

PREPARAÇÃO DE DETECTORES PLÁSTICOS CINTILADORES E CARACTERIZAÇÃO DE PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS.

Margarida Mizue Hamada e Carlos Henrique de Mesquita
Departamento de Proteção Radiológica
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN
Comissão Nacional de Energia Nuclear- IPEN-CNEN/SP.

SUMÁRIO

Foram desenvolvidos em nossos laboratórios plásticos cintiladores à base de polímero estireno devidamente purificado adicionando-se cintiladores denominados PPO (1,4 difenil-oxazol) e POPOP 1,4-di-2-(5-fenil-oxazolil)-benzeno em proporções respectivas de 0,5 e 0,05%. Foram caracterizados vários parâmetros físico-químicos, a saber: fluorescência, densidade, temperatura máxima de deformação, índice de refração, peso molecular do polímero, características espectrométricas e altura de pulso relativa (comparada com o detector NE 102A). Os resultados obtidos foram semelhantes ao detector comercial NE 102A e aos descritos na literatura.

ABSTRACT

The development of plastic scintillators for using in the nuclear radiation detection is described. The detectors were fabricated by the polymerization of styrene with organic fluors. The organic fluors used were PPO (1,4 difenil-oxazol) and POPOP 1,4-di-2-(5-fenil-oxazolil)benzene in proportions of 0,5 and 0,05% respectively. Physical-chemistry parameters related to the quality of this detector are investigated at this laboratory. The evaluation of its fluorescence characteristics, density, melting softening, refractive index, molecular weight, gamma and alpha spectrometry characteristics and finally the comparative pulse height analysis indicate that the plastic scintillator produced at this laboratory is comparable with others already described.

INTRODUÇÃO

A radiação ionizante abrange amplo espectro de energia e variados tipos de interação com a matéria. Como consequência cada detector tem o seu campo de utilização delimitado pelo tipo de radiação, intervalo de energia e características próprias da sua resposta física.

Os cintiladores sólidos comumente utilizados nas medidas das radiações ionizantes são os cristais (inorgânicos e orgânicos) e plásticos. Os detectores plásticos cintiladores foram propostos como sensores de radiação desde a década de 50⁽²⁾, e dentre as suas principais vantagens pode-se citar:

1 - Sua resposta luminosa é extremamente rápida (~ 2 ns), sendo portanto indicados nos estudos em que se deseja estudar fenômenos que ocorrem em intervalos de tempo bastante próximos, como por exemplo nos estudos de reações nucleares,

2 - Não são higroscópicos, assim não necessitam de encapsulamento para evitar contacto com a umidade. Deste modo o plástico pode entrar em contacto direto com a radiação de tipo α e β , detectando-as com eficiência adequada,

3 - Os processos de usinagem são simples e não requerem procedimentos especiais,

4 - Podem ser construídos em diversos tamanhos e formatos,

5 - Devido à sua composição básica ser constituída de átomos C e H, os quais apresentam alta seção de choque para nêutrons energéticos, os plásticos cintiladores tornam-se excelentes detectores desses nêutrons,

6 - Suas características de estabilidade térmica, resistência mecânica e sua grande estabilidade à radiação, indicam-no para situações de monitorações tipo "CAMPO",

7 - São capazes de mensurar a radiação γ com facilidade,

8 - Sua fabricação é de baixo custo.

Os plásticos cintiladores são soluções sólidas, obtidos pela adição de compostos orgânicos fluorescentes em matrizes poliméricas. Os polímeros mais adequados são aqueles que possuem hidrocarbonetos aromáticos nas suas moléculas, como poliestireno, poliviniltoluenos e co-polímeros de metil metacrilato e estireno⁽⁴⁾. Dentre os compostos fluorescentes utilizam-se p-terfenil, PPO, PBD, POPOP, BBOT e BDB.

Desenvolveu-se em nossos laboratórios, plásticos cintiladores à base de polímero de estireno tri-destilado, com cintiladores denominados PPO (2,5 difenil-oxazol) e POPOP (1,4 - di-2-(5 fenil-oxazolil)-benzeno). Na caracterização destes plásticos, estudou-se parâmetros físicos e químicos como a densidade, o comprimento de onda em que se dá a máxima emissão de fluorescência, o peso molecular, a resolução energética para a radiação alfa e a altura de pulso em relação ao detector plástico comercial NE 102A.

