintetizar.

4.1 Obtenção dos aminoácidos

Os aminoácidos podem ter sua origem natural e também podem ser obtidos sinteticamente por [25, 37]:

Hidrólise de proteínas: as proteínas, compostos de estruturas relativamente complexas, por hidrólise, dão origem a uma mistura de aminoácidos. Esta hidrólise pode ocorrer por aquecimento em meio ácido ou então através da ação de enzimas.

Na hidrólise das proteínas naturais podem ser produzidos até 22 aminoácidos diferentes, todos os aminoácidos têm características estruturais importantes em comum: todos eles são alfa-aminoácidos.

Síntese de Gabriel: a síntese de Gabriel consiste na reação da ftalimida potássica com ácidos halogenados.

Síntese de Strecker: as cianidridas, preparadas a partir de aldeídos e cianeto de hidrogênio podem converter-se a alfa-aminoácidos.

Aminólise ácidos alfa-halogenados: ao tratar o ácido carboxílico com um halogênio (Br, Cl) forma-se um ácido alfa-halogenado; o tratamento subsequente com amoníaco produz o alfa-aminoácido. A reação pode ser observada na figura 7.

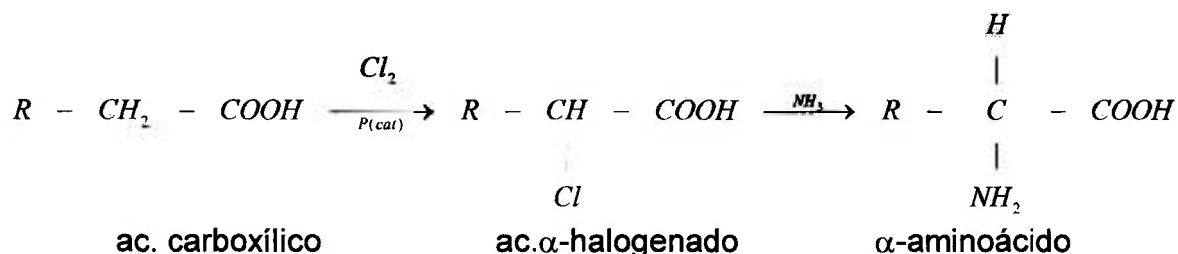


Figura 7 - Aminólise direta de um α -halo-ácido [50].

4.2 Isomeria óptica

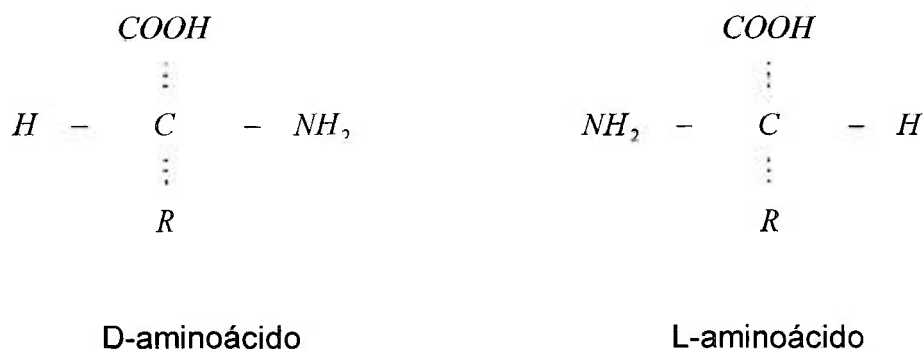
Substâncias opticamente ativas têm a propriedade de girar em certo ângulo o plano de polarização da luz ao incidir sobre elas luz polarizada. Quando o giro for no sentido horário, a substância é chamada de dextrógira (+); quando for no sentido anti-horário, a substância é chamada levógira (-) [24, 25, 50].

O polarímetro é um dispositivo que fornece informações sobre atividades ópticas das substâncias, e também pode medir o ângulo de desvio que sofre o plano de polarização da luz ao atravessar uma substância opticamente ativa [17, 38, 39].

A condição necessária e suficiente para que uma substância apresente atividade óptica é que seja assimétrica (carbono central ligado a 4 substâncias diferentes).

As substâncias opticamente ativas são formadas por moléculas que apresentam dissimetria reflexiva, isto é, moléculas cuja imagem em espelho não pode se superpor a ela, átomo a átomo. Estes tipos de moléculas são enantiomorfos (antípodos ópticos ou inversos ópticos), duas a duas, isto é, cada uma é a imagem de espelho da outra. Sempre que existir uma substância óptica dextrógira haverá a forma enantiomorfa levógira. Estes dois enantiomorfos são iguais em tudo, exceto no sentido do desvio da luz polarizada.

A convenção de Fischer estabeleceu a configuração dos aminoácidos com o grupo carboxil no topo e o grupo R na parte inferior do eixo vertical. Se o grupo amina estiver à direita do eixo horizontal é um D-aminoácido, e se estiver à esquerda é um L-aminoácido, conforme exemplo abaixo:



Os aminoácidos de origem natural têm configuração L, e quando obtidos por hidrólise de proteínas têm configuração D.

Normalmente é encontrado na natureza somente um dos enantiomorfos das substâncias assimétricas. Esse enantiomorfo é denominado a forma natural da substância.

Quando os aminoácidos são sintetizados em laboratório, forma-se uma mistura equimolar dos dois enantiomorfos denominada mistura racêmica e esta não apresenta qualquer atividade óptica, se somente um isômero for desejado, os dois enantiomorfos podem ser separados [15, 37, 50].

Não é necessária uma correlação entre os símbolos de rotação (+) e (-) com configuração D e L. Por exemplo, existem muitos pares de isômeros ópticos do tipo D(-) e L(+), isto pode ser observado com a alanina [37, 50].

4.3 Separação dos enantiomorfos da mistura racêmica

Os dois enantiomorfos da mistura racêmica apresentam pontos de fusão e de ebulição constantes, isto impossibilita o uso de processos físicos comuns na separação dos isômeros dextrógiros e levógiros para isto utilizam-se 3 métodos:

Separação mecânica: Os isômeros dextrógiros e levógiros ao se solidificarem produzem cristais diferentes. Estes cristais, quando suficientemente grandes, podem ser separados manualmente. Este processo, entretanto é de pouca importância porque em raríssimos casos os cristais possuem tamanho suficiente para ser possível sua separação, mesmo com o auxílio de lupa.

Separação biológica: Os enantiomorfos muitas vezes são biologicamente diferentes, quando atacados por bactérias, estas destroem normalmente um deles permitindo isolar o outro.

Este processo pode ser utilizado na separação: destroi-se um dos isômeros. Conseguindo isto, destroi-se as bactérias. Neste processo tem-se a desvantagem de obter apenas um dos isômeros.

Separação química: A separação química é o processo mais importante de separação. Neste processo faz-se reagir a mistura racêmica com um composto opticamente ativo, obtendo-se assim 2 diastereoisômeros.

Os diastereoisômeros têm propriedades físicas diferentes e podem então ser separados pelos processos físicos comuns. Vamos considerar, por exemplo, uma mistura racêmica composta de um isômero dextrógiro (+x) e seu antípoda levógiro (-x). Fazendo reagir esses dois compostos com um composto ativo, dextrógiro ou levógiro, por exemplo, atividade (+y), tem-se a formação de dois novos compostos: um deles com o ângulo de rotação (+x+y) e o outro (-x+y). Esses dois compostos não são mais enantiomorfos, isto é, não constituem mais uma mistura racêmica, são diastereoisômeros, podem ser separados por destilação fracionada ou outro processo físico. Após esta separação pode-se recuperar os isômeros iniciais mediante uma segunda reação química que liberte os produtos desejados.

4.4 Propriedades químicas e físicas

As propriedades químicas dos três tipos de aminoácidos (D, L e DL) são idênticas. As propriedades físicas dos isômeros D e L são iguais excetuando-se o fato de girarem o plano da polarização da luz, um para a direita e outro para a esquerda. Quanto ao isômero DL, este apresenta propriedades físicas diferentes dos outros dois isômeros. Por exemplo, a densidade da D(-) alanina e L(+) alanina é de $1,401 \text{ g.mL}^{-1}$, e a do racêmico DL é de $1,424 \text{ g.mL}^{-1}$ [50, 52, 53].

4.5 Aplicação de aminoácidos em dosimetria

Compostos orgânicos apresentam quase que exclusivamente ligações covalentes. As ligações covalentes consistem na superposição de orbitais semipreenchidos. A superposição de orbitais origina orbitais moleculares, que apresentam dois elétrons, isto é, são repletos, e são formados por elétrons de spins opostos [17, 24, 25].

4.5.1 Produção de radicais livres

A maioria das moléculas orgânicas contém um número par de elétrons e, portanto, são denominadas moléculas diamagnéticas, visto que o momento magnético líquido resultante dos spins é zero. A radiação ionizante provoca um efeito de quebra dessas ligações em duas partes paramagnéticas com um elétron desemparelhado em cada uma. Os produtos dessas quebras são chamados radicais livres, que é um efeito biologicamente importante e quantitativamente acessível em substâncias orgânicas [17, 20, 24, 25]. O radical livre mais simples é o átomo de Hidrogênio H^\bullet [24].

Como as técnicas dosimétricas baseiam-se na determinação da concentração de radicais livres, qualquer decaimento ou transformação dos radicais entre o momento da irradiação e da leitura afetam o resultado final. Para avaliar quantitativamente estes radicais deve-se observar uma característica importante que é a estabilidade do radical. Esta estabilidade depende da vizinhança molecular e, especialmente, da rigidez do material e da temperatura. Em soluções ou materiais orgânicos aquosos, o tempo de vida dos elétrons desemparelhados é normalmente muito pequeno. Em certos materiais cristalinos, eles podem existir por muitos anos. No estado sólido e em temperaturas baixas os radicais formados são relativamente estáveis [43].

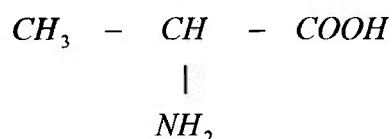
Numa primeira interação um radical pode recombinar com outro, mas existem imperfeições na rede cristalina que impedem seu trajeto. Porém, em temperaturas mais elevadas, a difusão nos sólidos é mais rápida e o tempo de vida do radical é menor.

4.5.2 A alanina como dosímetro

A utilização da alanina cristalina tem se mostrado um método versátil na dosimetria de radicais livres, considerando-se a produção por unidade de dose absorvida e o tempo de vida desses radicais [24].

A alanina é disponível na forma de pó, é de fácil obtenção e apresenta custo baixo.

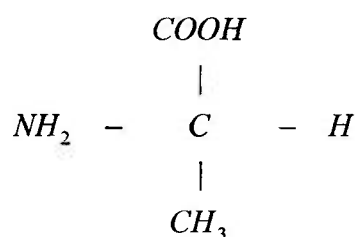
A alanina é um aminoácido não essencial, alifático neutro do tipo



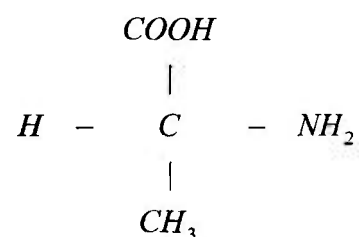
- ❖ **Fórmula molecular:** C₃ H₇ O₂ N
- ❖ **Fórmula centesimal:** C_{40,44%} H_{7,92%} O_{35,92%} N_{15,72%}

A fórmula centesimal indica os elementos constituintes da substância e a quantidade de cada elemento, em 100 g da substância.

