

DESENVOLVIMENTO DE MOLDE METÁLICO PARA A FABRICAÇÃO DE PLÁSTICO CINTILADOR DE GRANDE VOLUME

Wilson A. Parejo Calvo, José Mauro Vieira, Paulo R. Rela, Wilson A. Bruzinga,
Eduardo P. Araujo, Nelson P. Costa Junior e Margarida M. Hamada

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN-CNEN/SP
Caixa Postal 11049
05422-970, São Paulo/SP, Brasil

RESUMO

Os plásticos cintiladores são detectores de radiação, constituídos de produtos cintiladores dispostos em uma cadeia polimérica. Neste trabalho, estudou-se a fabricação dos plásticos cintiladores de grande volume (55 litros), pela polimerização do monômero de estireno contendo 0,4% e 0,04% em peso de PPO e POPOP, respectivamente. Pelo fato da reação de polimerização ser altamente exotérmica, construíram-se moldes metálicos de alumínio ASTM-1200 e aço inoxidável AISI 304, através do Processo de Soldagem TIG (Tungsten Inert Gas). Realizaram-se as medidas de Transmitância, Luminescência, Fluorescência de Raios-X e Produção de Luz nos plásticos cintiladores fabricados em diferentes moldes metálicos, cujos valores foram comparados com os obtidos nos plásticos produzidos em molde de vidro Pyrex. Os resultados da caracterização do detector produzido em sistema aberto, no molde de alumínio ASTM 1200, mostram que não há alteração na qualidade do plástico cintilador, apesar deste material não ser estável ao monômero de estireno. A análise da relação custo-benefício indica o molde de alumínio ASTM 1200 como a melhor alternativa para a produção de detectores polimerizados em sistema aberto.

I. INTRODUÇÃO

Os cintiladores sólidos muito utilizados como detectores de radiação são: cristais inorgânicos, orgânicos e plásticos^[1,2]. Dentre eles, os plásticos cintiladores possuem as seguintes vantagens: (a) não são higroscópicos, (b) têm estabilidade térmica alta, (c) têm resistência mecânica elevada, (d) fáceis de serem obtidos no tamanho e na configuração geométrica desejada e (e) baixo custo de produção. Estas características tornam os plásticos cintiladores materiais de fácil manuseio na usinagem, no transporte e na operação, além da possibilidade de fabricação dos detectores de grande volume. São utilizados nas diferentes configurações de detectores de radiação: (a) detectores de grande volume, (b) blindagens ativas (Supressores Compton) e (c) detectores de corpo inteiro, aplicados em Astrofísica, Medicina e Física Nuclear, Proteção Radiológica e Estudos Nutricionais^[3,4].

O plástico cintilador é constituído de um ou mais produtos cintiladores (PPO, p-terfenil PBD e POPOP) dispostos em uma cadeia polimérica. Os polímeros mais adequados são aqueles que possuem hidrocarbonetos aromáticos nas suas moléculas, tais como poliestireno e poliviniltolueno^[2,5].

Atualmente, os plásticos cintiladores de pequeno volume (até 9 litros) são produzidos rotineiramente no IPEN-CNEN/SP pela polimerização do monômero de estireno, contendo os cintiladores PPO e POPOP, utilizando-se moldes de vidro Pyrex, inertes ao estireno^[2,6]. No entanto, em virtude da polimerização do estireno ser uma reação altamente exotérmica, recomenda-se a utilização de moldes metálicos para a fabricação de detectores de grande volume^[6].

O monômero de estireno é uma substância química altamente reativa e dentre os metais disponíveis para a confecção do molde, o aço inoxidável é o mais estável em contato com o estireno. No entanto, por apresentar custo elevado e dificuldade na desmoldagem do plástico, procurou-se como alternativa utilizar o molde de alumínio. Estudos preliminares de contaminação com o alumínio foram realizados em virtude da sua instabilidade em contato com o estireno^[6].

Na fabricação dos moldes metálicos em alumínio ou aço inoxidável, emprega-se o Processo de Soldagem TIG (Tungsten Inert Gas), o qual utiliza o calor produzido pelo arco formado entre um eletrodo não consumível de tungstênio e o metal de base, para viabilizar uma solda (Figura 1). A soldagem pode ser feita com ou sem metal de

adição e pode ser manual ou automática. Um gás inerte, como o argônio, é soprado ao redor do arco elétrico, a fim de protegê-lo de sujeiras e contaminações pelo ar atmosférico que contém oxigênio, hidrogênio e nitrogênio [7,8].