MATERIAIS E MÉTODOS

Os detectores plásticos foram produzidos pela polimerização de monômero estireno, misturado com cintiladores PPO e POPOP em proporções de 0,5% e 0,05%, respectivamente. A polimerização foi induzida por elevação de temperatura, procedimento já descrito por Mesquita e Col.⁽⁷⁾. O monômero estireno foi previamente purificado por destilação à baixa pressão (10mmHg) à temperatura de 31°C. A eficiência da destilação foi determinada pela avaliação espectrofotométrica a um comprimento de onda de 320 nm, usando-se um espectrofotômetro Cary modelo 118. O monômero tri-destilado foi utilizado porque apresentou condições adequadas neste teste.

O comprimento de onda de emissão máxima de fluorescência foi avaliada por espectrofotômetro de fluorescência marca Perkin Elmer, modelo MPS-2A. Nes

te teste foram utilizados pequenos blocos do detector plástico, com 10 mm de diâmetro e um 1,5 mm de espessura. Nestas medidas avaliou-se o efeito da presença isolada dos cintiladores PPO, POPOP e da combinação de PPO com POPOP.

A densidade do bloco plástico foi determinada medindo-se a massa do bloco cintilador e o seu volume, tomando-se medidas precisas dessas grandezas. A temperatura de amolecimento do detector plástico foi avaliada por imersão do bloco em banho de óleo de silicone. Aumentava-se em degraus a temperatura do óleo e após um tempo de equilíbrio avaliava-se a dureza do plástico com uma espátula. O índice de refração foi determinado pela técnica de reflexão, usando-se um feixe de luz polarizada de laser He-Ne.

O peso molecular das moléculas do polímero foi determinada por inferência dos resultados da viscosidade do plástico, após dissolução em benzeno, utilizando-se um viscosímetro Cannon-Fenske⁽¹⁰⁾.

As características de espectrometria alfa do detector plástico foram determinadas em experimentos realizados na Pontifícia Universidade Católica de São Paulo e gentilmente fornecidas pela equipe do Dr. Marcelo Danny.

Avaliou-se o rendimento de luz do detector plástico produzido no IPEN por comparação de sua altura de pulso com um plástico proveniente da firma Nuclear Enterprise, modelo NE-102A. As dimensões desses dois plásticos foram de 50 mm de diâmetro e 50 mm de altura. Para a medida da altura relativa de pulso, acoplou-se esses detectores com silicone ultra puro a uma fotomultiplicadora marca RCA, modelo 8850, conectada à unidade Ortec, modelo 270 (Constant fraction Timing & PM Base). A saída de sinal desse sistema foi injetada em um amplificador Ortec modelo 450 (Research Amplifier). A altura de pulso foi avaliada pela posição do pico de contagem máxima, em um multicanal marca Ortec, modelo 7450. A altura relativa de pulso foi expressa em termos fracionais, tomando-se o resultado do plástico IPEN como numerador e do plástico NE 102A como denominador da razão.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As figuras 1a, 1b e 1c mostram as curvas de emissão de fluorescência dos detectores confeccionados. A figura 1a representa os resultados do plástico confeccionado com PPO. Desta figura infere-se que o plástico assim produzido tem um espectro de fluorescência com pico em 368 nm. A figura 1b mostra o detector plástico confeccionado somente com o cintilador POPOP e apresenta pico de fluorescência em 422 nm. Finalmente, a figura 1c indica que o plástico contendo PPO+POPOP, nas proporções de 0,5% e 0,05%, apresenta pico de fluorescência em 422 nm.

Utiliza-se a combinação PPO+POPOP por inúmeras razões, fugindo do escopo deste trabalho discutí-las. A referência bibliográfica (6) oferece subsídios básicos sobre este tema. As medidas das características da fluorescência foram incluídas em nossos testes, para confirmar se durante as etapas de confecção de nossos detectores, os cintiladores usados não foram danificados. Nossos resultados não sugerem espectros compostos diferentes daqueles esperados para o PPO e o POPOP⁽⁶⁾.

As densidades dos plásticos confeccionados acusaram um valor de 1,08 ± 0,01 g/cm³, comparável às dos detectores descritos na literatura^(4,8).

