

ATENÇÃO

O ORIGINAL DESTE ÍTEM NÃO FORNECE CONDIÇÕES
PARA OBTER UMA CÓPIA DIGITALIZADA COM
MELHOR QUALIDADE

ESTUDO DAS CARACTERÍSTICAS DE REGISTRO DE PARTÍCULAS
IONIZANTES DO DETECTOR DE TRACOS CR-39

Luis Eduardo Barreira Brandão

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS (M. Sc.).

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL
DEZEMBRO DE 1983

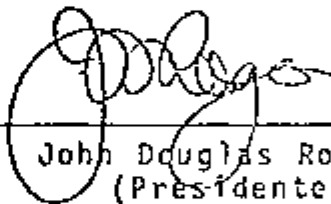
ESTUDO DAS CARACTERÍSTICAS DE REGISTRO DE PARTÍCULAS
IONIZANTES DO DETECTOR DE TRACOS CR-39

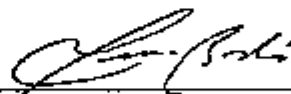
Luis Eduardo Barreira Brandão

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS DE
PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE
JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO
GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS (M. Sc.)

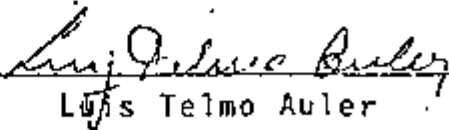
Aprovada por:




John Douglas Rogers
(Presidente)



Wilma dos Santos Bastos


Luis Telmo Auler

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

DEZEMBRO DE 1983

BRANDÃO, LUIS EDUARDO BARREIRA

Estudo das Características de Registro de Partículas Ionizantes do Detector de Traços CR-39 (Rio de Janeiro) 1983.

ix , 97 p. 29,7 cm (COPPE-UFRJ, M.Sc., Engenharia Nuclear, 1983)

Tese - Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE.

I. Física Nuclear Aplicada I. COPPE/UFRJ II. Título (Série)

Aqueles que me ensinaram que
a vida é algo mais do que
aquilo que os olhos vêem

"MEUS PAIS".

AGRADECIMENTOS

A todos que contribuíram para a elaboração do presente trabalho, exigindo forças de que nos julgávamos desprovidos, esforços que acreditávamos incapazes e principalmente nos fazendo sentir a importância de ter amigos.

Agmar de Carvalho Quinteiro

Ana Maria de Oliveira Rebelo

Cesar Antonio Caggiano Santos

Corina Vieira Barreira

Geraldo Cunha Cury

Izaltina Goulart de Azevedo

John Douglas Rogers

Minhas irmãs: Maria Cristina Barreira Brandão

Teresa Cristina B. Brandão Dualibi

Maria Alice de Farias

Maria dos Santos

Vera Solange de Oliveira Farias

Agradeço ao Instituto de Radioproteção e Dosimetria (IRD) e à Comissão Nacional de Energia Nuclear pelo apoio técnico e financeiro.

RESUMO

As características de ataque do novo Detector do Estado Sólido de Traço Nuclear CR-39 foram investigadas sob diferentes condições de ataque.

A investigação baseia-se em resultados obtidos utilizando-se soluções aquosas de KOH e adicionando-se solventes alcoólicos. Observa-se que a sensibilidade de registro de traços pode alterar-se consideravelmente utilizando-se de um tratamento químico apropriado.

Técnica para ampliar e colorir traços previamente atacados para serem visualizados em uma tela foi apresentada.

Aplicações de CR-39 para medida de fluência de nêutrons são discutidas. São apresentadas curvas da densidade de traços registrados pelo detector em função do tempo de ataque para situações de amostra utilizando-se ou não radiador de poli carbonato.

ABSTRACT

The bulk and track etching properties of a new Solid State Nuclear Track Detector CR-39 were investigated under different etching conditions.

The discussion is based on results obtained using aqueous solutions of KOH with addition of alcoholic solvent to aqueous solutions. It was found that track registration sensitivity can be dramatically changed by using the proper chemical treatment.

A method to enlarge and dye etch tracks to be viewed by simple projection on a screen is discussed.

The applications of CR-39 in neutron fluence measurements are shown. Graphs are presented of the track densities registered by the detector as a function of etch time both for samples with and without a polycarbonate radiator.

INDICE

	Pag.
CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO II - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
CAPÍTULO III - FUNDAMENTOS TEÓRICOS	8
III.1 - Introdução	8
III.2 - Formação do Traço Latente	10
III.2.1 - Modelo de Ionização e Excitação Primária	10
III.2.2 - Modelo Raio Delta	12
III.2.3 - Modelo Perda Restrita de Energia (REL)	13
III.2.4 - Modelo da Densidade Linear de Eventos (LED)	14
III.3 - Cinética de Desenvolvimento de Traço Atacado	16
III.3.1 - Considerações Gerais	16
III.3.2 - Formação de Traços em Sólidos Isotrópicos a Taxas de Ataque Constantes	19
III.4 - Interações de Nêutrons com SSNTD	25
III.4.1 - Introdução	25
III.4.2 - Critérios de Registro	28

CAPÍTULO IV - MATERIAIS E MÉTODOS	32
IV.1 - Detector Utilizado	32
IV.2 - Mecanismos de Ataque Químico do CR-39	36
IV.2.1 - Ataque Químico	37
IV.3 - Visualização de Traços	38
IV.3.1 - Técnica para Crescimento Rápido de Traços	38
IV.3.2 - Técnicas de Coloração de Traços	41
IV.4 - Amostras Irradiadas	42
CAPÍTULO V - RESULTADOS E DISCUSSÃO	44
V.1 - Comportamento do CR-39 em Soluções Alcalinas	44
V.1.1 - Efeito de Solventes Orgânicos sobre as Taxas de Ataque	44
V.1.2 - Tempo de Ataque Químico	45
V.1.3 - Variação das Taxas de Ataque com a Concentra- ção da Solução e Volume de Solvente Adicionado.	52
V.1.4 - Influência da Temperatura sobre as Taxas de Ataque VB e VT	52
V.2 - Técnicas de Ampliação de Traços Utilizando Óleo de Sândalo e Coloração dos Traços	70

V.3 - Medida de Fluxo de Nêutrons Utilizando Detectores CR-39	81
CAPÍTULO VI - CONCLUSÃO	87
APÊNDICE - CÁLCULO DAS TAXAS DE ATAQUE V_B e V_T para o CR-39	89
BIBLIOGRAFIA	92

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

Nos últimos anos grande tem sido o interesse no emprego de neutrons em diversos ramos da ciência. Assim a necessidade de aprimorar técnicas de monitoração individual e de área visando a segurança de indivíduos que eventualmente sejam sujeitos a esse tipo de irradiação vem sendo objeto de intensos estudos em diversos centros de pesquisas. Nêutrons sendo partículas desprovidas de carga são podem ser detectados por intermédio de produtos de suas reações com a matéria. Os processos convencionais de detecção desenvolvidos para as partículas ionizantes tiveram de ser modificados para serem adaptados à monitoração de nêutrons. Um dos problemas que mais afetam a eficiência dessas técnicas desenvolvidas está na grande faixa de energia do espectro de nêutrons e a variação irregular da seção de choque para cada reação.