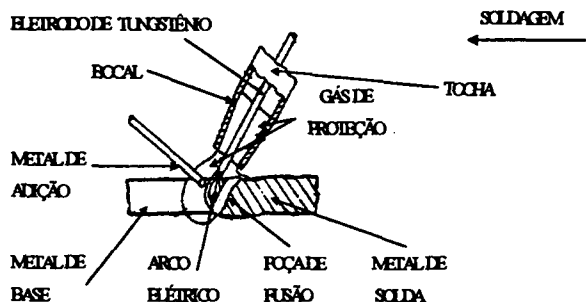


Figura 1. Processo de Soldagem TIG.

O objetivo do presente trabalho é avaliar a aplicação de moldes metálicos para a fabricação de plástico cintilador de grande volume, utilizando-se aço inoxidável AISI 304 e alumínio ASTM 1200. Estudos de Transmitância, Luminescência, Fluorescência de Raios-X e Produção de Luz foram realizados nas amostras de detectores plásticos cintiladores fabricados nos moldes metálicos, comparando-se com os resultados obtidos para o molde de vidro Pyrex.

II. MATERIAIS E MÉTODOS

Os moldes metálicos foram confeccionados a partir de chapas de alumínio ASTM 1200 e de aço inoxidável AISI 304 de 3000x1200mm, com espessuras de 2,0mm e 3,2mm, respectivamente. Após dobrarem-se as chapas na forma de moldes trapezoidais, empregou-se o processo de soldagem por fusão a Arco Tungstênio com Atmosfera Gasosa (TIG). As soldagens foram manuais, em juntas tipo topo, único passe, sem adição de material, em corrente alternada (CA) para o alumínio e em corrente contínua polaridade direta (CC⁺) para o aço inoxidável. Os parâmetros operacionais para soldagem dos moldes metálicos pelo processo TIG encontram-se na Tabela 1.

O equipamento utilizado na soldagem foi o da marca Esab-Oxiplasma, modelo TA 300 AC/DC, corrente máxima de 300A, cujo esquema encontra-se na Figura 2. O processo, os procedimentos, os parâmetros de soldagem e a geometria da junta de solda foram os recomendados pela literatura em função das espessuras das chapas e dos tipos de materiais soldados [9,10].

Na fabricação dos plásticos cintiladores, o monômero de estireno foi bidestilado com o intuito de retirar as impurezas e o inibidor. O inibidor é adicionado pelo fabricante, para se evitar a reação de polimerização durante o transporte e a estocagem do monômero.

Os moldes de alumínio, aço inoxidável e vidro, com volumes internos de 80, 70 e 3 litros, respectivamente, foram decapados, desengraxados e preenchidos com solução cintiladora contendo: monômero de estireno, 0,4% de PPO e 0,04% de POPOP (porcentagens em peso). Deixou-se o espaço vazio de 15% do volume interno de cada molde, para efeito de expansão dos gases durante o processo de polimerização^[11]. Instalaram-se termopares tipo K (Cromel-Alumel) nos moldes para o controle de temperatura da reação.

TABELA 1. Parâmetros Operacionais para Soldagem dos Moldes Metálicos de Alumínio ASTM 1200 e Aço Inoxidável AISI 304 pelo Processo TIG.

PARÂMETROS	VALORES	
	Molde de Alumínio	Molde de Aço Inoxidável
Corrente	40A (CA)	65A (CC ⁺)
Tensão	7V	12V
Distância do Arco Elétrico	3mm	3mm
Eletrodo	W; Ø=2,4mm	W-2%Th; Ø=2,4mm
Gás de proteção	Ar(SB); 8L/min	Ar(SB); 8L/min

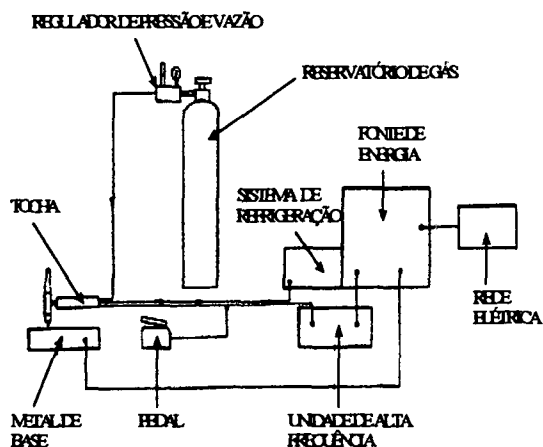


Figura 2. Esquema Simplificado do Equipamento Necessário no Processo de Soldagem TIG.