O índice de refração medido pela técnica da excitação com luz de laser He-Ne, polarizada, mostrou-se igual a 1,51. Esse valor está próximo do valor 1,58 descrito por Hurlbut⁽⁴⁾ e apresentado pela Nuclear Enterprises⁽⁸⁾.

A temperatura de deformação do plástico foi de 83°C, cujo valor está de acordo com detectores plásticos confeccionados com estireno, conforme relata Inagaki e Takashima⁽⁵⁾.

A estimativa do peso molecular da cadeia polimérica foi de 208.000 e

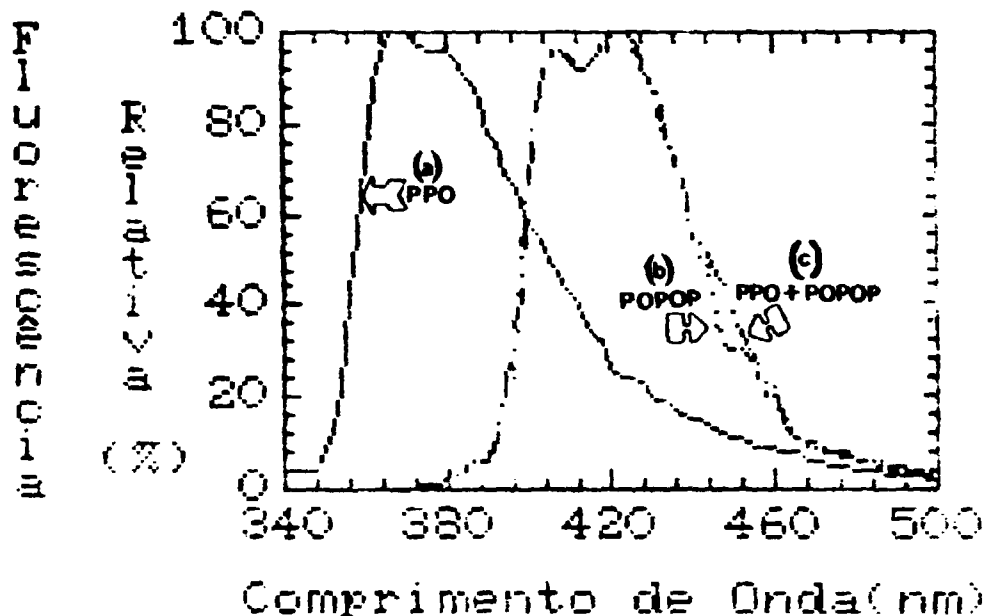


Figura 1 - Espectros de Fluorescência de uma Amostra do Plástico Cintilador.
 a) Somente com PPO (0,5%)
 b) Somente com POPOP (0,05%)
 c) Combinação de PPO (0,5%) e POPOP (0,05%)

assim podemos inferir que a cadeia contém em média 2000 unidades de estireno, portanto um polímero de alto peso molecular(10). É importante obter polímero de alto peso molecular porque o rendimento da produção de luz está relacionado com o tamanho da cadeia, conforme menciona Funt e Col.(3). Segundo esses autores o tamanho da cadeia polimérica exerce um papel importante no processo de transferência de energia, ou seja, polímeros de baixo peso molecular produzem detectores cintiladores de qualidade inferior.

A figura 2 ilustra o espectro alfa obtido para a radiação do ^{241}Am , de 5,64 MeV. Dessa figura infere-se que a resolução é da ordem de 10%. Este valor é satisfatório para vários tipos de medidas.

Similarmente, a figura 3a ilustra os resultados da espectrometria gama para as radiações do ^{22}Na (511 KeV e 1280 KeV), do ^{137}Cs (662 KeV) e do ^{60}Co (1173 e 1332 KeV) do detector IPEN. A figura 3b mostra os mesmos resultados para um detector NE 102A.

O detector plástico não possui grande capacidade de resolução para a radiação gama, entretanto, quando essa propriedade não tem maior importância na medida, ele pode ser usado. Exemplos dessas situações estariam as medidas de amostras contendo um único radioisótopo conhecido, ou radioisótopos com níveis energéticos distanciados.