Um dos processos utilizados para a detecção de nêutrons está baseado na formação de regiões danificadas em detectores plásticos (Makrofol, Lexan, LR-115, CR-39) pelas partículas carregadas originárias de reações com núcleos do material, que podem ser tornados visíveis em um microscópio ótico após a amostra ser submetida a um atacante químico específico. Esse ataque resulta no que se chama "traço".

A descoberta de um novo plástico detector de traço nuclear, CR-39, capaz de registrar com grande sensibilidade

partículas menos ionizantes (prótons e partículas alfa de alta energia) tornou possível o seu uso como detector de nêutrons baseado no processo de registro de prótons de recuo.

O objetivo do presente trabalho é o estudo desse novo polímero como detector de traços visando sua aplicação como monitorador para fluxo de nêutrons a ser utilizado no Laboratório, já que estão sendo realizadas pesquisas utilizando-se fonte de nêutrons.

O conhecimento detalhado da influência das condições de ataque (tipo de atacante, concentração, temperatura) sobre as taxas de ataque é essencial para melhor otimização da técnica de detecção, já que esses parâmetros interferem de maneira marcante sobre a resposta do detector. Várias soluções foram testadas, designadas por soluções puras (atacante + água) e soluções mistas (atacante + água + solvente químico). Para cada situação foram plotadas curvas do comportamento das taxas de ataque.

A identificação de traços é um trabalho longo e cansativo, sendo que os processos usuais de ataque revelam traços que somente podem ser visualizados utilizando-se de um microscópio ótico. Desenvolveu-se então técnicas de ampliação e coloração dos traços para que os mesmos possam ser observados utilizando-se de uma leitora de microfichas ou um projetor de slides.

Finalmente, foi plotado gráfico da densidade de

traços em função do tempo de ataque para as amostras submetidas a uma fonte de Am-Be de nêutrons calibrada e uma curva de calibração (fluxo real de nêutrons \times densidade de traços na amostra) foi obtida.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Se levarmos em conta o fator "tempo" a pesquisa com detectores do estado sólido de traços nuclear - SSNTD (Solid State Nuclear Tracks Detectors) pode ser considerada como uma "jovem criança precoce" posto que os primeiros trabalhos relativos a essa nova técnica de detecção iniciaram-se a menos de três décadas e atualmente encontra-se num estágio bem avançado.

Young [1] em 1958 e Silk and Barnes [2] em 1959 publicaram os primeiros resultados sobre traços nucleares em sólidos. Young observou traços de fragmentos de fissão em cristais de Fluoreto de lítio quando atacado em uma mistura de ácido acético e ácido clorídrico, enquanto que Silk e Barnes observaram com o auxílio de microscópio eletrônico também traços de fragmentos de fissão em mica. Contudo esta nova técnica somente mostrou ser um caminho a novos horizontes para o estudo da detecção de partículas nucleares com os trabalhos publicados por Price, Walker e Fleisher [3, 4, 5] no início da década de sessenta.

A partir de então com a evolução dos estudos, foi mostrado que traços poderiam ser tornados visíveis numa variedade de materiais dielétricos como: minerais, vidros inorgânicos naturais e artificiais e especialmente polímeros orgânicos. Esta categoria mostrou ser mais sensível que os detectores inorgânicos.

A visualização do traço depende de uma série de fatores incluindo características da partícula incidente, do detector utilizado e também da técnica de revelação do traço [6, 7]. Foram desenvolvidos também vários critérios teóricos para o registro das partículas (Katz e col. [8], Benton e col. [9] Monnin [10]).

Assim, vários trabalhos foram surgindo nos mais diversos campos da ciência e tecnologia (física nuclear, astrofísica, geologia, metalúrgica, radiobiologia e medicina, arqueologia, etc). Em 1975, realizando um trabalho de consulta em diversos periódicos, reunindo mais de 1300 publicações de diversos pesquisadores, Fleischer, Price e Walker publicaram seu livro "Traços Nucleares em Sólidos: Princípios e Aplicações [11], onde nota-se o grande avanço e amplitude do uso dos SSNTD.

Desde a descoberta da radiação e dos "efeitos desastrosos" que todo indivíduo que eventualmente seja exposto a um campo de radiação possa sofrer, surgiu a grande necessidade no desenvolvimento de técnicas de medida de fluxo, espectro de energia e dosimetria relacionada com a monitoração de área e individual.

A meta da dosimetria, é em geral, caracterizar e medir o efeito da radiação ionizante, sendo a "matéria" referência utilizada, o corpo humano, onde os efeitos a serem caracterizados são de ordem biológica. Entretanto, à medida que se aprimoram os estudos sobre a profundidade dos danos biológicos da radiação, novas normas são divulgadas pelos centros de pesqui-

sas [12]. Porém há uma espécie de abismo entre o "conhecimento atual" e a "realidade".

Isto é verdadeiro quando discute-se o problema da dosimetria de nêutrons. Apesar do recente progresso neste campo numerosos problemas não foram ainda resolvidos de uma forma satisfatória, sendo as maiores dificuldades:

- . nêutrons são partículas desprovidas de carga e sua detecção está fundamentada em produtos de sua interação com a matéria;
- . variação irregular da seção de choque com a energia;
- . presença conjunta de outros tipos de radiação, particularmente raios gama.

Apresentando possibilidades de aplicação com técnicas diversas, os SSNTD têm sido intensamente empregados na dosimetria de nêutrons [13-19]. A descoberta de novo polímero CR-39, (allyl diglycol carbonate) por Cartwright, Shirke e Price [20] e os trabalhos sobre sua excelente sensibilidade e resolução para o registro de traços de partículas carregadas por Cassou e Benton [21] demonstram a vantagem de seu emprego como detetor de traços.

Devido à extraordinária sensibilidade o CR-39 veio

sas [12]. Porém há uma espécie de abismo entre o "conhecimento atual" e a "realidade".

Isto é verdadeiro quando discute-se o problema da dosimetria de nêutrons. Apesar do recente progresso neste campo numerosos problemas não foram ainda resolvidos de uma forma satisfatória, sendo as maiores dificuldades:

- . nêutrons são partículas desprovidas de carga e sua detecção está fundamentada em produtos de sua interação com a matéria;
- . variação irregular da seção de choque com a energia;
- . presença conjunta de outros tipos de radiação, particularmente raios gama.

Apresentando possibilidades de aplicação com técnicas diversas, os SSNTD têm sido intensamente empregados na dosimetria de nêutrons [13-19]. A descoberta de novo polímero CR-39, (allyl diglycol carbonate) por Cartwright, Shirke e Price [20] e os trabalhos sobre sua excelente sensibilidade e resolução para o registro de traços de partículas carregadas por Cassou e Benton [21] demonstram a vantagem de seu emprego como detetor de traços.

Devido à extraordinária sensibilidade o CR-39 veio

preencher a lacuna existente na detecção de partículas carregadas menos ionizantes sendo largamente empregado em dosimetria de nêutrons [22-28] e em outras áreas, conforme estatística de G. Somogyi [29] na 11.ª Conferência Internacional sobre SSNTD [30], realizada em Bristol (Inglaterra) em 1981.

CAPÍTULO III

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

III.1 - INTRODUÇÃO

Devido ao vasto campo de aplicação dos detectores do estado sólido de traço nuclear fez-se necessário um conhecimento mais apurado dos processos envolvidos tanto na formação do traço como na revelação do mesmo.