- ❖ **Peso molecular:** 89,10 g/mol
- ❖ **Número atômico efetivo:** 6,79
- ❖ **Estruturas e designação dos esteroisômeros:**



L (+) alanina



D (-) alanina

A degradação da alanina, induzida pela radiação, provoca reações de deaminação e os principais produtos formados são: amônia, dióxido de carbono, aminas e ácidos [20, 22].

Entre os radicais formados pela deaminação da alanina, a espécie $\text{CH}_3 - \dot{\text{C}}\text{H} - \text{COOH}$ é predominante à temperatura ambiente, e pode ser analisada e quantificada por RPE [20, 53].

A figura 8 mostra um espectro característico da alanina quando irradiada. A amplitude pico a pico indicada por *h* é a parte de interesse na dosimetria com a alanina.

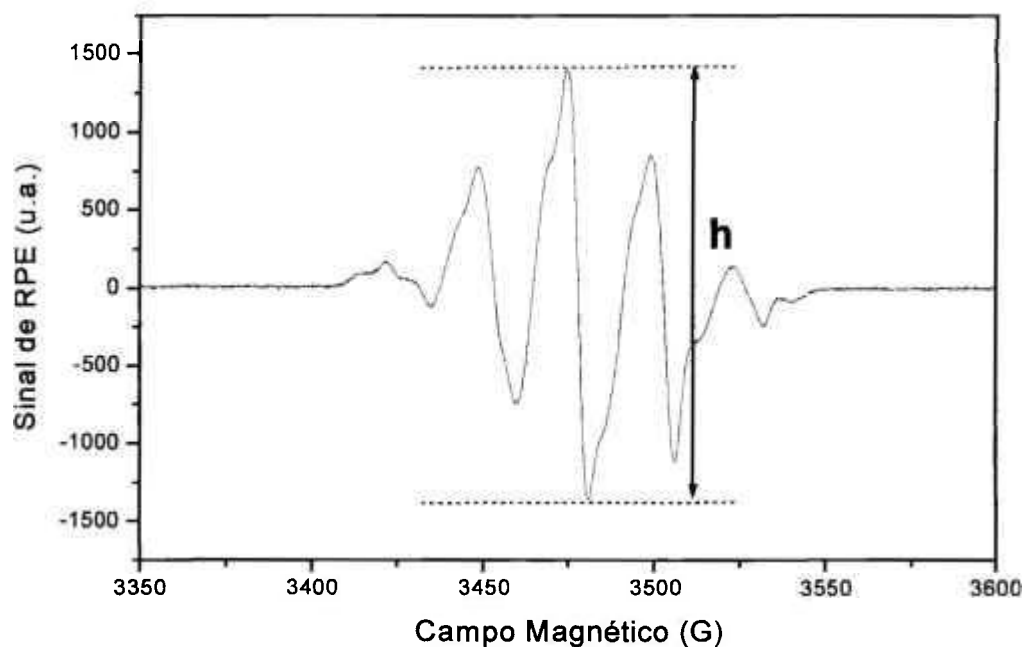


Figura 8 - Espectro característico da alanina após irradiação.

Cada sinal apresentado consiste de alguns picos causados pela interação hiperfina do elétron desemparelhado com átomos de nitrogênio e hidrogênio. O radical predominante é causado pela ruptura de uma ligação $C-H$ [20, 43].

Os dosímetros de alanina são usados em dosimetria de doses altas por apresentarem sensibilidade alta, número atômico efetivo próximo ao do tecido humano, fácil manuseio e boa reprodutibilidade [19, 31, 32].

O sistema dosimétrico utilizando alanina contida em um material agregante pode ser considerado um sistema confiável para medidas de dose absorvida em processos de irradiação industrial, e também está sendo utilizado para doses baixas [7, 16, 27, 47, 48].

5 MATERIAIS E MÉTODOS

5.1 Materiais utilizados

5.1.1 Alanina

Neste trabalho utilizou-se a DL-Alanina produzida pelo laboratório Merck para fins biológicos, e que possui alto grau de pureza (> 99%).

Para facilitar o manuseio como um sistema detector de radiação, a alanina deve ser agregada ou encapsulada em algum tipo de material.

5.1.2 Agregantes

Os materiais utilizados como agregantes não podem provocar interferências ou ruídos na leitura, antes ou após a irradiação.

Foram estudados como agregantes os seguintes materiais:

- Parafina pura para análise, com ponto de fusão entre 58-60 °C.
- Solução aquosa de acetato de polivinila (pva) com 60% de sólidos.

5.1.3 Encapsulantes

Os materiais utilizados como encapsulantes são adquiridos comercialmente em lojas especializadas em mangueiras. Estes materiais não podem provocar interferências ou ruídos na leitura, antes ou após a irradiação.

Foram estudados diferentes materiais como encapsulantes na forma de pequenos tubos plásticos denominados “**tubetes**”:

- Polietileno de baixa densidade, tubete com 3 mm de diâmetro externo e 2 mm de diâmetro interno.
- Polipropileno, tubete com 3 mm de diâmetro externo e 2 mm de diâmetro interno.
- Nylon, tubete com 3 mm de diâmetro externo e 2 mm de diâmetro interno.

5.1.4 Porta-detector

O porta-detector foi desenvolvido e produzido em polietileno de alta densidade. Este material apresenta boas propriedades para usinagem não apresentando variações de dimensões, fornecendo um porta-detector com qualidade.

A figura 9 mostra o projeto do porta-detector. As paredes possuem 4 mm de espessura, o que garante equilíbrio eletrônico para radiação gama do ^{60}Co .

O comprimento do porta-detector foi determinado de acordo com o comprimento do detector, que é de 30 mm, adequado para a cavidade do espectrômetro RPE.

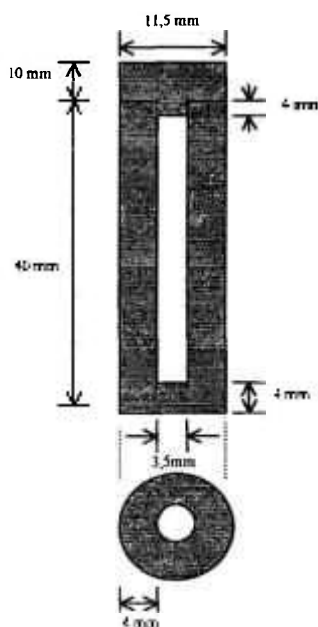


Figura 9 - Porta-detector construído em polietileno com espessura para garantir equilíbrio eletrônico para radiação gama do ^{60}Co .

5.1.5 Detector

O detector foi confeccionado utilizando alanina mais agregante ou encapsulada em tubete plástico, conforme mostra a figura 10.

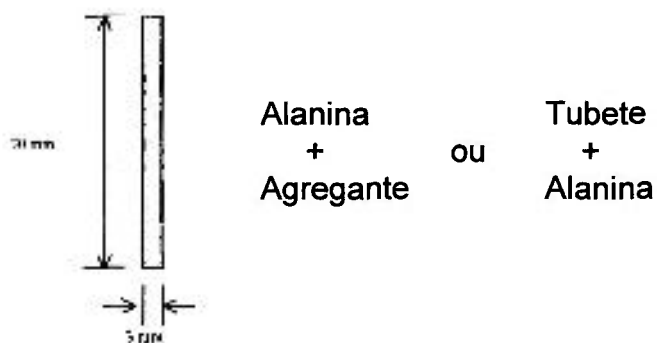


Figura 10 - Detector confeccionado com agregante ou tubete plástico.

O **DOSÍMETRO** é constituído pelo conjunto detector mais porta-detector.

5.1.6 Tubo de Quartzo

Um tubo de quartzo padrão é utilizado para posicionar os detectores dentro da cavidade ressonante para efetuar as medidas. As dimensões do tubo estão relacionadas com as dimensões da cavidade ressonante do espectrômetro.

5.1.7 Matriz

Para compactação dos detectores na forma cilíndrica usando agregantes foi desenvolvida uma matriz em aço que consta de três partes, conforme mostra a figura 11.

Parte superior: 1 pino guia e 4 pinos de compactação.

Parte intermediária: 1 cavidade central para o pino guia e 4 cavidades para compactação com 3 mm de diâmetro.

Parte inferior: 1 alojamento da parte intermediária, 1 cavidade para o pino guia e 4 cavidades com 7 mm de diâmetro para extração do detector.

A matriz apresenta uma marcação na parte de compactação (intermediária) e na parte de apoio (inferior) que serve para efetuar a extração dos detectores após a compactação. Quando as marcações não estão alinhadas, indica posição para a compactação dos detectores, alinhando-as faz-se a extração.

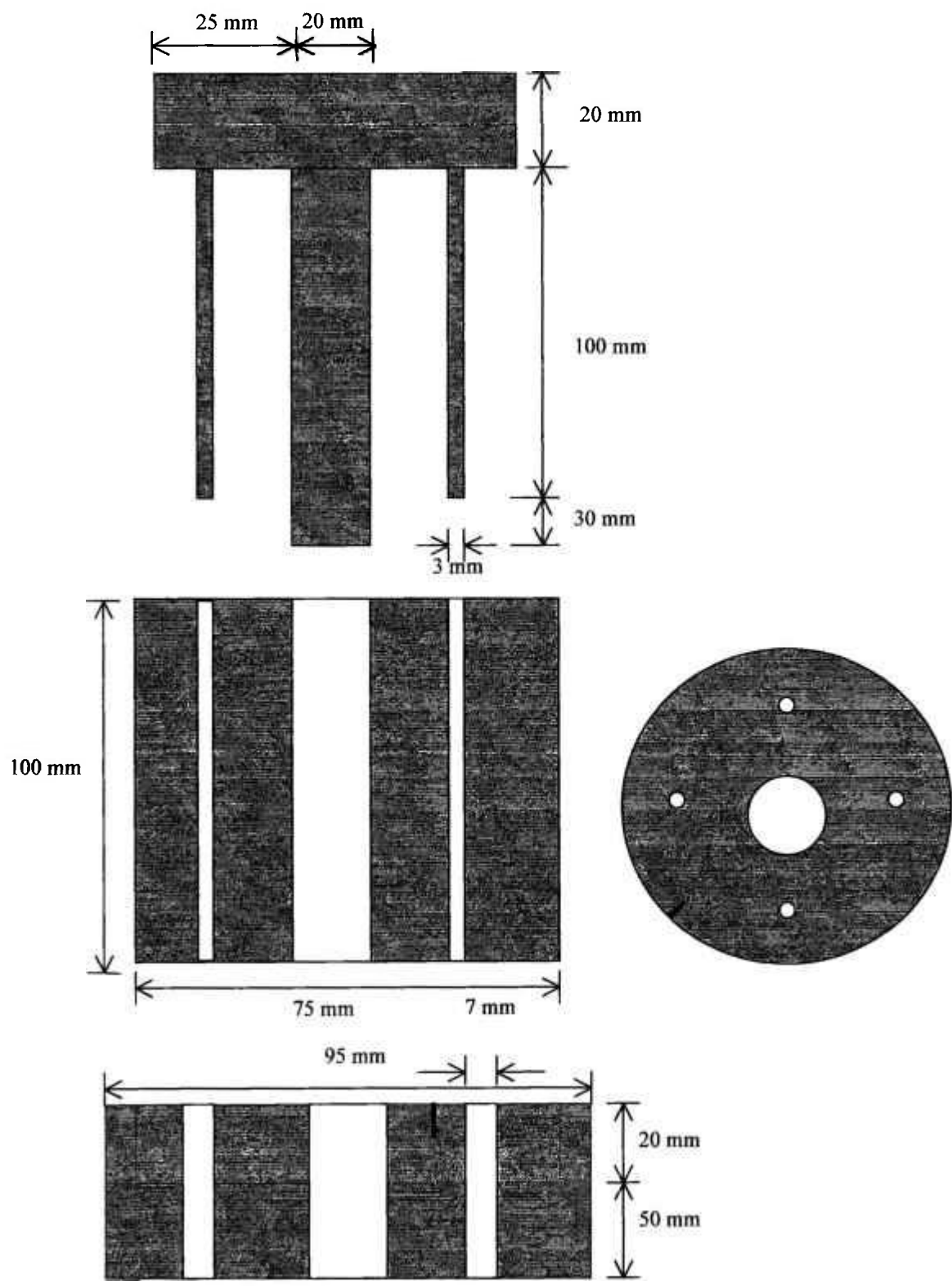


Figura 11 - Matriz para compactação dos detectores na forma cilíndrica.