Comparando-se as alturas dos pulsos nos picos dos espectros das figuras

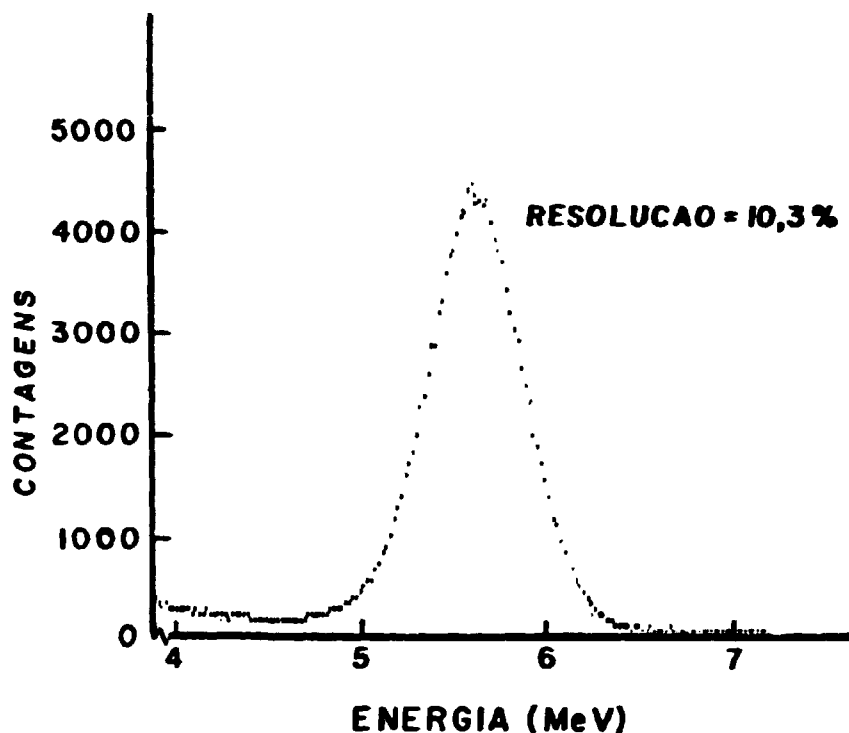


Figura 2 - Espectro da Radiação Alfa do ²⁴¹Am.
 Dados gentilmente fornecidos pela Dra. Carmen C.B. Tobias da PUC.

3a e 3b, infere-se que o detector plástico IPEN mostrou praticamente a mesma altura de pulso em relação ao NE-102. Este parâmetro é mais convencionalmente comparado ao cristal de antraceno⁽⁹⁾. O detector plástico comercial NE-102A apresenta altura de pulso relativa ao antraceno igual a 65%, logo podemos concluir que o detector plástico confeccionado no IPEN produz altura pulso em relação ao cristal de antraceno dessa mesma ordem. O NE-102A é confeccionado à base de poliviniltolueno, enquanto em nosso trabalho utilizamos o estireno. Optamos pela utilização do estireno em função do mesmo ser produzido no Brasil; já o poliviniltolueno, uma alternativa tecnicamente atraente, teria que ser importado e assim diminuiria a nossa contribuição. Mas esta opção também é defendida em países que dispõem de indústria química avançada, como o Japão e a França. Nesses países encontram-se defensores do uso do estireno, em função do alto custo do viniltolueno, conforme argumentos de Inagaki e Takashima⁽⁵⁾ e Bourdinaud e Thevenin⁽¹⁾.

Concluindo, o detector plástico confeccionado no IPEN apresenta praticamente as mesmas características técnicas dos detectores comerciais importados e descritos na literatura.

AGRADECIMENTOS

Os autores expressam seus agradecimentos:

Ao Prof. Dr. Marcello Damy de Souza Santos e Dra. Carmen Cecília Bueno Tobias da Pontifícia Universidade Católica de São Paulo, pelas inúmeras sugestões, incentivos e pelo fornecimento de dados experimentais das medidas de espectrometria alfa realizadas naquela Universidade.