Toda a metodologia com os SSNTD pode ser melhor compreendida pelo esquema da Figura 3.1, onde são tidos como dados de "entrada" os parâmetros da partícula (carga, massa, energia) e como os de "saída" os do traço já atacado (comprimento, diâmetro maior, diâmetro menor, contorno). Conectando esses dois componentes temos a resposta de detector tanto no nível microscópico como macroscópico dos processos da irradiação (ângulo, distância, tempo de irradiação) e de ataque químico (temperatura, concentração da solução, agitação, tempo de ataque).

Contudo, na prática, o que realmente é de interesse é encontrar-se relações fundamentais existente entre os blocos do esquema, e muito mais ainda relações que sejam "pontes" unindo os parâmetros de entrada e saída. A obtenção de uma função resposta apropriada é o problema central e envolve o desenvolvimento de modelos físicos que descrevam os vários fenômenos envolvidos.

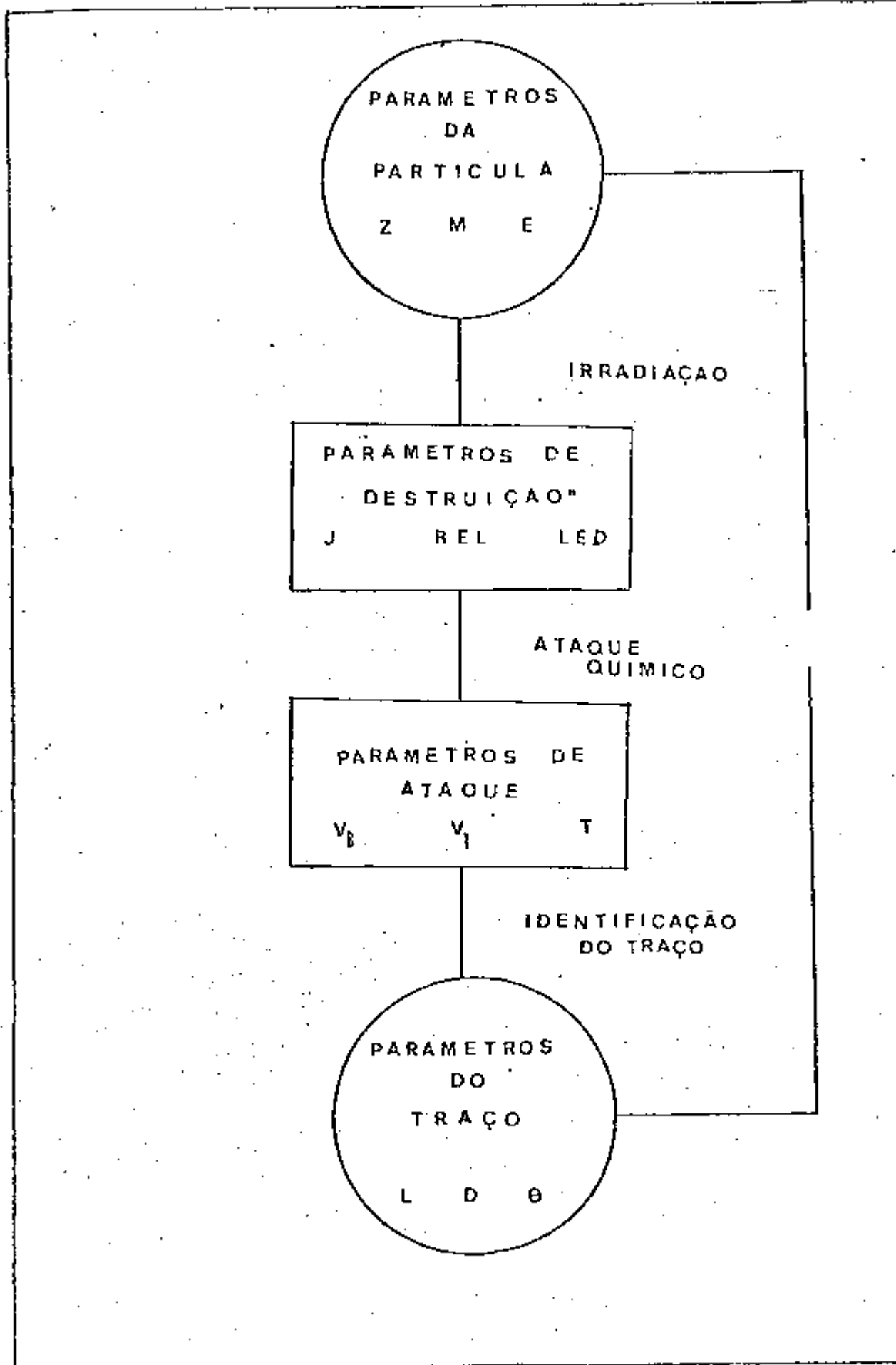


FIG. 3.1 - FLUXOGRAMA DA PESQUISA COM SSNTD

III.2 - FORMAÇÃO DO TRACO LATENTE

Quando partículas carregadas atravessam um sólido isolante, alteram substancialmente sua estrutura molecular através de processos de ionização, excitação e no final da trajetória por espalhamento nuclear, originando um cilindro submicroscópico (em torno de aproximadamente 50 Å de diâmetro) de alta reatividade química, conforme Figura III.2

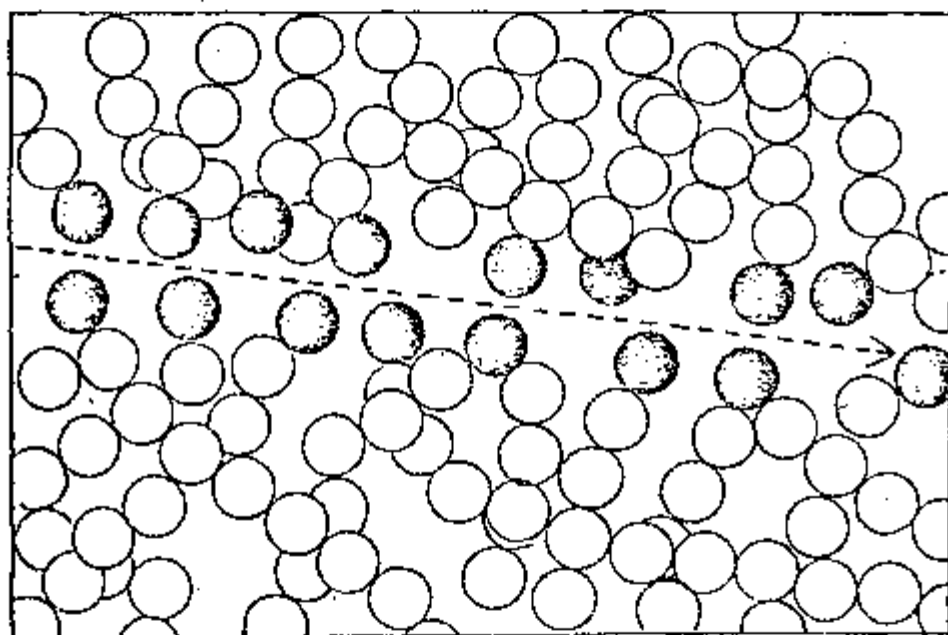


Figura III.2 - Formação do traço de uma partícula carregada em um polímero

Discutiremos a seguir alguns modelos que procuram descrever o fenômeno da formação do traço latente, contudo deve-se salientar que apresentam limitações.