5.2 Equipamentos utilizados

5.2.1 Prensa

Prensa hidráulica para compactação até 12 t., modelo C, marca Carver Laboratory Press, USA.

5.2.2 Estufa

Estufa elétrica para tratamento térmico, modelo 315 SE, marca Fanem, com intervalo de temperatura entre 0 – 200 °C.

5.2.3 Balança Analítica

Balança analítica, modelo libror, marca Sartorius, com pesagem de 0-280 g, com intervalo de leitura de 0,001 g.

5.2.4 Espectrômetro de Ressonância Paramagnética Eletrônica

O instrumento usado, um espectrômetro modelo EMX, Marca Bruker, USA, é capaz de executar medidas rotineiras como também experimentos avançados e sofisticados quando equipado com acessórios adequados.

5.2.5 Fontes de ^{60}Co

Foram utilizadas duas fontes de cobalto pertencentes ao Centro de Tecnologia das Radiações CTR/IPEN, que apresentam as características seguintes:

5.2.5.1 Tipo Panorâmica

- Fabricante: YOSHIZAWA KIKO Co, Ltda. (Japão).
- Mesa suporte: 1,5 x 1,5 m.
- Fonte: Cobalto metálico, encapsulado em aço inoxidável em forma de lápis, com dimensões de:
Diâmetro = 1,2 cm;
Comprimento = 20 cm.
- Taxas de dose: mostradas na tabela 6.
- Atividade (janeiro /00) = 6×10^{13} Bq (1.625,4 Ci)

5.2.5.2 Tipo Câmara

- Modelo: Gammacell 220.
- Fabricante: Atomic Energy of Canada Ltd.
- Fonte: 26 lápis dispostos simetricamente; cada lápis contém 7 pastilhas de cobalto.

- Taxa de dose (janeiro/00): 6,55 kGy/h sem atenuador.
- Atividade (janeiro/00): $33,7 \times 10^{13}$ Bq (9.120,9 Ci).

5.2.6 Acelerador de elétrons

O acelerador de elétrons utilizado pertence também ao CTR, e apresenta as características seguintes:

- Modelo: E001120210 JOB 188 - Dynamitron II
- Fabricante: Radiation Dynamics Inc. (EUA).

As características do acelerador são mostradas na tabela 3:

Tabela 3 - Características do acelerador de elétrons modelo JOB 188.

Parâmetros	
Energia (MeV)	0,5 a 1,5
Corrente (mA)	0,3 a 25,0
Potência (kW)	0,5 a 37,5
Varredura do feixe (cm)	60 a 120
Taxa de dose (kGy/s)	1,0 a 301,4

5.2.7 Aparelhos de Raios X

Foram utilizados dois aparelhos de Raios X, um pertencente ao Departamento de Metrologia das Radiações NM-IPEN e outro ao Hospital

das Clínicas do Estado de São Paulo - H.C. Nas tabelas 4 e 5 podem-se observar as características dos aparelhos de Raios X utilizados.

- **Ipen/NM:** ⇒ Marca: Rigaku Denki Co. Ltda (Japão).
⇒ Modelo: Geigerflex (acoplado a um tubo Philips).

Tabela 4 – Características do aparelho de Raios X pertencente ao NM-IPEN.

Qualidade	Tensão (kV)	Energia Efetiva (keV)	Camada Semi-Redutora
Terapia	25	14,3	0,26 mmAl
Terapia	40	17,7	0,56 mmAl
Terapia	50	21,2	0,91 mmAl

- **H. C.** ⇒ Marca: Siemens (Alemanha)
⇒ Modelo: Stabilipan 300.

Tabela 5 – Características do aparelho de Raios X pertencente ao H.C.

Qualidade	Tensão (kV)	Energia Efetiva (keV)	Camada Semi-Redutora
Terapia	60	28	2 mmAl
Terapia	80	30	2,5 mmAl
Terapia	120	50	0,31 mmCu
Terapia	160	75	0,86 mmCu
Terapia	200	105	1,83 mmCu
Terapia	250	125	2,62 mmCu

5.2.8 Fonte de ^{137}Cs

A fonte de césio utilizada pertence ao Departamento de Metrologia das Radiações NM-IPEN.

A atividade da fonte é de 740 GBq, determinada em 11/05/95, com uma incerteza menor que 5%.

- Marca: Irradiador da STS (Steuerungstechnik & Strahlenschutz GmbH) (Alemanha).
- Modelo: OB85.
- Energia: 660 keV.
- Atividade (janeiro/00): 6.78×10^{11} Bq (18.32 Ci)

5.3 Método de preparação dos detectores

5.3.1 Padronização do método de preparação dos detectores

Para padronizar o método de preparação, objetivando a uniformidade do lote e ao mesmo tempo evitar problemas com a umidade fez-se um teste de umidade nos frascos de alanina antes da produção dos lotes de detectores. O teste consistiu dos seguintes passos: em um pesa-filtro, isento de umidade e impurezas, pesa-se uma determinada quantidade de amostra e leva-se à estufa a 50 °C durante um período de 6 horas, tempo suficiente para que nenhuma variação no peso seja observada.

Não foi encontrada umidade nos frascos de alanina abertos anteriormente e nos frascos abertos pela primeira vez, mas para uma padronização do método todos foram analisados igualmente e mantidos em dessecador.

Durante a produção dos detectores o laboratório teve a umidade relativa do ar mantida entre 70 e 75% e a temperatura entre 22 e 25 °C.

5.3.1.1 Detectores em tubete plástico

Os detectores confeccionados com tubete de polietileno, polipropileno ou nylon, são preparados de maneira simples e rápida. O tubete é cortado no comprimento do detector a ser confeccionado (30 mm) e uma das extremidades é selada com parafina. A alanina é colocada e compactada levemente dentro do tubete, selando definitivamente com parafina. A massa de alanina dentro do tubete é de 100 mg, que é garantida através de balança analítica de precisão.

5.3.1.2 Detectores de alanina/parafina

A parafina disponível na forma de blocos foi triturada em um almofariz, sendo necessário seu resfriamento à temperatura do nitrogênio líquido.

As quantidades de alanina e parafina são pesadas nas proporções de 80% e 20% respectivamente. A homogeneização da mistura é feita com aquecimento em estufa até o ponto de fusão da parafina (~ 60 °C). Com a matriz isenta de impurezas, a mistura é colocada na cavidade e compactada a frio. A carga máxima aplicada foi de 1 t., pois, acima deste valor os pinos de compactação entortam danificando a matriz. Após este procedimento

o detector foi retirado da cavidade e mantido em dessecador. Os detectores com massa de 125 mg (100 mg de alanina e 25 mg de parafina) apresentam comprimento de 15 mm, os detectores com 30 mm apresentam massas de 200 mg de alanina e 50 mg de parafina. O diâmetro do detector é igual ao diâmetro da cavidade da matriz, 3 mm.

5.3.1.3 Detectores de alanina/pva

Para preparação deste detector foi utilizada uma solução aquosa de acetato de polivinila (pva) com 60% de sólidos. As proporções de alanina e solução de pva foram de 70% e 30% respectivamente.

As quantidades de alanina e pva foram pesadas nas proporções citadas e a mistura foi homogeneizada a frio. Com a matriz isenta de impurezas, a mistura foi colocada na cavidade e compactada a frio. Neste caso, uma carga de 50 kg foi suficiente para a compactação homogênea do detector.

Os detectores com massa de 143 mg (100 mg de alanina e 43 mg de pva) apresentam comprimento de 15 mm, os detectores com 30 mm apresentam massa de 200 mg de alanina e 86 mg de pva. O diâmetro do detector é igual ao diâmetro da cavidade da matriz, 3 mm.

Após a preparação do detector da cavidade foi realizado um tratamento térmico à temperatura de 50 °C para eliminação da água presente na solução de pva, até peso constante. O controle de peso foi realizado de 2 em 2 horas, sendo que 6 horas de tratamento foi suficiente. Após este procedimento o detector foi mantido em dessecador.

5.4 Método de irradiação

5.4.1 Fonte Panorâmica

A figura 12 mostra um esquema da mesa para posicionamento das amostras. Na parte central a fonte é posicionada através de um cano guia para a posição de irradiação, as marcações indicam as posições de irradiação, que estão relacionadas com as taxas de dose.

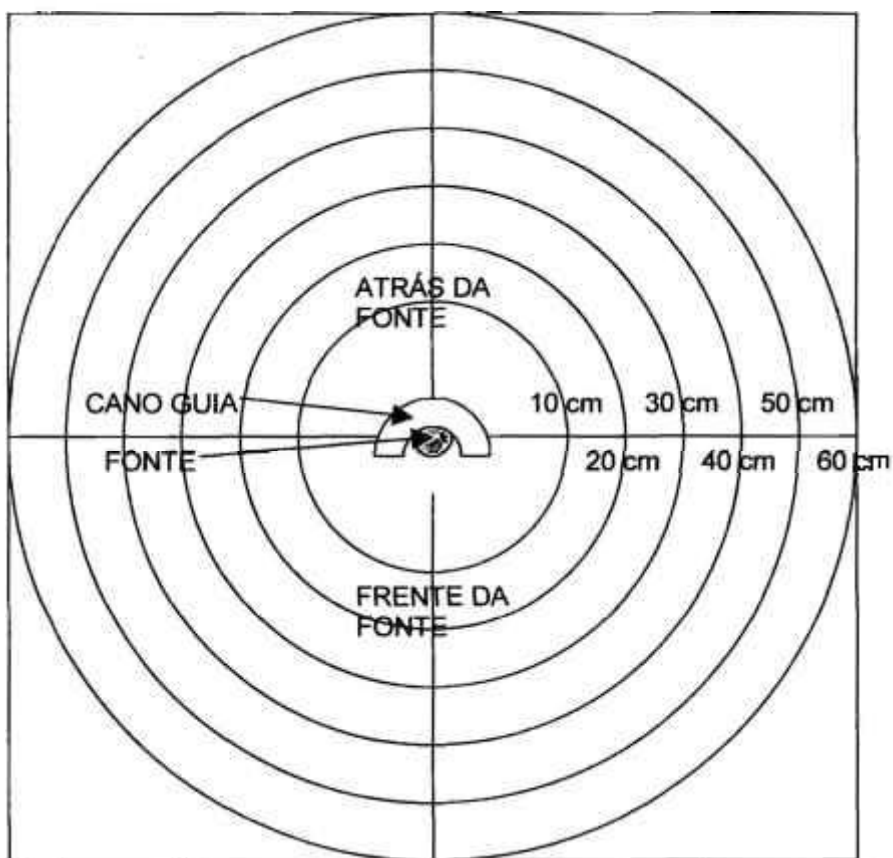


Figura 12 - Mesa demarcada para posicionamento das amostras para irradiação com fonte Panorâmica.

