

**APERFEIÇOAMENTO DO MÉTODO DE OBTENÇÃO DE MONOCRISTAIS  
DE  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$  DOSIMÉTRICO\***

Letícia L. CAMPOS, Paulo H. FRUTUOSO e Vanderlei I. SOUTO

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR  
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES  
Caixa Postal 11049 - Pinheiros  
05499 - São Paulo - BRASIL

**RESUMO**

Com o objetivo de reduzir o custo de produção dos dosímetros termoluminescentes de  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$  sem perda da qualidade, foi desenvolvido um novo processo de obtenção de monocristais de  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$  substituindo-se o fluxo de nitrogênio gasoso, utilizado para o arraste do vapor de ácido sulfúrico, por  $\text{CO}_2$  comprimido. Foram comparadas todas as propriedades dosimétricas dos cristais obtidos tendo-se verificado que não houve alteração na curva de emissão termoluminescente. A sensibilidade dos dosímetros permaneceu a mesma, com uma exposição mínima detectável de  $3,8 \times 10^{-8} \text{C.kg}^{-1}$  (150 $\mu\text{R}$ ).

---

(\*) Trabalho apresentado na 41ª Reunião Anual da SBPC, 9-16 Julho, Fortaleza, Ceará, 1989.

## IMPROVEMENT IN THE DOSIMETRIC $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ OBTENTION METHOD\*

Letícia L. CAMPOS, Paulo H. FRUTUOSO and Vanderlei I. SOUTO

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR  
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES  
Caixa Postal 11049 - Pinheiros  
05499 - São Paulo - BRASIL

### ABSTRACT

With the purpose of saving up in the dosimetric  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$  production, a new method was developed to obtain single crystals. In this method the nitrogen flux used to carry the acid vapour was substituted by compressed air. It was compared all dosimetric properties of the crystals. There is no alteration in the glow curve. The sensitivity is the same in both cases and the lower detection limit is  $3.8 \times 10^{-8} \text{C.kg}^{-1}$  (150  $\mu\text{R}$ ).

---

(\*) Paper presented at 41<sup>st</sup> Annual Meeting of SBPC held in Fortaleza, Ceará, Brazil, July 9-16, 1989.

## INTRODUÇÃO

O Laboratório de Produção de Materiais Dosimétricos do IPEN, desenvolveu, patenteou e vem utilizando desde 1980 um sistema selado para produção de cristais dosimétricos de  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ . Esse novo método <sup>(1)</sup> foi desenvolvido com o objetivo de solucionar os problemas de poluição ambiente e corrosão provenientes da liberação na atmosfera de vapor de ácido sulfúrico que se verifica quando da utilização do método tradicional de obtenção desses cristais <sup>(2)</sup>, o qual consiste na evaporação do ácido sulfúrico em capela.

Basicamente o método consiste na evaporação lenta de uma solução de  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ , em excesso de ácido sulfúrico, utilizando um sistema totalmente selado, com um fluxo constante de nitrogênio para arraste do vapor de ácido. É utilizado ainda um sistema de condensador e frascos lavadores contendo  $\text{NaOH}$ , para a condensação do vapor de ácido e a neutralização do mesmo, respectivamente.

Uma consequência importante do novo método foi a possibilidade de um maior controle da evaporação e da cristalização a partir do controle da temperatura e do fluxo de nitrogênio gasoso.

Com o objetivo de reduzir o custo de produção, sem perda da qualidade, levando-se em conta o alto custo do cilindro de nitrogênio gasoso, optou-se pela utilização de ar comprimido para o arraste do vapor.

Foi montado um sistema de ar comprimido no Laboratório de Produção de Materiais Dosimétricos com filtros especiais para eliminação de umidade do ar, poeira e a possível presença de gotículas de óleo. Foram comparadas as principais propriedades dosimétricas dos cristais obtidos pelos dois métodos.

## PARTE EXPERIMENTAL

Foram produzidos vários lotes de cristais utilizando-se ar compri-

mido. Os cristais foram lavados da maneira usual e uma outra técnica de selecionamento foi também introduzida. Até o momento o selecionamento era feito à seco, passando-se os cristais várias vezes por peneiras com granulação entre 85-185 $\mu$ m. Em alguns lotes foi feito o selecionamento a úmido, utilizando-se um fluxo de água destilada constante durante a passagem dos cristais pelas peneiras. Essa técnica garante um melhor selecionamento dos cristais nos limites de granulação desejados.

O tratamento térmico de sensibilização foi de 600°C durante 1 hora.

As irradiações foram feitas sempre no ar, com espessura de equilíbrio eletrônico, utilizando-se uma fonte de  $^{60}\text{Co}$  de 310 MBq (8,38 mCi).

O material foi testado tanto na forma de pó como de pastilhas, utilizando-se o Teflon como agregante.

Para a medida do sinal termoluminescente (TL) foi utilizado um leitor termoluminescente Harshaw modelo 2000 acoplado a um micro computador Scopus modelo Nexus 2600.

A taxa de aquecimento utilizada foi de 10°C/seg com fluxo de nitrogênio de 4l/min.

Todas as medidas foram efetuadas imediatamente após a irradiação e, no caso do pó, normalizadas para 20mg.