III.2.1 - Modelo de Ionização e Excitação Primária

O modelo do "Dano Primário", proposto por Fleischer, Price e Walker [31] fundamenta-se na idéia que somente a ioniza

ção e/ou a excitação primárias são realmente importantes na criação de regiões quimicamente sensíveis. Três tipos de interações são consideradas:

- . Ionização: a transferência de energia a um elétron da matriz, ejetando e acelerando-o criando os chamados raios delta, originando um "canal" de íons positivos no centro da trajetória da partícula;
- . Excitação: transições moleculares para níveis mais altos de energia, sendo que a de-excitação quebra a longa cadeia de moléculas produzindo radicais livres;
- . Colisões nucleares: danos produzidos por essas colisões com sistema de átomos deslocados e vazios resultantes, são significantes para baixas energias.

Esse modelo prediz que só serão registrados traços se a taxa de ionização primária J exceder um valor característico para o material, onde pela teoria desenvolvida por Bethe [32] temos:

$$J = a \frac{Z_{ef}^2}{B} \left[\ln B^2 \gamma^2 - \beta^2 + K^2 \right] \quad (III.1)$$

onde,

a , K parâmetros de ajuste relacionados com o material utilizado e o potencial de ionização do mesmo

$$\beta = \frac{v}{c}$$

$$\gamma = \frac{1}{[1 - \beta^2]^{1/2}}$$

Entretanto, apesar da validade da relação (III.1), o modelo é incompleto, pois não somente eventos primários mas também interações com elétrons secundários contribuem para a formação da região danificada.

III.2.2 - Modelo Raio Delta

Em torno da metade da energia da partícula incidente é depositada no material diretamente para excitar ou ionizar as moléculas. A outra metade é fornecida a elétrons secundários na forma de energia cinética. Katz ¹⁰ estabeleceu então um "Modelo Raio Delta" onde a energia depositada pelos elétrons secundários em uma distância radial muito próxima do caminho da partícula ($r = 17 \text{ \AA}$) é uma quantidade crítica para a formação do traço.

Estudos posteriores demonstram existir dois argumentos que violam essa teoria:

- . na região próxima a um raio de 17 \AA , entre 10 e 20% dos danos são causados pelos elétrons secundários;
- . o dano primário pode ser estendido até por volta de 20 \AA de raio.

III.2.3 - Modelo Perda Restrita de Energia (R. E. L.)

Um conceito mais conveniente, desenvolvido por Benton [9] e aplicado com sucesso para a descrição da formação de traços em plástico é o da taxa de Perda Restrita de Energia (REL). A quantidade REL é simplesmente a taxa de perda de energia de partícula incidente devido a colisões discretas com os elétrons do material. Define-se como colisões discretas as que resultam na ejeção de elétrons com uma energia ω menor que ω_0 . Os elétrons com energias maiores que ω_0 não contribuem para a formação de traços, pois sofrerão múltiplos espalhamentos e depositarão suas energias em região distante do dano primário.

Benton estabeleceu as seguintes relações para a quantidade REL:

$$REL = \left[\frac{dE}{dx} \right]_{\omega < \omega_0} = \left[\frac{dE}{dx} \right]_T \quad E < 0.5 \text{ MeV/nucleon} \quad (III.2)$$

$$REL = \left[\frac{dE}{dx} \right]_{\omega < \omega_0} = \left[\frac{dE}{dx} \right]_T - \left[\frac{dE}{dx} \right]_{\omega > \omega_0} \quad E > 0.5 \text{ MeV/nucleon}$$

onde,

$\left[\frac{dE}{dx} \right]_T$: taxa de perda de energia característica do material

Também esse modelo apresenta suas limitações,

pois a densidade de eventos relevantes é considerada como estritamente proporcional à densidade local de energia, ignorando por exemplo as diferenças qualitativas entre os defeitos produzidos pela ionização primária e os raios delta, considerando ainda a existência de danos importantes a distâncias grandes da trajetória da partícula incidente.

III.2.4 - Modelo de Densidade Linear de Eventos (L.E.D.)

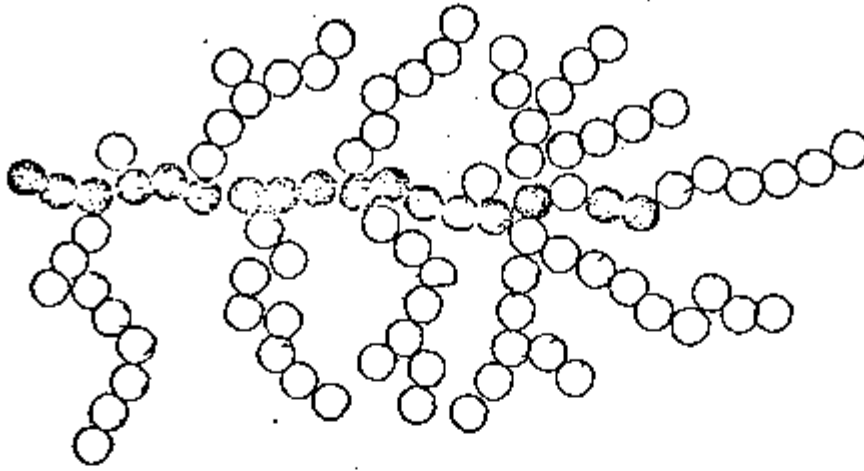
Estabelecido por Paretzke [33] esse modelo reúne adequadamente os conceitos dos modelos anteriores. As ionizações primária e secundária e determinadas excitações em torno de uma determinada distância da trajetória do íon são considerados fatores contribuintes relevantes para o aumento da velocidade de ataque nos detectores plásticos. A quantidade L.E.D. é definida por:

$$LED = \left[\frac{dE}{dx} \right]_t - \frac{a Z_{ef}^2}{\beta^2} \left[2n \frac{R(\beta)}{r} - \left(1 - \frac{r}{R(\beta)} \right) \right] \quad (III.3)$$