Neste trabalho os dosímetros foram irradiados nas posições de 10, 20, 30, 40 e 50 cm atrás da fonte e em 20 e 40 cm na frente da fonte, para verificação da dependência da resposta com a taxa de dose. Para os demais testes foi utilizada

a posição de 40 cm atrás da fonte. Em todas as irradiações os dosímetros foram posicionados a 10 cm de altura em relação à mesa de irradiação, o que corresponde ao centro geométrico da fonte, através de um suporte de madeira. As taxas de dose utilizadas são mostradas na tabela 6 e são referentes ao mês de dezembro de 1999.

Tabela 6 - Taxas de dose da fonte Panorâmica utilizadas nas irradiações.

Posição (cm)	Taxa de dose (kGy/h)
10 atrás	0,508
20 atrás	0,275
30 atrás	0,152
40 atrás	0,096
50 atrás	0,065
20 frente	0,304
40 frente	0,111

5.4.2 Fonte Gammacell

Nesta fonte, por ser cilíndrica e apresentar isodose, os dosímetros foram irradiados no centro da câmara de irradiação, onde a contribuição da radiação é 100%, e posicionados à meia altura através de um suporte de isopor. Os dosímetros foram irradiados sem atenuador e com atenuador de chumbo para reduzir a taxa de dose em 70%. As taxas de dose utilizadas são mostradas na tabela 7 e são referentes ao mês de maio de 1999.

Tabela 7 - Taxas de dose da fonte Gammacell utilizadas nas irradiações.

Condição	Taxa de dose (kGy/h)
Sem atenuador	7,16
Com atenuador	2,15

5.4.3 Aparelhos de Raios X

No aparelho de raios X do NM-IPEN os dosímetros foram posicionados no centro do campo de radiação a uma distância de 50 cm com energias efetivas de 14,3; 17,7 e 21,2 keV. No aparelho de Raios X do Hospital das Clínicas, também foi utilizado o centro do campo de radiação a uma distância de 30 cm, e energias efetivas de 50, 105 e 125 keV. A dose aplicada para as diferentes energias foi de 10 Gy.

5.4.4 Acelerador de elétrons

Para obter a dose requerida em um acelerador de elétrons é necessário ajustar alguns parâmetros tais como: energia dos elétrons, corrente do feixe, largura da varredura do feixe, velocidade da bandeja e número de passadas. As irradiações foram feitas com doses que variaram entre 0,543 a 200 kGy, utilizando energia média de 1,459 MeV. Os demais parâmetros foram ajustados conforme mostra a tabela 8. Os detectores foram irradiados sem camada de equilíbrio eletrônico.

Tabela 8 - Parâmetros utilizados para irradiação no Acelerador de elétrons.

Dose (kGy)	Corrente do feixe (mA)	Dose por passada (kGy)	Taxa de dose (kGy/s)
0,543	0,3	0,543	1,22
2	1,1	2	4,46
5	2,76	5	11,20
10	5,52	10	22,40
50	5,52	10	22,40
100	5,52	10	22,40
200	5,52	10	22,40

5.4.5 Fonte de ^{137}Cs

As amostras foram posicionadas a 19 cm de distância da fonte, perpendicular ao eixo central do feixe de radiação, a uma altura de 5 cm da base de lucite que faz parte do sistema de irradiação e foram irradiados com uma dose de 10 Gy.

5.5 Método de leitura dos detectores

Para a leitura dos detectores foi utilizado um espectrômetro de ressonância paramagnética eletrônica (Bruker, EMX) equipado com cavidade ressonante retangular modelo ER4102ST.

Para obter leituras corretas, o detector deve ser posicionado no centro da cavidade através do tubo de quartzo padrão limpo e isento de qualquer tipo de sinal. A fixação do tubo é feita através de um suporte de polietileno que é um acessório do equipamento próprio para esta finalidade.

Os parâmetros de trabalho ajustados são mostrados na tabela 9.

Tabela 9 - Valores selecionados no espectrômetro RPE durante a realização dos experimentos.

Campo de varredura	400 G
Constante de tempo	10,240 ms
Amplitude de modulação	5 G
Ganho	Variável
Potência de microondas	10,13 mW
Campo magnético	3480 G
Resolução	1024 pontos
Tempo de varredura	21 s
Frequência de modulação	100 kHz
Frequência de microonda	9,76 GHz
Temperatura de leitura	20 – 25 °C

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1 Influência da forma de preparação dos detectores

6.1.1 Tubete

A forma de preparação deste tipo de detector pode ser considerada eficiente pela maneira simples e rápida de confecção, não utiliza a matriz, não há necessidade de tratamento térmico e garante a massa dentro do tubete.

6.1.2 Alanina/parafina

O método utilizado para a preparação dos detectores de alanina/parafina não pode ser considerado eficiente em função da carga de trabalho aplicada (1 t.), que faz com que a compactação não seja uniforme provocando a quebra de alguns detectores quando extraídos da cavidade de compactação. A aplicação de uma carga maior resolveria o problema da compactação, mas, isto faz com que os pinos de compactação entortem danificando a matriz. Os detectores contendo 100 mg de alanina apresentaram uma resistência mecânica melhor do que os com 200 mg quanto ao manuseio e à extração, pois, os detectores com massa menor apresentaram comprimento de 15 mm, e os de massa maior 30 mm, o que dificulta sua extração da cavidade.

6.1.3 Alanina/pva

O método utilizado para a confecção dos detectores de alanina/pva pode ser considerado eficiente, pois, mesmo aplicando uma carga pequena (50 kg), o detector é compactado uniformemente em virtude da água presente na solução de pva, o que facilita a homogeneização dos materiais e também auxilia a extração. Após o tratamento térmico o detector apresenta condições físicas satisfatórias quanto ao manuseio.

Foram preparados detectores com massas de 100 mg e 200 mg de alanina, com comprimento de 15 mm e 30 mm respectivamente, e nenhum dos dois apresentaram dificuldades de extração da cavidade de compactação. Os detectores apresentaram uma variação média no comprimento de 1%. A variação do peso final dos detectores encontrada é um pouco maior em virtude da quantidade de água presente na solução, 40%, que representa 12% do peso final do detector.

6.2 Análise da resposta RPE dos detectores

Para a seleção do detector que apresenta o melhor desempenho e facilidade de preparação foi efetuada uma análise da resposta RPE de todos os detectores propostos.

6.2.1 Tubetes plásticos irradiados vazios

Inicialmente foram preparados 3 tubetes vazios de cada tipo com 30 mm de comprimento e colocados dentro do porta-detector, onde foram irradiados na fonte

Gammacell com 500 Gy e lidos no espectrômetro RPE, fixando-se os parâmetros descritos anteriormente na tabela 9.

Os tubetes de polietileno e polipropileno não apresentam nenhum tipo de sinal RPE. O tubete de nylon apresenta um sinal bem definido como mostra a figura 13, fazendo com que este tipo de material seja descartado para a utilização como encapsulante.

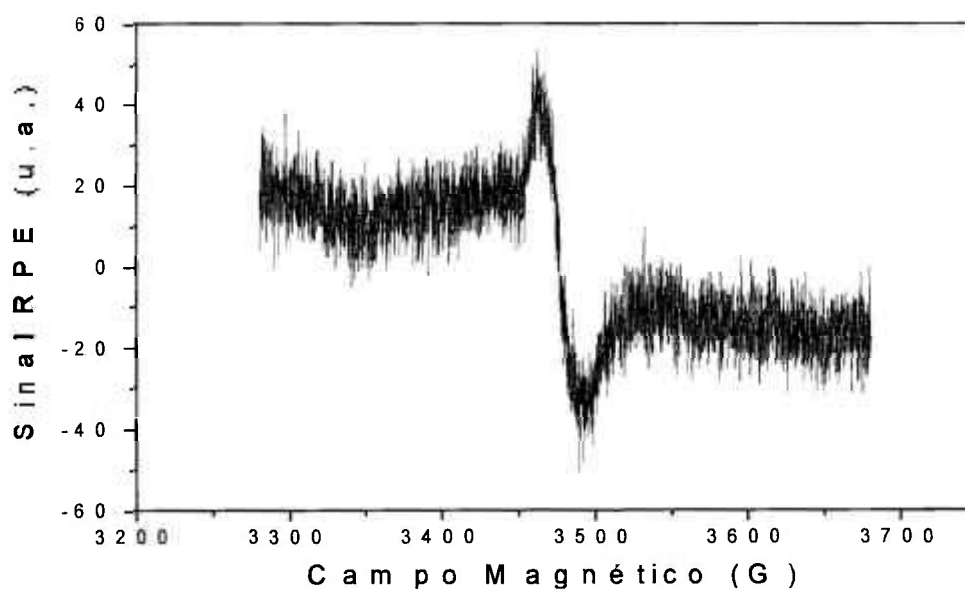


Figura 13 - Sinal RPE do tubete de nylon irradiado vazio em fonte de ^{60}Co com dose de 500 Gy.

6.2.2 Detectores produzidos com os tubetes de polietileno e de polipropileno

Seguindo o método de preparação foram confeccionados 5 detectores com tubete de polietileno e 5 com tubete de polipropileno, sendo que 4 de cada tipo foram irradiados com 500 Gy na fonte Gammacell e um detector de cada tipo não

foi irradiado, foi utilizado apenas para avaliar se o modo de preparação induziria algum sinal.

Os detectores irradiados apresentam espectros RPE bem resolvidos com amplitudes pico a pico bem definidas. Os detectores não irradiados não apresentam nenhum sinal.

Em consequência da dificuldade de se encontrar o tubete de polipropileno nas dimensões do detector proposto, este material foi descartado, seguindo o desenvolvimento com o tubete de polietileno e com os agregantes parafina e pva.

6.2.2.1 Dependência do sinal RPE com a massa de alanina

Para a determinação da dependência da intensidade do sinal RPE nos detectores de tubete com a massa de alanina foram avaliadas amostras com massas entre 50 e 250 mg.

A massa de alanina de cada uma das amostras foi colocada em um tubo de polietileno com 5 mm de diâmetro interno e selado com parafina. As amostras foram irradiadas com 500 Gy na fonte Gammacell no centro da câmara à meia altura sob condição de equilíbrio eletrônico.

Para a leitura no espectrômetro as massas de alanina das amostras foram retiradas dos tubos de polietileno e colocadas em tubos de quartzo; ajustados os parâmetros de trabalho descritos na tabela 9 e foram efetuadas as leituras. Os resultados podem ser vistos na figura 14. Os valores apresentados em cada

ponto é a média aritmética de 3 medidas; a diferença entre as medidas não ultrapassou 1%.

Nota-se o crescimento do sinal com o aumento da massa, tendendo à saturação para valores acima de 150 mg.