- Os plásticos cintiladores foram produzidos em:
- sistema fechado, no qual utilizaram-se os moldes de aço inoxidável AISI 304 e de vidro Pyrex. Os moldes foram selados, após três etapas sucessivas de congelamento e descongelamento à vácuo ($1,0 \times 10^{-2}$ mbar) da solução cintiladora em nitrogênio líquido (Figura 3). Durante os 60 dias de polimerização, aumentou-se gradativamente a

temperatura dos moldes em banho de óleo, entre 25°C e 120°C, seguido de resfriamento controlado até 25°C;

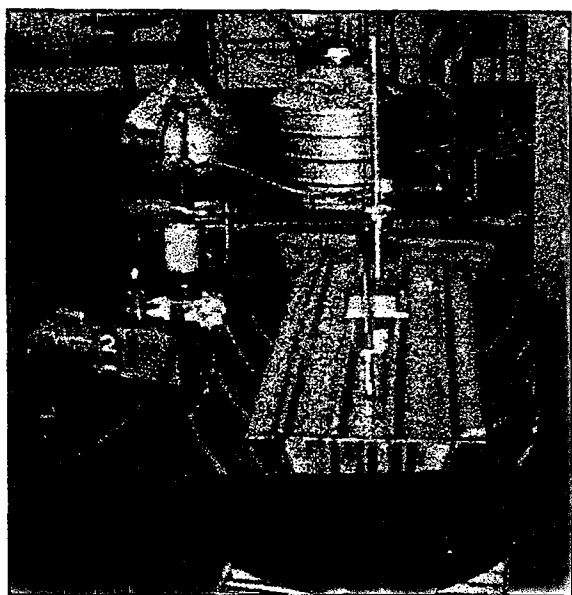


Figura 3. Fabricação de Plástico Cintilador em Molde de Aço Inoxidável AISI 304 durante o Processo de Congelamento a Vácuo em Nitrogênio Líquido.

- sistema aberto, no qual utilizou-se o molde de alumínio ASTM 1200, adicionando-se 0,01% em volume de catalisador à solução cintiladora. Manteve-se um fluxo de nitrogênio gasoso de 25L/h durante os 10 dias de polimerização, com aquecimento e resfriamento controlado (25°C a 120°C). Projetou-se um sistema de condensação no tubo de saída dos gases do molde, evitando a perda excessiva de monômero de estireno para o ambiente (Figura 4).

Após a desmoldagem dos plásticos cintiladores, as amostras foram usinadas e polidas nas dimensões desejadas. As propriedades ópticas dos detectores foram determinadas por meio de ensaios de Transmitância, utilizando-se o Espectrofotômetro UV-Visível modelo DMS-100, marca Intralab. A região espectral de abrangência para o comprimento de onda foi de 300nm a 800nm.

O espectro de Emissão de Luminescência foi determinado utilizando-se um monocromador modelo FP550A, marca JASCL. Uma fonte radioativa de ^{22}Na foi posicionado em frente ao plástico cintilador. A luz emitida pelo cintilador foi filtrada pelo monocromador acoplado opticamente a uma fotomultiplicadora modelo R329 da Hamamatsu. A fotomultiplicadora converteu os pulsos de luz em impulsos elétricos, os quais foram analisados pelo sistema constituído de um pré-amplificador modelo 276, um amplificador modelo 474 e um contador de pulsos

associado a um cronômetro modelo 776, todos da marca Ortec. Construiu-se este espectro, efetuando as contagens de pulso na presença da fonte radioativa para os comprimentos de onda entre 300nm a 800nm.