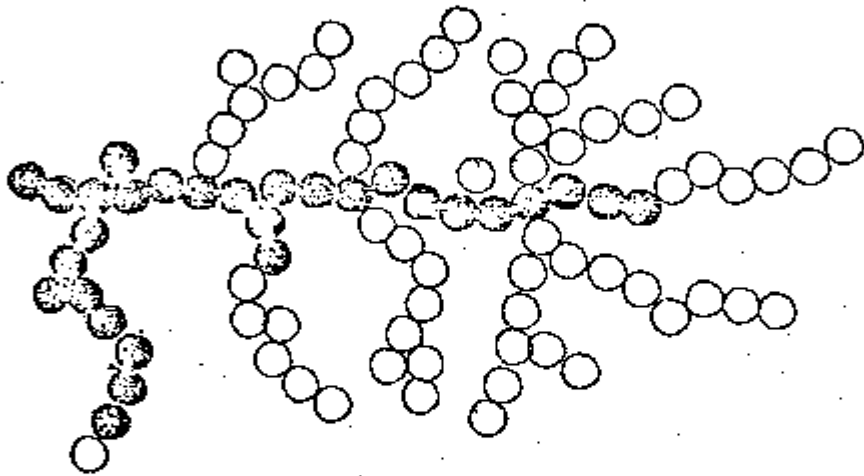
onde,

$R(\beta)$ = extensão do traço latente

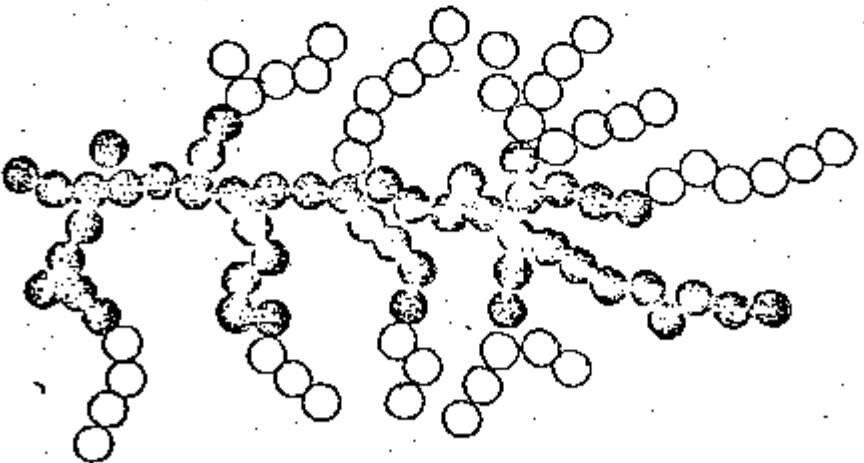
A Figura III.3 demonstra os eventos relevantes na formação do traço latente de partículas carregadas nos diferentes modelos.



MODELO DANO PRIMARIO - J -



MODELO PERDA RESTRITA DE ENERGIA - REL -



MODELO DENSIDADE LINEAR DE EVENTOS - LED -

Figura III.3 - Esquema de eventos relevantes (círculos cheios) na formação de traços de partículas carregadas nos diferentes modelos

III.3 - CINÉTICA DE DESENVOLVIMENTO DE TRACO ATACADO

III.3.1 - Considerações Gerais

O aparecimento de traços visíveis em detectores de estado sólido envolve dois estágios: a produção de uma região de danos suficientemente intensos e contínuos devido à passagem da partícula pelo meio e sua revelação através da ação de uma solução química atacante apropriada, que progressivamente dissolve a região danificada, ampliando dessa forma a região ao redor da trajetória da partícula, conforme esquema da Figura III.4.

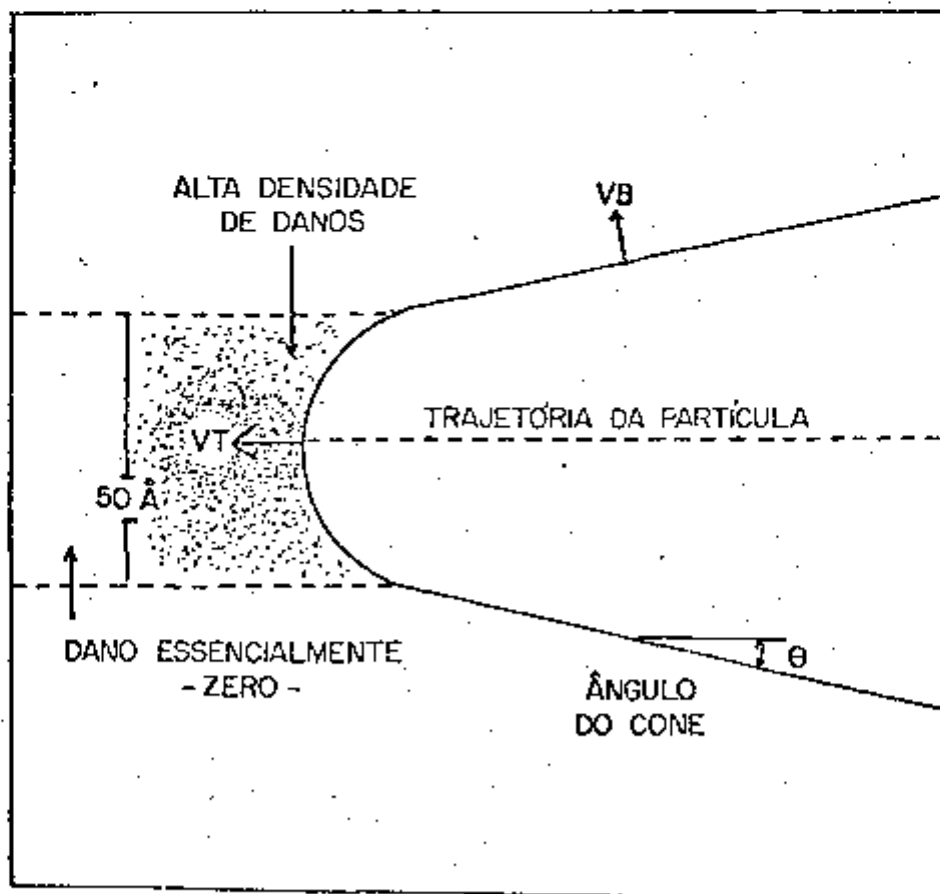


Figura III.4 - Esquema em escala submicroscópica da evolução de traços de partículas carregadas em polímero

Como foi visto, o grau de danos provocados no material é maior nas proximidades da trajetória da partícula. Nessa região a taxa de ataque assume um valor alto, por convenção é definida por V_T (track-etch rate).

À medida que a densidade de danos tende a valores pequenos, a taxa de ataque também decresce. Para distâncias acima de aproximadamente 50 Å a taxa de ataque iguala-se à taxa de ataque do material não danificado V_B (bulk-etch rate).

Dois considerações devem ser mencionadas com relação às velocidades V_B e V_T . Há necessidade de se distinguir os detectores que apresentam velocidade de ataque V_B isotrópica ou anisotrópica. O critério de isotropia é satisfeito para a maioria dos polímeros e vidros, sendo o caso anisotrópico característico dos cristais detectores.

A segunda consideração é com relação ao grau de alteração da velocidade de ataque do traço V_T ao longo da trajetória de partícula nuclear. Para a maioria dos detectores V_T assume um comportamento variável mas em certos casos práticos é justificável assumir um valor constante.

Essas características são importantes na elaboração de uma teoria para a cinética de desenvolvimento dos traços, como mostrado na Figura III.5.