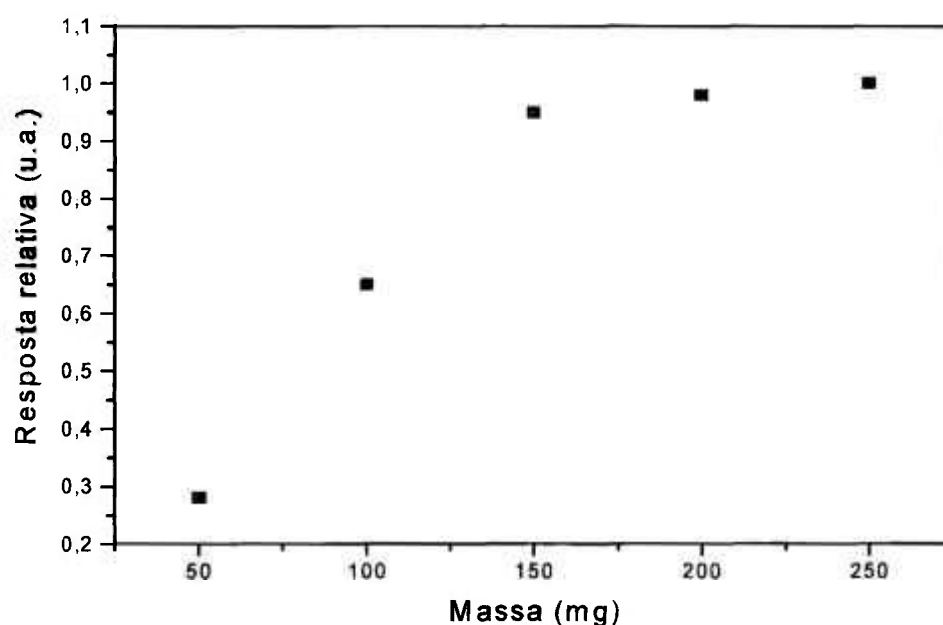


Figura 14 - Variação da amplitude do sinal RPE em função da massa de alanina.

Para fins de padronização foi adotada a massa de 100 mg, adequada para as dimensões do tubete e da cavidade.

6.2.3 Detectores produzidos com tubete de polietileno, ala/pva e ala/par com 30mm de comprimento

Seguindo os procedimentos descritos, os detectores foram preparados e colocados nos porta-detectores para irradiação. Os dosímetros foram irradiados na fonte Panorâmica, posicionados à meia altura e a 40 cm atrás da fonte, com doses de 0,7 a 500 Gy. Para doses maiores, entre 1 e 100 kGy, foi utilizada

a fonte Gammacell, com os dosímetros posicionados no centro da câmara e à meia altura. Cada ponto representa a média aritmética de 3 leituras.

Para leitura no espectrômetro, fixaram-se os parâmetros de trabalho descritos anteriormente, posicionaram-se os detectores no centro da cavidade ressonante utilizando um tubo de quartzo padrão e efetuou-se a leitura.

As curvas apresentadas na figura 15 mostram uma linearidade da resposta entre 10 Gy e 10^5 Gy para os três tipos de detectores. As amplitudes dos sinais RPE observadas para os detectores de ala/pva e ala/par são cerca de 35% maiores do que as observadas para os detectores de tubete, isto pode ser explicado pelo fato desses detectores conterem 100 mg de alanina e os demais 200 mg de alanina.

As leituras RPE para doses inferiores a 10 Gy e superiores a 10^5 Gy acompanham o mesmo comportamento, inclusive apresentando início de saturação de leitura nas mesmas condições, em torno de 10^5 Gy.

O detector produzido com tubete de polietileno apresenta algumas características melhores quanto à facilidade de confecção, não apresenta variações de dimensão e de massa, não contamina, não sofre influência de umidade e de manuseio e é resistente à queda. Isto fez com que este trabalho prosseguisse somente com detectores produzidos com o tubete de polietileno.

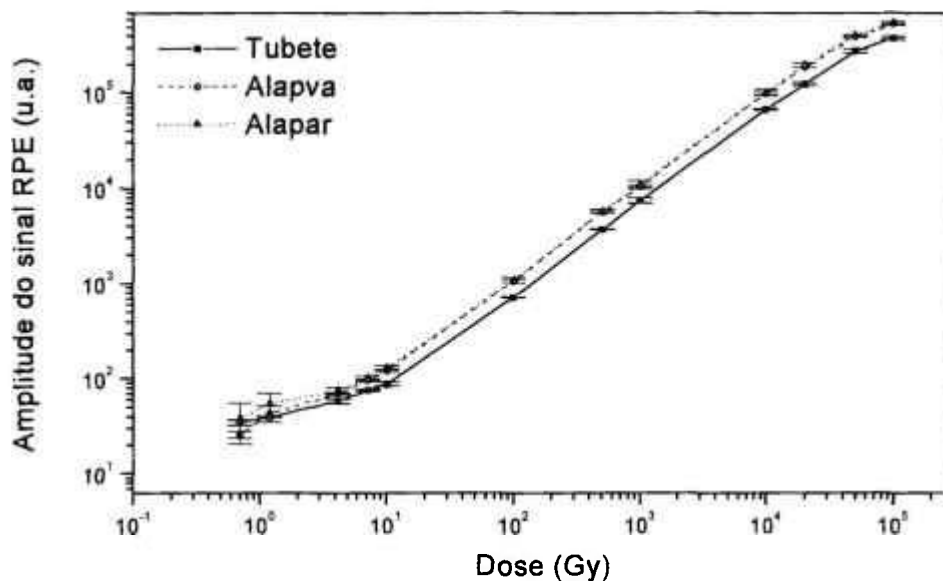


Figura 15 - Comparação da resposta RPE dos três tipos de detectores de alanina, os compactados e o encapsulado.

6.3 Testes de desempenho do dosímetro utilizando os detectores de tubete de polietileno contendo alanina

Uma vez definido o elemento detector, foram efetuados os testes de desempenho do dosímetro.

6.3.1 Dependência do sinal RPE com o posicionamento do detector na cavidade ressonante

Para avaliar a influência do posicionamento do detector dentro da cavidade foram efetuadas medidas variando-se a posição do detector na cavidade. O tubo de quartzo com o detector foi posicionado no fundo da cavidade efetuando-se a primeira leitura, denominada posição zero. A partir deste ponto o tubo de quartzo foi deslocado para cima de 5 em 5 mm realizando-se leituras nas várias

posições. O comportamento da amplitude do sinal RPE pode ser observado na figura 16, indicando um aumento da intensidade do sinal quando o detector atinge o centro da cavidade, diminuindo a partir deste ponto. Isto indica que fora do centro da cavidade ressonante o detector não recebe o máximo da intensidade do campo magnético. Desta maneira, foi determinada a posição ideal para leitura dos detectores.

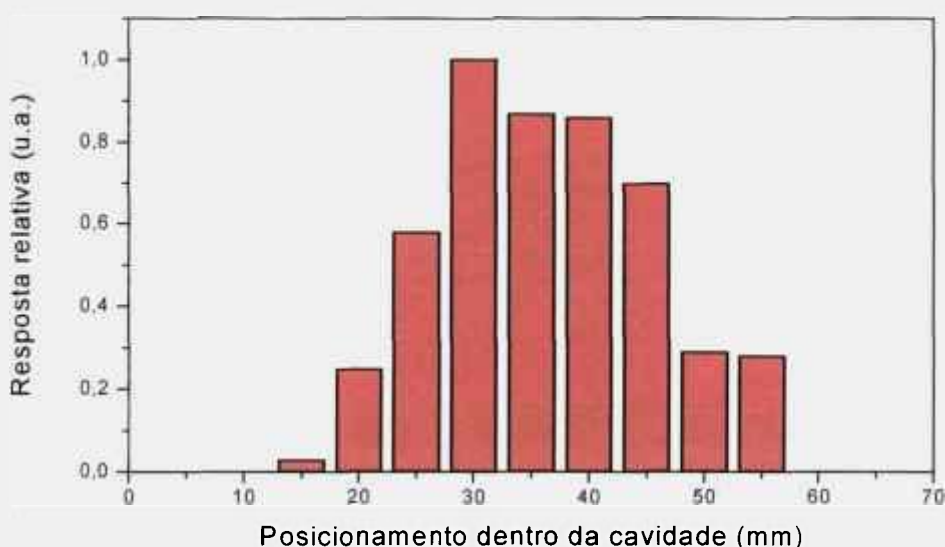


Figura 16 - Intensidade do sinal RPE em função do posicionamento do detector na cavidade.

6.3.2 Dependência do sinal RPE com o ângulo de rotação do detector na cavidade ressonante

Mantendo o detector posicionado pelo tubo de quartzo no centro da cavidade ressonante, foram realizadas medidas em diferentes posições do tubo. Com o auxílio de um goniômetro posiciona-se o tubo em posição zero e efetua-se a primeira leitura, depois, rotacionando 90 graus efetua-se a segunda leitura e assim por diante para as posições 180, 270 e 360 graus. O resultado é mostrado na figura 17, onde cada ponto é a média aritmética de 5 leituras.

O desvio padrão da média (1σ) encontrado varia entre 1,3 e 2%, mostrando uma boa homogeneidade do detector.

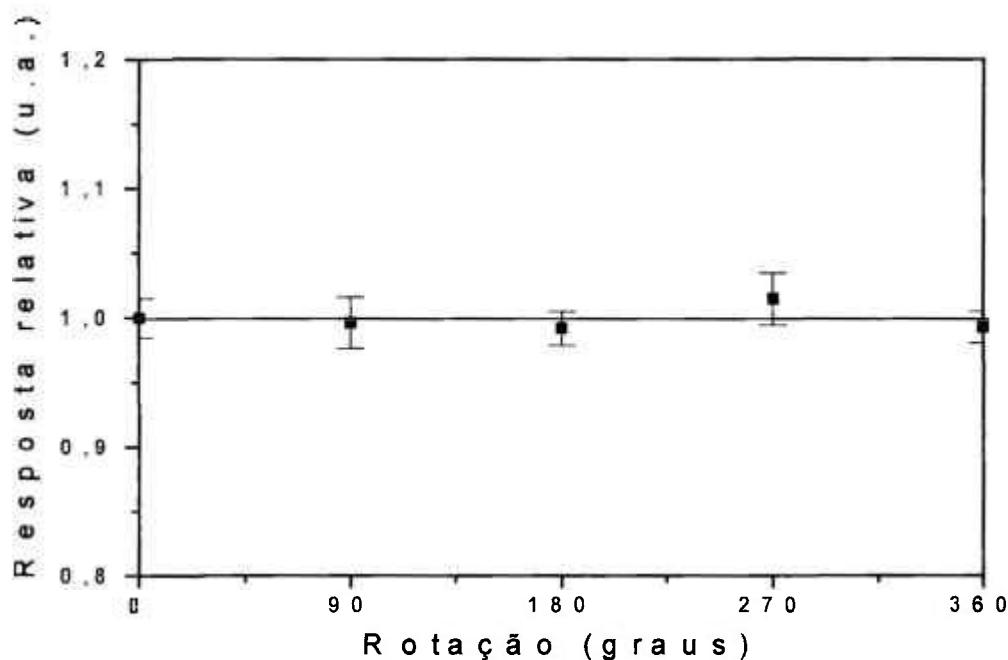


Figura 17 - Variação da amplitude do sinal RPE em função da rotação do detector na cavidade ressonante.

6.3.3 Dependência do sinal RPE com a potência de microondas

Para avaliação dos resultados da dependência do sinal RPE com a potência de microondas foram irradiados 2 dosímetros com doses de 0,2 kGy e 2 kGy. Utilizando os parâmetros de trabalho e variando a potência entre 8 e 32 mW, os detectores foram avaliados e os resultados podem ser observados na figura 18, mostrando que a intensidade do sinal RPE em função da potência apresenta saturação em 16 mW. Pode ser observado também que o comportamento do sinal em função da potência de microondas não sofre alteração em relação às diferentes doses aplicadas.