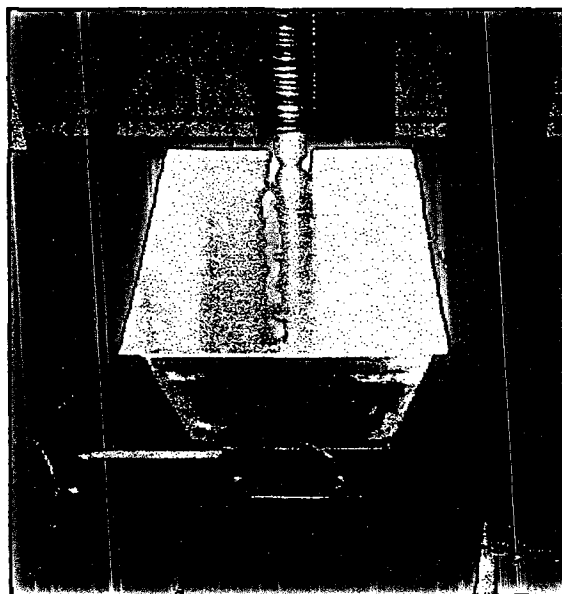


Figura 4. Fabricação de Plástico Cintilador em Molde de Alumínio ASTM 1200 durante o Processo de Aquecimento em Banho de Óleo.

Avaliou-se a presença de contaminantes (Al, Cu, Si, Mn, Zn, Ni, Cr, Fe, P e S) provenientes dos moldes metálicos nos plásticos cintiladores produzidos, pela análise qualitativa por Fluorescência de Raios-X, utilizando-se um Espectrômetro de Fluorescência de Raios-X, modelo semi automático, marca Rigaku-Denki.

Avaliou-se o rendimento da Produção de Luz dos detectores plásticos produzidos nos moldes metálicos pela comparação da sua altura de pulso com o plástico confeccionado no molde de vidro. Para a medida da altura relativa de pulso, acoplou-se estes detectores com graxa de silicone ultra puro (Dow Corning 0,5McStokes) a uma fotomultiplicadora bi-alcalina, modelo XP2202B, marca Amperex, conectada a um pré-amplificador modelo 276 da Ortec. A saída do sinal deste sistema foi injetada em um amplificador modelo 450, marca Ortec. A altura de pulso foi avaliada pela posição do pico de contagem máxima em um analisador multicanal modelo 918 da Ortec. A altura relativa do pulso foi expressa em termos fracionais, tomando-se o resultado dos plásticos confeccionados nos moldes metálicos como numerador e o plástico confeccionado no molde de vidro Pyrex como denominador.

III. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 5 mostra o plástico cintilador de grande volume (55 litros) fabricado no formato trapezoidal, com as seguintes dimensões:

- comprimento = 1200mm;
- altura = 190mm;
- base maior = 290mm e
- base menor = 190mm.

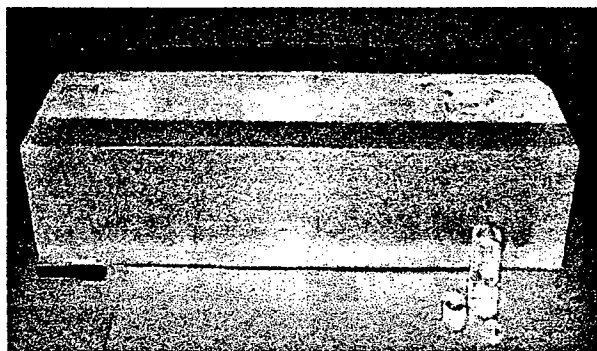


Figura 5. Plástico Cintilador de Grande Volume.

A Figura 6 ilustra os espectros de Luminescência e Transmitância em função do Comprimento de Onda. Observa-se nesta figura que não existem diferenças significativas entre os plásticos cintiladores provenientes dos três tipos de molde (vidro, alumínio e aço inoxidável). O comprimento de onda de emissão máxima de luminescência é de 450nm, cujo valor está de acordo com a literatura^[2,5]. A transmissão óptica no intervalo de luminescência é aproximadamente 80%. Estes resultados apresentam transmitância adequada com a região de luminescência do detector, independente do tipo de molde.

Os contaminantes metálicos encontrados nas análises das amostras de plásticos cintiladores por Fluorescência de Raios-X estão abaixo da sensibilidade da técnica (<0,005%). Nesta análise não foram detectados elementos químicos provenientes dos moldes metálicos, cujas concentrações possam comprometer a qualidade óptica dos detectores.

A Figura 7 apresenta os espectros das três amostras de plásticos cintiladores excitadas com a radiação alfa da fonte de ²⁴¹Am. Comparando-se as alturas de pulsos nos picos dos espectros, as produções de luz dos detectores fabricados em moldes metálicos relativa à do molde de vidro estão próximas do valor 1, não apresentado diferenças significativas.