A resposta de um determinado tipo de detector é dada em termos das duas taxas de ataque, V_B e V_T . Estas contudo, são afetadas pelas condições de ataque, isto é, a taxa com que uma reação química ocorre é fortemente dependente de parâme

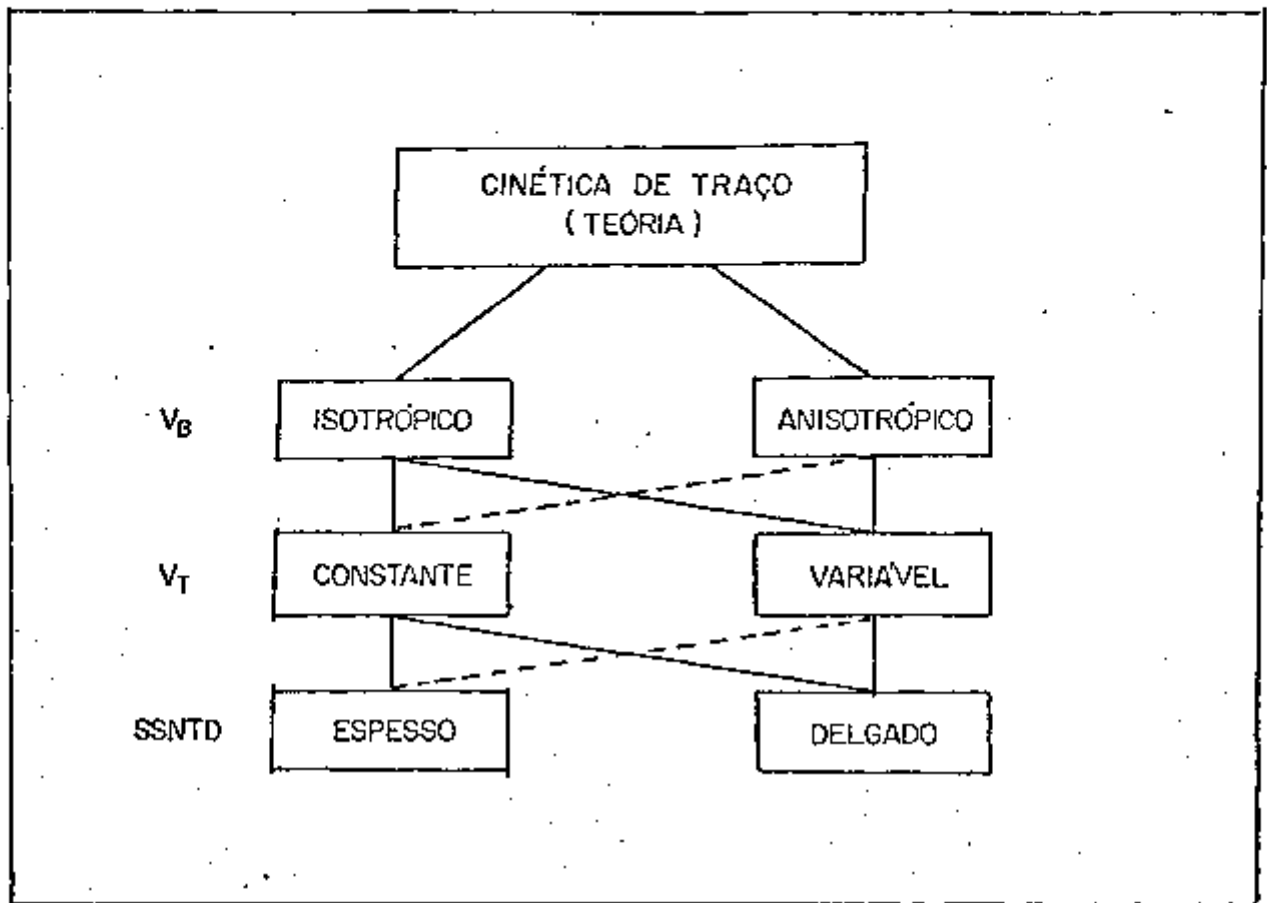


Figura III.5 - Classificação da cinética de traços de acordo com as propriedades do detector.

tros como: tipo de reagente utilizado, concentração e temperatura. De acordo com Arrhenius, a dependência da temperatura pode ser expressa pela relação:

$$V = A_0 \exp \left[- \frac{E}{KT} \right] \quad (\text{III.4})$$

Para a concentração temos:

$$V = A_1 c^n \quad (\text{III.5})$$

onde:

E - energia de ativação

C - concentração da solução

K - constante de Boltzmann

A_0, A_1 - fator de ajuste

T - temperatura absoluta $^{\circ}\text{K}$

As condições otimizadas para o ataque químico têm que ser determinadas experimentalmente para cada detector.

Outra importante característica intrínseca do detector que está ligado com as velocidades V_B e V_T é o ângulo crítico θ_c . Considerando-se as taxas de ataque constantes, a evolução do traço em qualquer ângulo de incidência pode ser entendida como uma competição entre V_B e V_T . Se a componente normal da velocidade preferencial de ataque ($V_T \sin \theta$) for menor que V_B , nenhum traço é revelado. Assim, o ângulo $\theta_c = \text{arc sen } V_B/V_T$ deve ser considerado como um ângulo limite para a revelação de traços conforme mostrado na Figura III.6.

III.3.2 - Formação de traços em Sólidos Isotrópicos a Taxas de Ataque Constantes

A idéia básica está fundamentada em con-

considerar-se o material dejetor isotrópico e as taxas de ataque V_B e V_T constantes. Três fases distintas podem ser identificadas à medida que o atacante vai atuando ao longo da trajetória da partícula incidente.

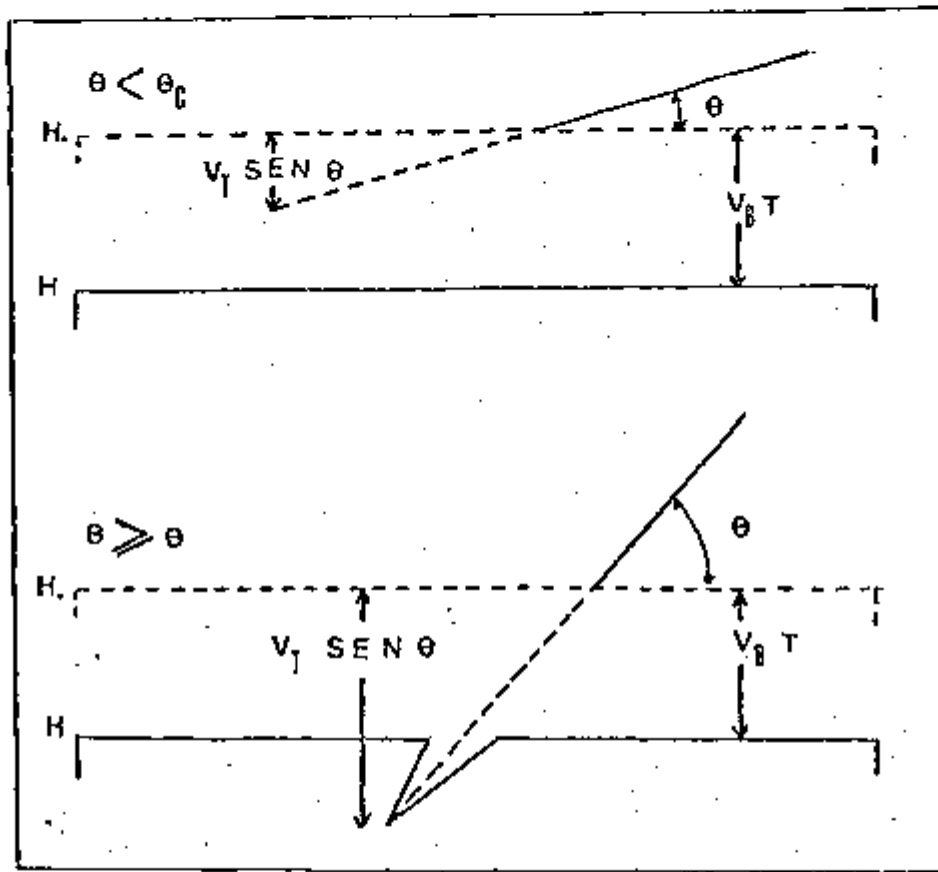


Figura III.6 - Dependência da revelação do traço com o ângulo crítico θ_c .