A potência de trabalho escolhida foi de 10 mW para, desta forma, garantir a proporcionalidade do sinal com o número de spins n (definido na sec. 3.2), que em termos absolutos está diretamente relacionado à dose absorvida no material.

O ajuste da potência e dos demais parâmetros deve ser cuidadoso, de modo a evitar variação na intensidade do sinal RPE.

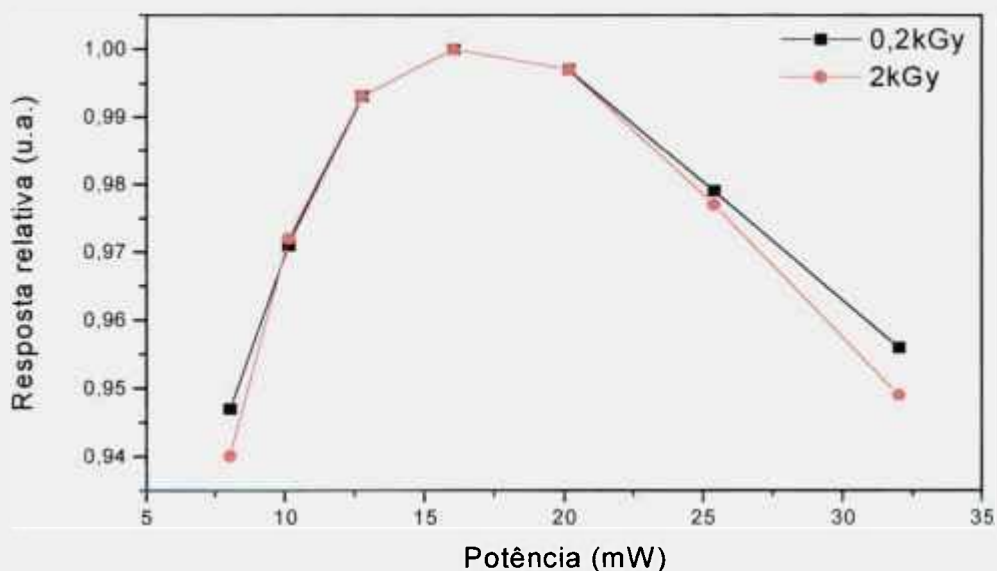


Figura 18 - Variação na intensidade do sinal RPE com a potência de microonda aplicada.

6.3.4 Efeito de choque mecânico no sinal RPE

Para avaliação do dosímetro quanto à indução de sinal por queda, os detectores após serem irradiados foram retirados do porta-detector e efetuado a primeira leitura. Então os detectores foram submetidos a uma queda provocada de uma altura de 2 metros. As diferenças de amplitude observadas não ultrapassaram 2%. Nesta etapa foram avaliados 10 dosímetros e todos apresentaram o mesmo comportamento.

6.3.5 Reprodutibilidade

6.3.5.1 Reprodutibilidade do lote

Para verificar a reprodutibilidade do sistema de produção dos dosímetros foi preparado um lote de 30 dosímetros. Após a irradiação com 200 Gy na fonte Panorâmica os detectores foram medidos no espectrômetro RPE. Os dados obtidos indicam um desvio padrão da média (1σ) de 3%.

6.3.5.2 Reprodutibilidade do Sistema de Leitura

Para avaliar a reprodutibilidade do sistema de leitura foi preparado um lote com 6 dosímetros, sendo que 3 foram irradiados com 2 Gy e 3 com 500 Gy, nas mesmas condições do lote anterior. Cada detector foi medido 10 vezes no espectrômetro RPE, na mesma posição. Na análise dos dados observou-se um desvio padrão da média (1σ) de 4% para dose de 2 Gy, e 3% para dose de 500 Gy.

6.3.6 Dependência do sinal RPE com o tipo de radiação incidente

Para verificar a dependência do sinal RPE com o tipo de radiação incidente os dosímetros foram irradiados com doses de: 0,5; 2 ; 5 ; 10 ; 50 ; 100 e 200 kGy na fonte de ^{60}Co e no acelerador de elétrons. Para o ^{60}Co foi mantido o equilíbrio eletrônico (os detectores foram irradiados dentro do porta-detector), na irradiação com elétrons, os detectores foram irradiados sem o equilíbrio eletrônico isto é, fora do porta-detector. A energia média do ^{60}Co é de 1,25 MeV e para os elétrons a energia média utilizada foi de 1,459 MeV.

Os resultados obtidos são mostrados na figura 19, onde cada ponto é a média de 3 leituras. O desvio padrão da média (1σ) variou de 1 a 4%.

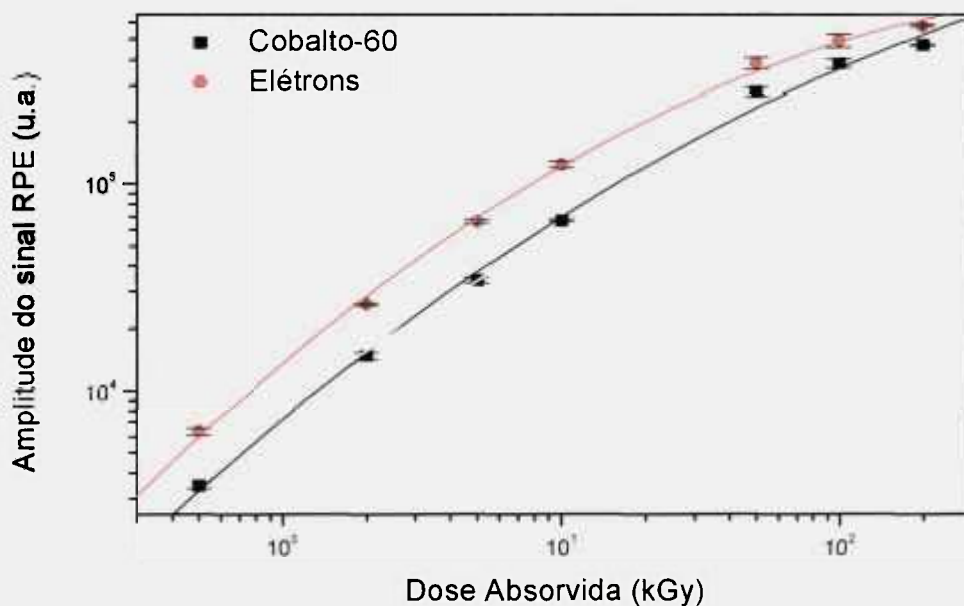


Figura 19 - Dependência do sinal RPE com o tipo da radiação incidente.

A diferença na intensidade do sinal RPE pode ser explicada pelo tipo de interação que ocorre em cada caso. Para doses até 10 kGy a diferença foi de 45%, para as demais a diferença ficou em torno de 20%.

6.3.7 Dependência do sinal RPE com a taxa de dose aplicada

A influência da taxa de dose no sinal RPE foi estudada para a radiação gama do ⁶⁰Co. As taxas de dose aplicadas com a fonte Gammacell foram de 7,16 e 2,15 kGy/h, sendo que a taxa de dose menor foi obtida utilizando atenuador de chumbo para reduzi-la em 70%. Para a fonte Panorâmica as taxas de dose aplicadas foram de 0,508 ; 0,304 ; 0,275 ; 0,152 ; 0,111 ; 0,096 e 0,065 kGy/h. Os dosímetros foram irradiados em ambas as fontes com doses de 200 e 500 Gy. O desvio padrão da média (1σ) entre as taxas de dose aplicadas foi de

aproximadamente 0,5%. Os resultados obtidos podem ser observados na figura 20, onde cada ponto é a média aritmética de 3 dosímetros.

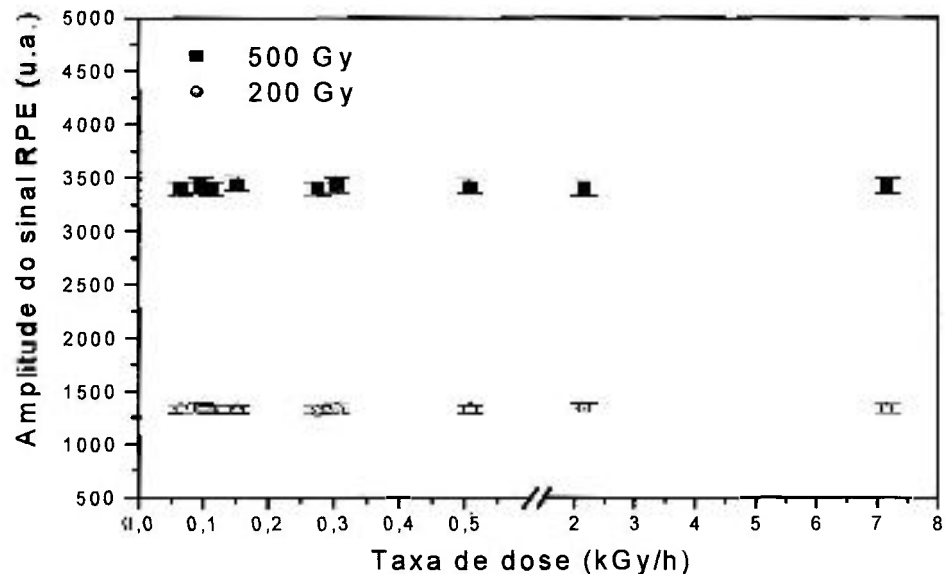


Figura 20 - Dependência do sinal RPE em função das taxas de dose aplicadas.

6.3.8 Teste de decaimento do sinal RPE em função do tempo e da condição de armazenamento

Para a verificação do decaimento do sinal RPE em função do tempo decorrido e da condição de armazenamento após irradiação, os detectores foram avaliados em três condições de armazenamento.

- **Condições ideais:** os detectores foram mantidos em dessecador e ao abrigo da luz;
- **Condição de exposição à luz natural:** os detectores foram mantidos expostos à luz natural;

- **Condição de exposição à luz fluorescente:** os detectores foram mantidos em uma sala escura, onde foi montado um arranjo com 4 lâmpadas fluorescentes a um metro de distância dos detectores, que permaneceram acesas durante o experimento.

Para cada condição foram irradiados 5 dosímetros simultaneamente, a dose aplicada foi de 500 Gy. A primeira leitura dos detectores, denominada zero dia, foi efetuada imediatamente após a irradiação. Para as demais leituras seguiu-se a tabela 10.

Tabela 10 - Tempo decorrido de manutenção dos detectores nas condições de estudo.

Leitura	Tempo decorrido (dias)
1 ^a	Zero
2 ^a	1
3 ^a	2
4 ^a	3
5 ^a	8
6 ^a	15
7 ^a	36
8 ^a	57
9 ^a	64
10 ^a	67
11 ^a	127

Após 67 dias ou a 10^a leitura, os detectores expostos à luz natural e à luz fluorescente foram colocados junto com os armazenados em condições ideais. Após 60 dias em condições ideais foi efetuada a 11^a leitura.

O decaimento do sinal RPE dos detectores expostos à luz natural foi de 45% em 67 dias. Após serem retirados desta condição e armazenados em condições ideais, nota-se que o decaimento permanece inalterado.

Os detectores expostos à luz fluorescente e os mantidos em condições ideais apresentaram decaimento de aproximadamente 2%. Os resultados obtidos podem ser vistos na figura 21.