## RESULTADOS

As curvas de emissão TL dos cristais obtidos utilizando-se nitrogênio (curva A) e dos cristais obtidos utilizando-se ar comprimido (curva B) podem ser vistas na Fig. 1. Como pode ser observado não houve qualquer alteração na curva de emissão, o que significa que não houve mudanças na qualidade dos cristais obtidos pelo novo sistema.

Na Tabela I são fornecidos alguns valores da resposta termoluminescente média de diferentes lotes de cristais produzidos utilizando-se ar comprimido e o desvio padrão da média.

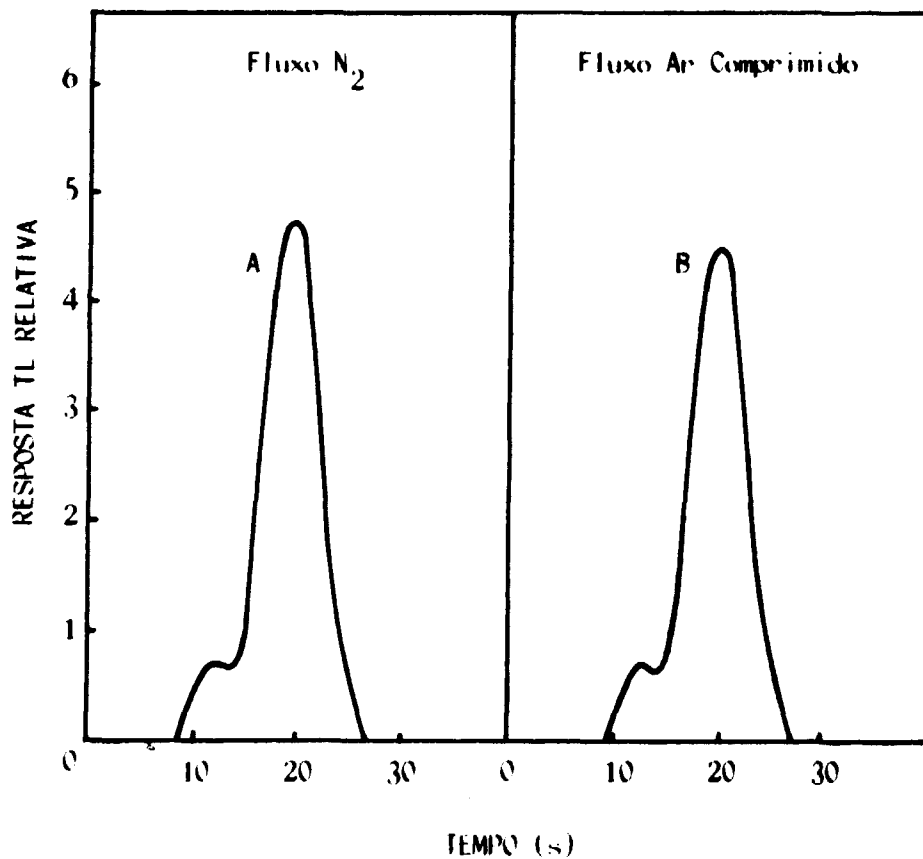


Fig. 1 - Curva de emissão TL do  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ .  
Crescimento com fluxo de  $\text{N}_2$  (curva A) e  
com ar comprimido (curva B).

TABELA I

Reprodutibilidade da resposta TL média de diferentes lotes de cristais produzidos utilizando ar comprimido.

Lote nº	$\overline{TL}$ $nC.R^{-1}.mg^{-1}$	$\sigma$ %
1	10,41	2,5
2	10,02	2,3
3	10,25	1,6
4	10,70	1,6
5	10,46	1,3

Na Tabela II são comparadas as sensibilidades de cristais selecionados normalmente e cristais selecionados à úmido para os mesmos lotes.

TABELA II

Sensibilidade TL de cristais produzidos com fluxo de ar comprimido selecionados a seco e a úmido.

Lote nº	$\overline{TL}(\text{seco})$ $nC.mR^{-1}.mg^{-1}$	$\overline{TL}(\text{úmido})$ $nC.mR^{-1}.mg^{-1}$
1	10,41	15,17
2	10,02	14,99
3	10,25	15,09
4	10,70	15,33
5	10,46	15,20

## CONCLUSÕES

Os cristais produzidos utilizando-se o ar comprimido para arraste de vapor de ácido apresentam as mesmas características TL e a mesma sensibilidade dos cristais produzidos com fluxo de  $N_2$ .

Não há qualquer interferência de vapor de água, poeira, óleo ou outra impureza do ar, o que significa que o sistema de filtros utilizado é adequado.

O método de selecionamento a úmido adotado aumentou a sensibilidade TL do pó e conseqüentemente das pastilhas.

Os resultados obtidos mostram que as mudanças efetuadas podem ser aplicadas na produção em grande escala desse material, o que já vem sendo efetuado.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. CAMPOS, L.L. Preparation of  $CaSO_4:Dy$  TL Single Crystals. *J. of Luminescence*, 28:481-83, 1983.
2. YAMASHITA, T.; NADA, N.; ONISHI, H.; KITAMURA, S. Calcium sulfate phosphor activated by rare earth. In: AUXIER, J.A.; BECKER, K.; ROBINSON, E.N. eds. *Luminescence dosimetry: proceedings of the 2nd international conference on... held in Gatlinburg, 23-26 September, 1968*. Gatlinburg, Tennessee, 1968. (USAEC-CONF-680920). p. 4-17.