Na Figura III.7 \overline{XY} representa a superfície inicial do detector e \overline{PO} a direção da partícula incidente, considerando-se que o mesmo possa ser atacado a partir da superfície. Quando o atacante atinge o ponto O, fim do alcance, a superfície do detector encontra-se em $X_1 Y_1$. Durante esse tempo o traço apresenta um perfil cônico, sendo essa fase, por esse motivo, conhecida como "fase cônica". A partir de então não há mais ataque preferencial e doravante o atacante atua em todas as direções, com velocidade V_B . Este é o início da "fase de transição" durante

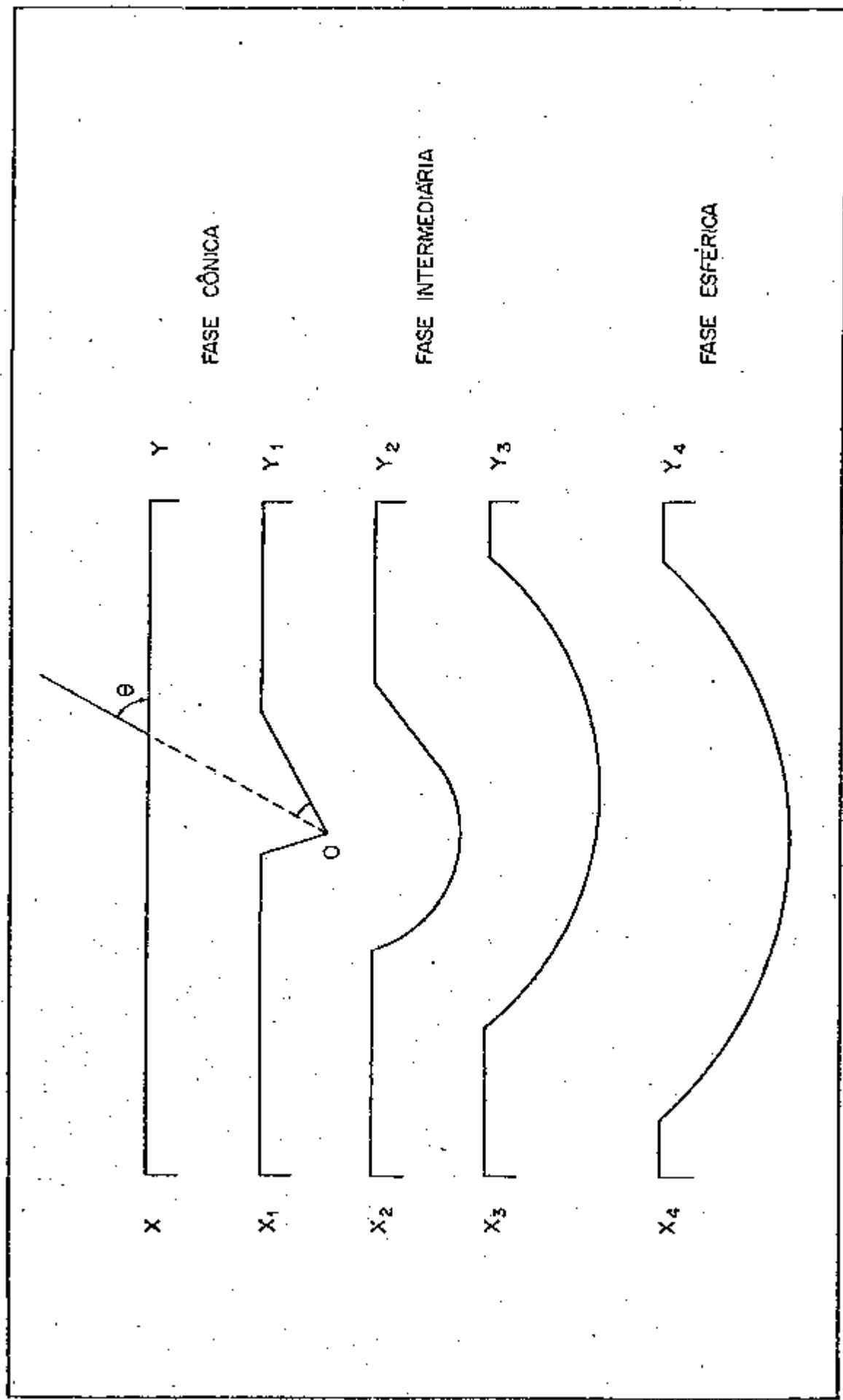
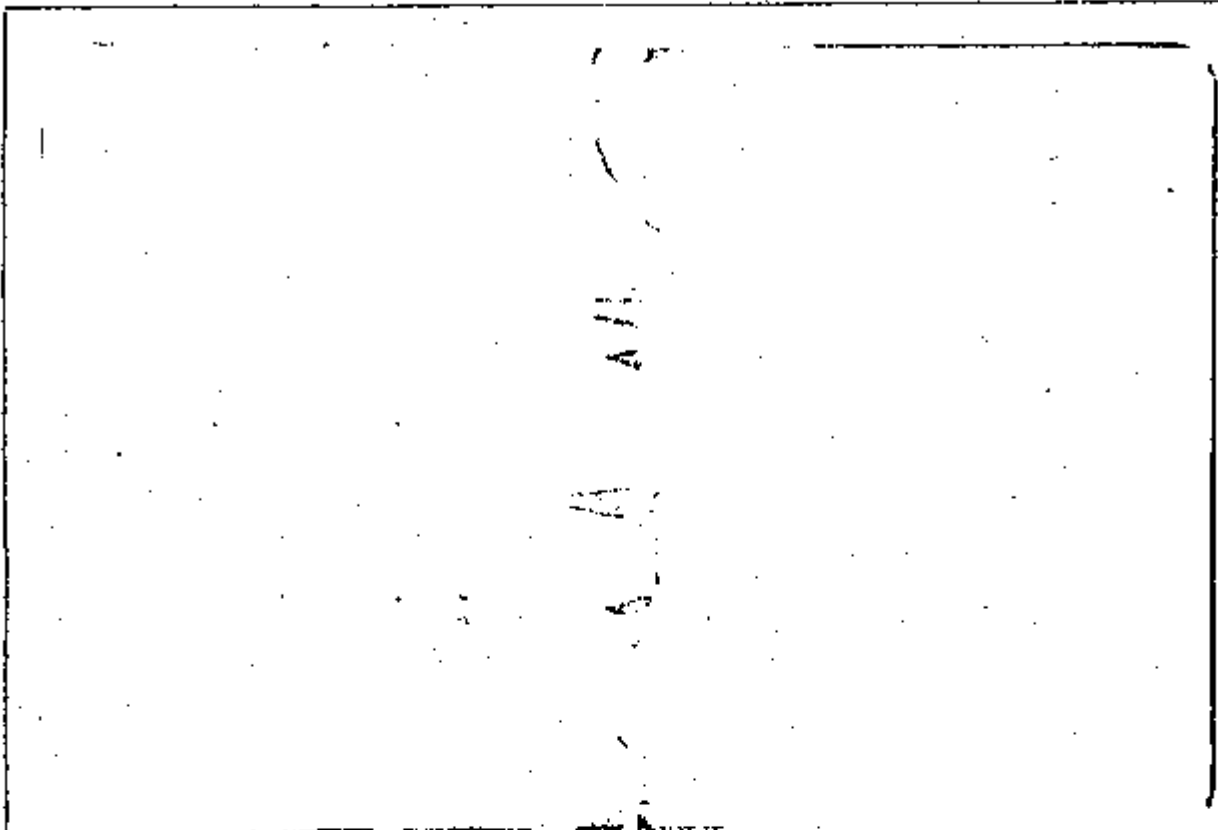
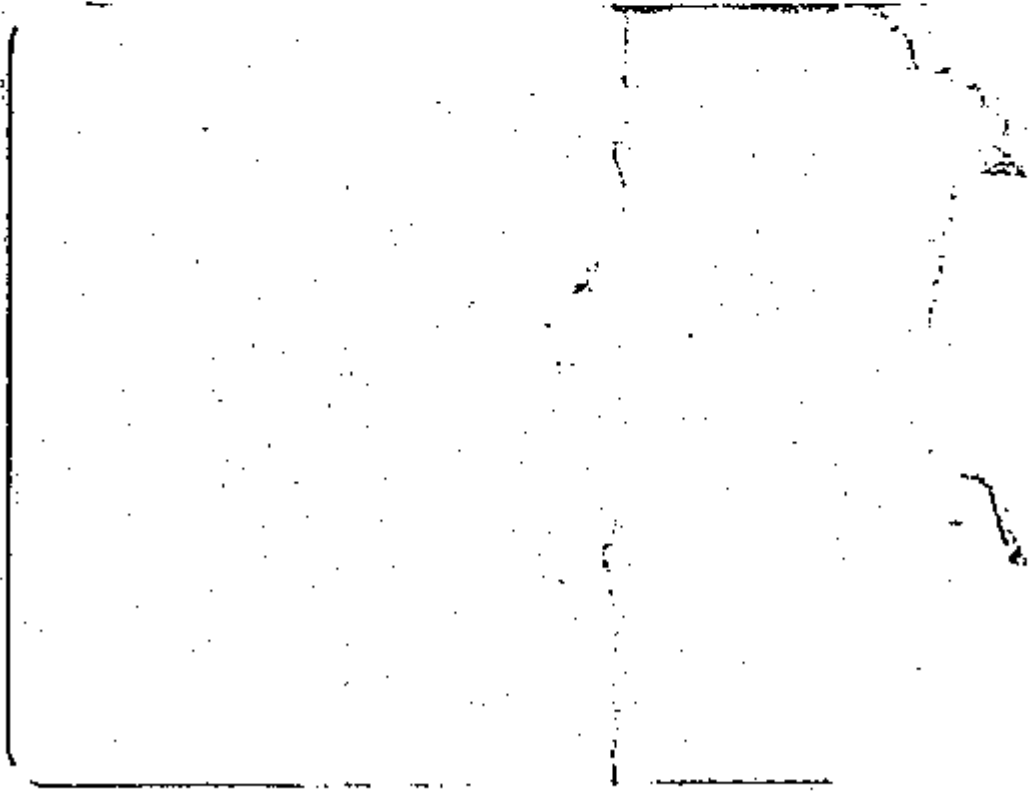