O rápido decaimento do sinal para estocagem em condições de luz natural pode estar relacionado com alteração de temperatura, pois estes detectores foram posicionados em local sem controle de temperatura, os demais ficaram em ambiente com temperatura em torno de 22 °C.

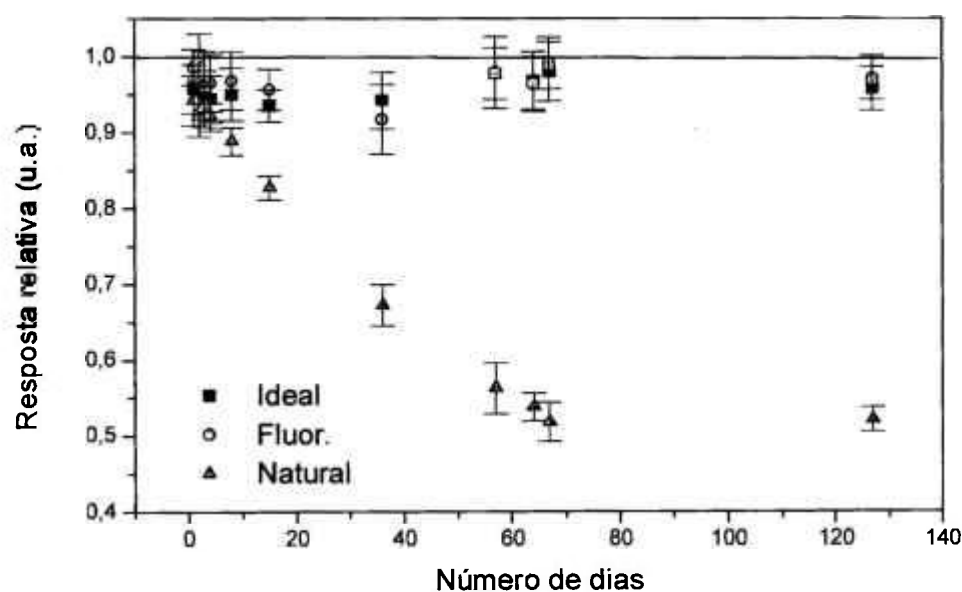


Figura 21 - Decaimento do sinal RPE em função do tempo e da condição de armazenamento.

6.3.9 Dependência energética do sinal RPE

Para avaliação da dependência energética do sinal RPE com a radiação gama e X incidente foram irradiados 3 dosímetros para cada energia com dose de 10 Gy, no intervalo de energias entre 14,3 e 1250 keV. Os resultados obtidos foram normalizados para a resposta referente ao ^{60}Co . Pode se observar uma maior dependência do sinal RPE com a energia da radiação X incidente na região entre 14,3 e 125 keV, região de predominância de efeito fotoelétrico, que varia com o número efetivo (Z^5), quando passa a ser praticamente independente da energia. As respostas não foram corrigidas para absorção na parede do dosímetro e no ar, o que reduziria a dependência energética no intervalo entre 14,3 e 50 keV. A figura 22 mostra os resultados obtidos.

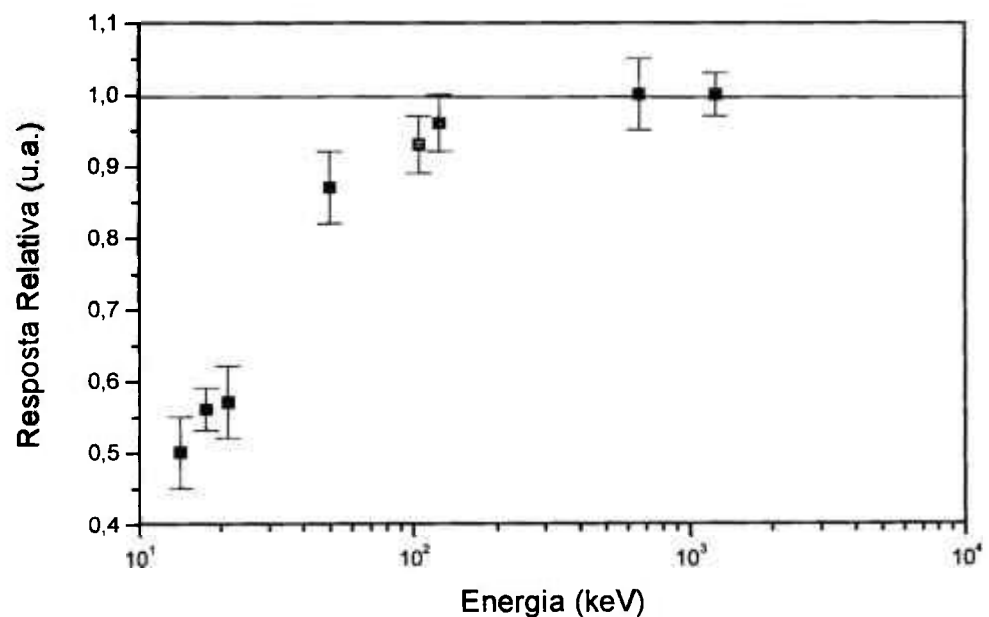


Figura 22 - Resposta relativa dos dosímetros irradiados em feixes de fótons de diferentes energias.

6.3.10 Curva dose-resposta

Definidas as condições de leitura e conhecido o desempenho dos dosímetros, construiu-se a curva de resposta dos dosímetros em função da dose.

Para construção da curva dose-resposta os dosímetros foram irradiados na fonte Panorâmica a 40 cm atrás da fonte à meia altura, com doses entre 0,2 e 500 Gy. Para doses entre 1 e 200 kGy foi utilizada a fonte Gammacell, os dosímetros foram posicionados à meia altura no centro da câmara de irradiação. Para cada ponto da curva foram irradiados 3 dosímetros. A curva de dose-resposta obtida apresenta uma região de linearidade entre 10 Gy e 10^5 Gy e, a partir deste ponto, nota-se o início da saturação da resposta. Os resultados podem ser observados na figura 23.

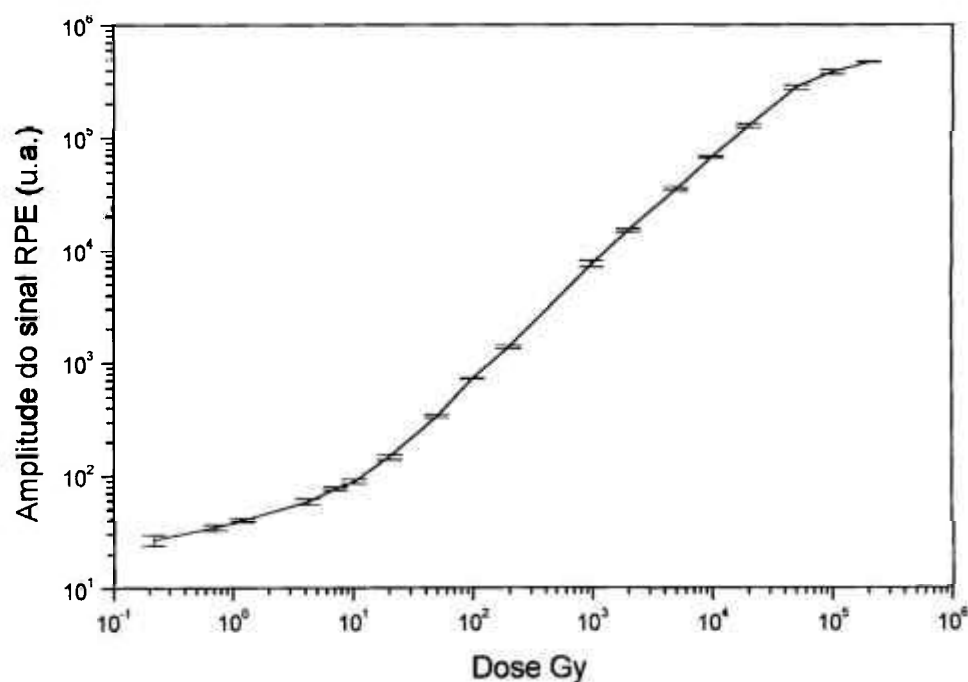


Figura 23 - Curva de dose-resposta para dosímetros de alanina encapsulada em tubete de polietileno.

6.3.11 Limite mínimo de detecção

O limite mínimo de detecção calculado foi de 0,3 Gy, determinado tomando-se 3 vezes o desvio padrão da média de 10 leituras da menor leitura significativa somada ao valor da média multiplicado pelo fator de calibração.

6.4 Teste de confiabilidade do sistema dosimétrico

Para o teste de confiabilidade do sistema dosimétrico foram irradiados 15 dosímetros com doses desconhecidas, 3 dosímetros para cada dose, na fonte Panorâmica para que, com a curva de dose-resposta, ajustada pelo método dos mínimos quadrados, as doses fossem calculadas. A tabela 11 mostra os resultados obtidos.

Tabela 11 - Resultados do teste de confiabilidade do dosímetro.

Dose Real (Gy)	Dose Avaliada (Gy)	Diferença (%)
50	50	0
100	101,4	1,4
500	490	2
900	872	3
7000	6800	2,8

6.5 Intercomparação com o programa IDAS

Em 1996, a pedido do Laboratório de Dosimetria da Coordenadoria de Aplicações na Engenharia e na Indústria – TE-IPEN, atual Centro de Tecnologia das Radiações – CTR-IPEN, a Agência Internacional de Energia Atômica (IAEA),

através do programa IDAS, enviou um conjunto padrão com 3 dosímetros de alanina para serem irradiados junto com a solução de Fricke em uma fonte de ^{60}Co para certificar uma única posição. A fonte escolhida foi a tipo Panorâmica, e a posição foi a de 40 cm atrás da fonte à meia altura. Após a irradiação, os dosímetros de alanina foram enviados para a Agência junto com o resultado obtido com a solução de Fricke. Com o resultado obtido pela Agência com os dosímetros de alanina/IDAS a posição de irradiação foi certificada [21].

No mês de maio de 1999 foi realizado um novo teste com um conjunto de 3 dosímetros de alanina/IDAS n. 149 - 97 - 42 enviados pela Agência a pedido do Departamento de Metrologia das Radiações – NM-IPEN

A fonte e a posição escolhida foi a mesma certificada anteriormente. Os dosímetros de alanina/IDAS foram irradiados junto com 3 dosímetros de alanina tipo tubete desenvolvidos neste trabalho.

Após a irradiação os dosímetros alanina/IDAS foram enviados para a Agência. Os dosímetros alanina/tubete foram avaliados utilizando a curva dose-resposta deste trabalho. Os valores obtidos e os valores enviados pela Agência podem ser vistos na tabela 12, onde é confirmada e certificada a posição de irradiação.

Tabela 12: Resultado da intercomparação com o programa IDAS.