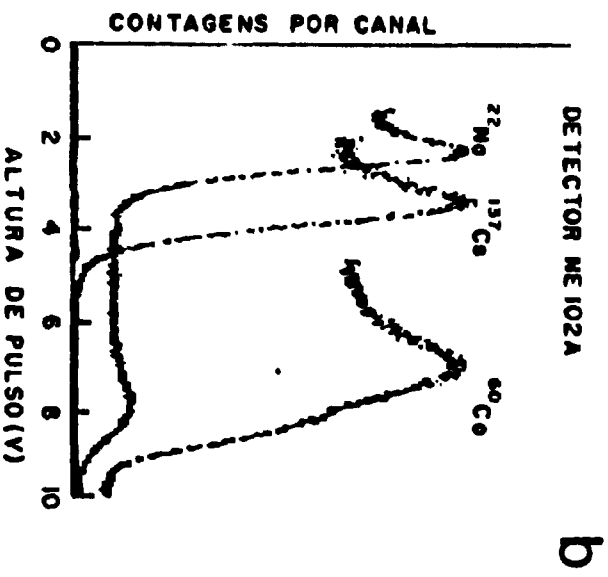
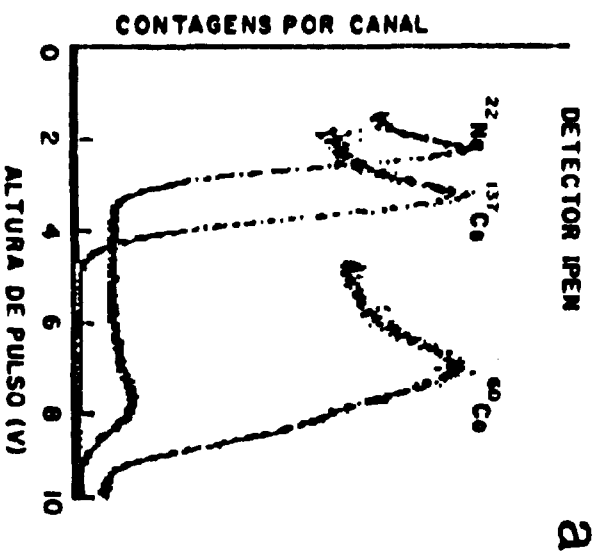


Figura 3- Análise de altura de pulso entre:
 a) o detector confeccionado no IPEN
 b) o detector NE 102A da Nuclear Enterprise

Ao M.Sc. Tufic Madi Filho, do Departamento de Reatores e Experimentação, IPEN-CNEN/SP, pelo incentivo, discussão e colaboração nos levantamentos experimentais da espectrometria gama.

Ao Departamento de Engenharia Química, Departamento de Processos Especiais e Divisão de Radiobiologia do IPEN-CNEN/SP, pela colaboração e empréstimos dos equipamentos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - BOURDINAUD, M. & THEVENIN, J.C. Low Cost Scintillators and Wave Length Shifters. Physica Scripta, 23 : 534-38, 1981.
- 2 - BUCK, W.L. & SWANK, R.K. Preparation and performance of efficient plastic scintillators. Nucleonics. 11:48-53, 1953.
- 3 - FUNT, B.L. HETHERINGTON, A. The Influence of Chain Length on the Luminescent output of Plastic Scintillators. Int.J.Appl.Radiat. Isot. 4:189-92, 1953.
- 4 - HURLBUT, C.R. - Plastic Scintillators. A Survey Trans.Am. Nucl.Soc. 50 :20-2, 1985.
- 5 - IRAGAKI, T & TAKASHIMA, R. New Types of Plastic Scintillators. Nucl.Inst. and Meth. 201 :511-17, 1982.
- 6 - MESQUITA, C.H. Soluções Cintiladoras-Apontamentos Relativos à Física, Instrumentação, Metodologia e Aplicações Práticas. São Paulo, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares CNEN/SP, 1980 (IPEN-Inf-2).
- 7 - MESQUITA, C.H.; HAMADA, M.M.; CHANDRA, U. Development of Plastic Scintillators for Use in the Field of Radioprotection and Environmental Monitoring . In: Associação Brasileira de Energia Nuclear; Anais do I Congresso Geral de Energia Nuclear, realizado no Rio de Janeiro, março, 1986, Rio de Janeiro, 1986.
- 8 - PLASTIC scintillators In: NUCLEAR ENTERPRISES. Scintillators for the Physical Sciences. Edinburg, Scotland, 1980 p.3-11 (Catalogo técnico).
- 9 - SCHRAM, E. & LOMBAERT, R. Preparation and Specific Properties of Organic Scintillators. In: Organic Scintillators Detectors. ELSEVIER PUBLISHING COMPANY. New York, 1963. p.40-73.
- 10 - TEACH, W.C. Basic Chemistry of Polystyrene. In: Polystyrene. REINHOLD PUBLISHING CORPORATION . New York, 1960. p. 31-57.