A Figura 8 ilustra os espectros das três amostras excitadas com a radiação gama da fonte de ¹³⁷Cs. Pela análise das alturas de pulso, a produção de luz fabricados em moldes metálicos relativa ao do molde de vidro é de 1,09 e 1,07 para os moldes de alumínio e aço inoxidável, respectivamente. Estes resultados mostram que a concentração traço de alumínio do molde, não altera a

qualidade do plástico cintilador.

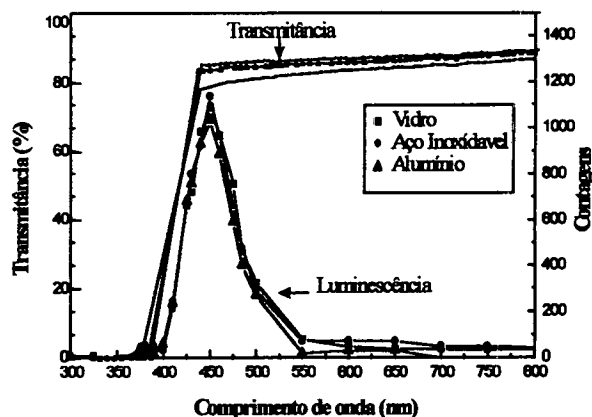


Figura 6. Gráficos de Transmitância e Luminescência em função do Comprimento de Onda dos Plásticos Cintiladores Fabricados nos Moldes de Vidro Pyrex, Alumínio ASTM 1200 e Aço Inoxidável AISI 304.

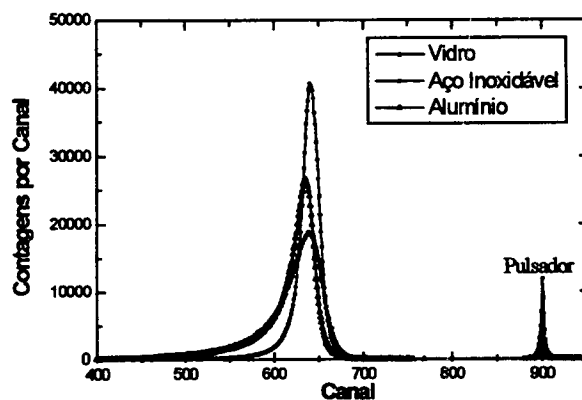


Figura 7. Espectros da Radiação Alfa do ²⁴¹Am dos Plásticos Cintiladores Fabricados nos Moldes de Vidro Pyrex, Alumínio ASTM 1200 e Aço Inoxidável AISI 304.

Na avaliação da relação custo-benefício para a fabricação do plástico cintilador considera-se: as propriedades físico-químicas do detector, o custo do molde metálico, o sistema e o tempo de polimerização.

Em função da reação de polimerização ser altamente exotérmica e provocar variações de pressões internas no molde de até 1170mbar a 150°C^[6], o vidro não é adequado para a fabricação dos plásticos cintiladores de grandes volumes. Portanto, recomenda-se a utilização de moldes metálicos na fabricação dos detectores de grande

volume. O aço inoxidável é o único metal estável ao monômero de estireno, no entanto, o processo de fabricação dos plásticos cintiladores em molde de aço inoxidável AISI 304, apresenta as seguintes desvantagens:

- dificuldade na desmoldagem do plástico cintilador, provocando trincas no detector e
- o custo da chapa é cerca de cinco vezes maior que a de alumínio ASTM 1200 (US\$ 500 e US\$ 100, aproximadamente).

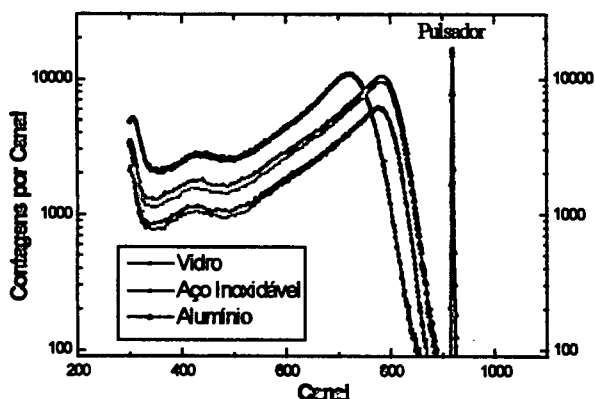


Figura 8. Espectro da Radiação Gama do ^{137}Cs nos Plásticos Cintiladores Fabricados nos Moldes de Vidro Pyrex, Alumínio ASTM 1200 e Aço Inoxidável AISI 304.