Posição de irradiação (cm)	Dosímetro/IDAS Dose (Gy)	Dosímetro/Tubete Dose (Gy)	Dose Tubete/IDAS
40	149	150	1,006

7 CONCLUSÃO

A reprodutibilidade, o largo intervalo de linearidade, a estabilidade do sinal, a baixa dependência energética, a facilidade de manuseio e o fato do polietileno não apresentar sinal RPE, mesmo em doses elevadas, indicam que o dosímetro proposto, isto é, alanina encapsulada em tubo de polietileno é adequado para aplicação na dosimetria de doses altas pela técnica de RPE, e a técnica de encapsulamento pode ser empregada para qualquer outro material.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - ABRAGAM, A.; BLEANEY, B. **Electron Paramagnetic Resonance of Transition Ions**. New York, N.Y: Dover Publications, INC, 1986.
- 2 - ALENCASTRO, R. B.; PEIXOTO, J. S.; PINHO, L. R. N. **Química Orgânica**, Ed. Guanabara Koogan S.A., 1978.
- 3 - ALGER, R. S. **Electron Paramagnetic Resonance: London. Techniques and Applications**, Interscience. 1964.
- 4 - ALLINGER, N. L.; CAVA, M. P.; JONGH, D. C.; JOHNSON, C. R.; LABEL, N. A; STEVENS, C. L. **Organic Chemistry**, New York, N. Y.1976.
- 5 - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard Practice for Application of Dosimetry in the Characterization and Operation of a Gamma Irradiation Facility for Food Processing**. Oct. 6-11. (ASTM E-1024), 1991.
- 6 - AMERICAM SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard Guide for Selection and Applications of Dosimetry Systems for Radiation Processing of Food**. Oct. 6-11. (ASTM E-1261), 1991.
- 7 - AMERICAM SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard Practice for Use of Alanine-EPR Dosimetry System**. v. 12.02, p. 855-860. (ASTM E-1607), 1994.
- 8 - ASSENHEIM, H. M. **Introduction to Electron Spin Resonance**.London. Hilger & Watts LTD, 1966.

- 9 - ATTIX, F. H. **Introduction to Radiological Physics and Radiation Dosimetry**. London. John Wiley & Sons, 1986.
- 10 - ATTIX, F. H.; ROESCH, W. C. **Radiation Dosimetry**. New York, N. Y. Academic Press, v. 1 e 3, 1968.
- 11 - BARTOLOTTA, A. ; CACCIA, B.; INDOVINA, P. L.; ONORI, S.; ROSATI, A. **Application of Alanine-based Dosimetry. In High-dose Dosimetry, Proc. Symp. Vienna, p. 245. IAEA, Vienna, 1984.**
- 12 - BERMAN, F.; DE CHOUDENS, H.; DESCOURS, S. **Application à la Dosimétrie de la Mesure par Résonance Paramagnétique Électronique des Radicaux Libres Créés dans les Acides Aminés. In Advances in Physical and Biological Radiation Detectors, Proc. Symp. 1970, Viena. Proceedings... Viena: IAEA,1971. p.311.**
- 13 - BERSOHN, M.; BAIRD, J. M. **An Introduction to Electron Paramagnetic Resonance**. New York, N. Y. W. A. Benjamin, INC,1966.
- 14 - BRADSHAW, W. W.; CADENA, D. G.; CRAWFORD, G. W.; SPETZLER, H. A. The Use of Alanine as a Solid Dosimeter. **Radiat. Res.**, v. 17, p. 11-21, 1962.
- 15 - BURICE, P. Y. **Organic Chemistry**. New Jersey. University of California – Santa Barbara Prentice Hall-Upper Saddle River, 1998.
- 16 - CABRAL-PIETRO, A; RUBIO, J.; JIMÉNEZ-DOMINGUEZ, H. The Resolution-enhanced ESR Powder Spectrum of Gamma-ray and UV-light Irradiated Unbound – and Silicone-bound-alanine and its Satellite Lines. **Appl. Radiat. Isot.**, v. 51, p. 675-687, 1999.
- 17 - CAMPOS, M. M. **Fundamentos de Química Orgânica**. São Paulo, S. P. Ed Edgard Blücher Ltda, 1980.

- 18 - CARACELLI, I.; TERRILE, M. C.; MASCARENHAS, S. Electron Spin Resonance Dosimetric Properties of Bone. **Health Phys.**, v.50 (2) , p. 259-263, 1986.
- 19 - CONINCKS, H.; SCHÖNBACHER, H.; ONORI, S.; BARTOLOTTA, A. Alanine Dosimetry as the Reference Dosimetric System in Accelerator Radiation Environments. **Appl. Radiat. Isot.**, v. 40 (10 - 12), p. 977-83, 1989.
- 20 – COSTA, Z. M. **Desenvolvimento de Sistemas de DL-alanina para Dosimetria da Radiação Gama e de Elétrons.** São Paulo: 1994. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.
- 21 - GALANTE, A. M. S. **Caracterização de Compostos Químicos para Dosimetria das Radiações em Processos Industriais.** São Paulo: 1999. Dissertação (Mestrado) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.
- 22 - GEJVALL, T.; LÖFROTH, G. Radiation Degradation of Some Crystalline Amino Acids. **Radiat. Effec.**, v. 25. p187-190, 1975.
- 23 - GORDY, W.; ARD, W. B.; SHIELDS, H. **Microwave Spectroscopy of Biological Substances. I - Paramagnetic Resonance in X Irradiated Amino Acids and Proteins.** Proc Nat. Acad. Sci., v.41, p. 983-996, 1955.
- 24 - GREENSTEIN, J.; WINITZ, M. **Chemistry of the Amino Acids.** New York, Robert E. Krieger Publishing Company, INC, 1986.
- 25 - GRIFFIN JR, R. W. **Química Orgânica Moderna.** Barcelona: Ed Reverté, cap 12 e 17, 1970.
- 26 - HANSEN, J. W.; OLSEN, K. J. ; WILLE, M. The Alanine Radiation Detector for High - and Low LET Dosimetry. **Radiat. Prot. Dosim.**, v. 19, 43, 1987.

- 27 - HASKELL, E. H.; HAYES, R. B.; KENNER, G. H. A High Sensitivity EPR Technique for Alanine Dosimetry. **Radiat. Prot. Dosim.**, v 77 (1/2), 43-49, 1998.
- 28 - IKEYA, M.; MIYAJIMA, J.; OKAJIMA, S. ESR Dosimetry for Atomic Bomb Survivors Using Shell Butons, and Tooth Enamel. **Jpn. J. Appl. Phys**, v.23, p. 679-710, 1984.
- 29 - JANOVSKY, I.; HANSEN, J. W.; CERNOCH, P. A Polymer-Alanine Film for Measurements of Radiation Dose Distributions. **Appl. Radiat Isot.**, v.39, n 7, p. 651-57, 1988.
- 30 - KASE, K. R.; BJÄRNGARD, B. E; ATTIX, F. H. **The Dosimetry of Ionizing Radiation**. Acad. Press, v.1, 1985.
- 31 - KEIZER, P. N.; NOTON, J. R.; PRESON, K. F. Electron Paramagnetic Resonance Radiation Dosimetry: Possible Inorganic Alternatives to the EPR/Alanine Dosimeter. **J. Chem. Soc. Faraday Trans.**, v. 87 (19), p 3147-9, 1991.
- 32 - KOJIMA, T.; TANAKA, R.; MORITA, Y. Alanine Dosimeters Using Polymers as Binders. **Appl. Radiat. Isot.** v. 37, p.517-20,1986.
- 33 - MANN, W. B.; RYTZ, A.; SPERNOL, A. Radioactivity Measurements: Principles and Practice. Definitions, Quantities, Symbols and Units; Some Useful Constants and Relations. **Appl. Rad. Isot.**, v. 39, n. 8, p. 747-753, 1988.
- 34 - MCLAUGHLIN, W. L.; DESROISIERS, M. F. Dosimetry Systems for Radiation Processing. **Radiat. Phys. Chem.** v. 46, n.4-6, p. 1163-1174, 1995.
- 35 - MCLAUGHLIN W. L.; BOYD, A. W.; CHADWICK, K.; MCDONALD, J. C.; MILLER A. **Dosimetry for Radiation Processing**. New York, Philadelphia. Taylor & Francis, London,1989.

- 36 - MCMILLAN, J. A . **Paramagnetismo Eletrônico** ., Washington, D.C. Editora Eva V. Chesneau. Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico, 1975.
- 37 - MORAES, R. **Química Orgânica**. Cap. 5 e 20. Ed Saraiva, 1976.
- 38 - MORRISON, R. T.; BOYD, R. N. **Química Orgânica**, 1ª edição, 1966
- 39 - MORRISON, R. T.; BOYD, R. N. **Química Orgânica** , 2ª ed. en Español, New York University, 1983.
- 40 - NAM, J. W. High-dose Standardization and Dose Assurance. **Radiat. Phys. Chem.** v. 34, n.3 , p. 399-401, 1989.
- 41 - OLSSON, S. K.; BADHERIAN, S.; LUND, E.; CARLSSON, G. A.; LUND, A. Ammonium Tartrate as an ESR Dosimeter Material. **Appl. Radiat. Isot.**, v.50, p. 955-65, 1999.
- 42 - PAKE, G . E. **Paramagnetic Resonance** ., New York, N. Y. Washington University , W. A Benjamin, INC, 1962.
- 43 - REGULA, D. F.; DEFFNER, U.; TUSCHY, H. A. **A practical High-level Dose Meter Based on Tissue-Equivalent Alanine**. In: International Atomic Energy Agency. Standardization and High-dose Intercomparison for Industrial Processing, September 25-29, 1978 Viena.: Advisory Group Meeting on Held in Viena, Technical Reports, Series No. 205, p. 139-151.
- 44 - REGULLA, D. F.; DEFFNER, U. Dosimetry by ESR Spectroscopy of Alanine. **Int. J. Appl. Radiat. Isot.**, v 33: p. 1101-14, 1982.
- 45 - REGULLA, D. F.; DEFFNER, U. **Progress in alanine/ESR Transfer Dosimetry**. In **High-Dose Dosimetry**, Proc. Symp. Vienna 1984, p.221. IAEA, Vienna, 1985.

- 46 - SATO, K. Study of an Asymmetric ESR Signal in X-irradiated Human Tooth Enamel. **Calcif. Tissue Int.** , v.29 , p. 95-99, 1979.
- 47 - SCHAEKEN, B.; SCALLIET, P. One Year of Experience with Alanine Dosimetry. **Radiotherapy** v. 47 (11-12), 1177-1182, 1996.
- 48 - SHARPE, P. H. G.; RAJENDRAN, K.; SEPTON, J. P. Progress Towards an Alanine/ESR Therapy Level Reference Dosimetry Service at NPL. **Appl. Radiat. Isot.** v. 47, n.11-12, p.1171-1175, 1996.
- 49 - SCHNEIDER M. K. H.; KRYSZEK, M.; SCHNEIDER, C. C. J. **Dosimetry of Electron and Gamma Radiation with Alanine/ESR Spectroscopy.** In High-Dose Dosimetry, Proc. Symp. Vienna 1984, p. 237. IAEA, Vienna, 1985.
- 50 - SOLOMONS, T. W. G. **Química Orgânica**, Rio de Janeiro, 1ª edição, 1983, reimpressão 1994.
- 51 - TECHNICAL REPORTS SERIES n. 205. **High-dose Measurements in Industrial Radiation Processing.** Report of an Advisory Group Meeting on Standardization and High-dose Intercomparison for Industrial Processing Organized by the International Atomic Energy Agency and Held in Vienna, September 25-29, 1978. IAEA, Vienna - 1981.
- 52 - TEDDER, J. M. **Química Orgânica.** Un Método Mecanicista part 1 e part 2, 1969.
- 53 - ZAGÓRSKI, Z.P. Role of the Matrix in the Alanine-powder Dosimetry. **Radiat. Phys. Chem.**, v. 52. n. 1-6, p 575-578, 1998.
- 54 - WEBER, R. T. **EMX User's Manual.** Billerica, USA: EPR Division Bruker Instruments, Inc, 1995.

55 - YAMASAKI, M. C. R. **Aplicações Industriais da Radiação**. São Paulo.
Publicação IPEN PM 1351 [s.d.]