A fabricação dos plásticos cintiladores em sistema fechado, apresenta as seguintes desvantagens:

- dificuldade de reprodutibilidade, com a presença de bolhas e trincas no plástico cintilador;
- tempo longo de polimerização (60 dias);
- aumento nas etapas de preparação e
- necessidade de moldes reforçados, de chapas mais resistentes, elevando o seu custo.

A concentração de alumínio, a nível de traço (<0,005%), encontrada nos plásticos cintiladores fabricados em molde de alumínio ASTM 1200, não comprometem a qualidade do detector. Assim, os resultados encontrados neste trabalho mostram que a polimerização em sistema aberto, no molde de alumínio ASTM 1200, é a melhor alternativa para a fabricação de plásticos cintiladores de grande volume.

IV. CONCLUSÃO

Os resultados de caracterização do detector plástico cintilador de grande volume (Transmitância, Luminescência, Fluorescência de Raios-X e Produção de Luz) e a análise da relação custo-benefício de produção, permitem concluir pela validade do uso do molde de alumínio ASTM 1200, sem comprometer a qualidade do

detector polimerizado em sistema aberto.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] BIRKS, J. B. *The Theory and Practice of Scintillation Counter*. New York, N.Y.: MacMillan, 1964.
- [2] HAMADA, M. M.; MESQUITA, C. H. *Preparação de Detectores Plásticos Cintiladores e Caracterização dos Parâmetros Físico-Químicos*. São Paulo: 1988. (Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - Publicação 216)
- [3] MARTINI, E. *Desenvolvimento de um Detector de Corpo Inteiro com Supressão Compton para Pequenos Animais*. São Paulo: 1996. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.
- [4] SCHRAM, E. ; LOMBAERT, R. Preparation and Specific Properties of Organic Scintillators. In: *Organic Scintillators Detectors*. Elsevier Publishing Company. New York, 1963, p.40-73.
- [5] HURLBUT, C. R. Plastic Scintillators. *A Survey Trans. Am. Nucl. Soc.* v. 50, p. 20-22, 1985.
- [6] COULTER, K. E.; KEHDE, H.; HISCOCK, B. F. Styrene and Related Monomers. In: *Vinyl and Diene Monomers*. Edward C. Leonard Ed. Illinois, 1971, p. 479-576.
- [7] WAINER, E.; BRANDI, S. D.; MELLO, F. D. H. *Soldagem, Processos e Metalurgia*. Edgard Blücher Ltda. 494p. São Paulo, 1992.
- [8] AMERICAN WELDING SOCIETY. *Welding Handbook*. 575p. Miami, Flórida, 1978.
- [9] AMERICAN SOCIETY FOR METALS. *Metals Handbook: Welding, Brazing and Soldering*. V. 6, 9th edition, Ohio, 1983.
- [10] SCHWARTZ, M. M. *Metals Joining Manual*. McGraw-Hill Inc., USA, 1979.
- [11] BUCK, W. L.; SWANK, R.K. Preparation and Performance of Efficient Plastic Scintillators. *Nucleonics*. V. 11, p. 48-53, 1953.

ABSTRACT

The plastic scintillators are radiation detectors, made of organic fluorescent compounds dissolved in a solidified polymer matrix. The manufacturing process of large volume detectors (55 liters) at low cost, by polymerization of the styrene monomer plus PPO and

POPOP scintillators, was studied in this paper. Metallic molds of aluminum ASTM 1200 and stainless steel AISI 304 were produced by TIG welding process since the polymerization reaction is very exothermic. The measurements of Transmittance, Luminescence, X-Ray Fluorescence and Light Output were carried out in the plastic scintillators made using different metallic molds.

The characterization results of the detectors produced in an open system using aluminum ASTM 1200 mold show that there is not quality change in the plastic scintillator, even with aluminum being considered as unstable for styrene monomer. So, the aluminum ASTM 1200 mold was found to be the best alternative to produce the detector by an open system polymerization.