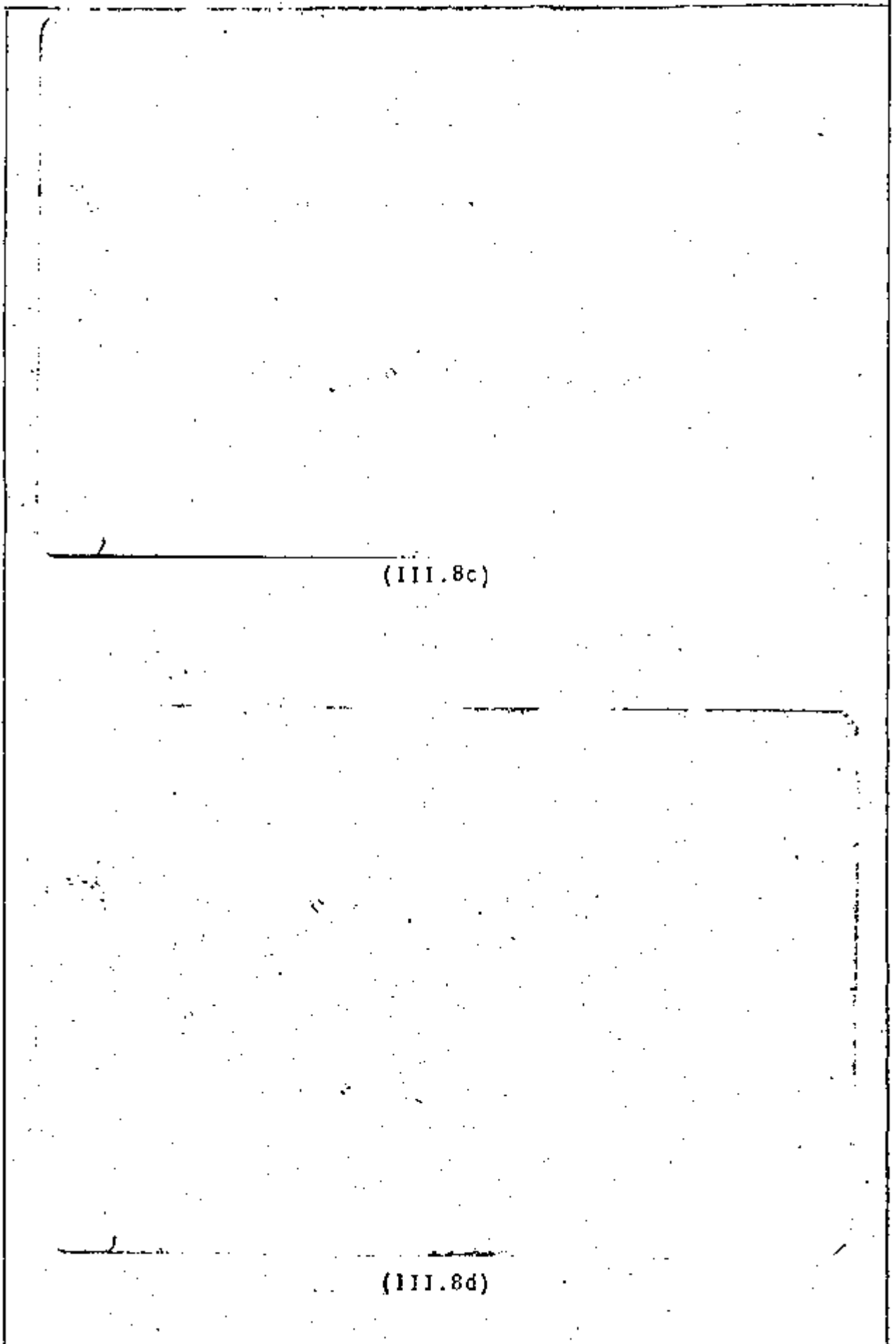
Figura III.7 - Fases de Evolução do Traço

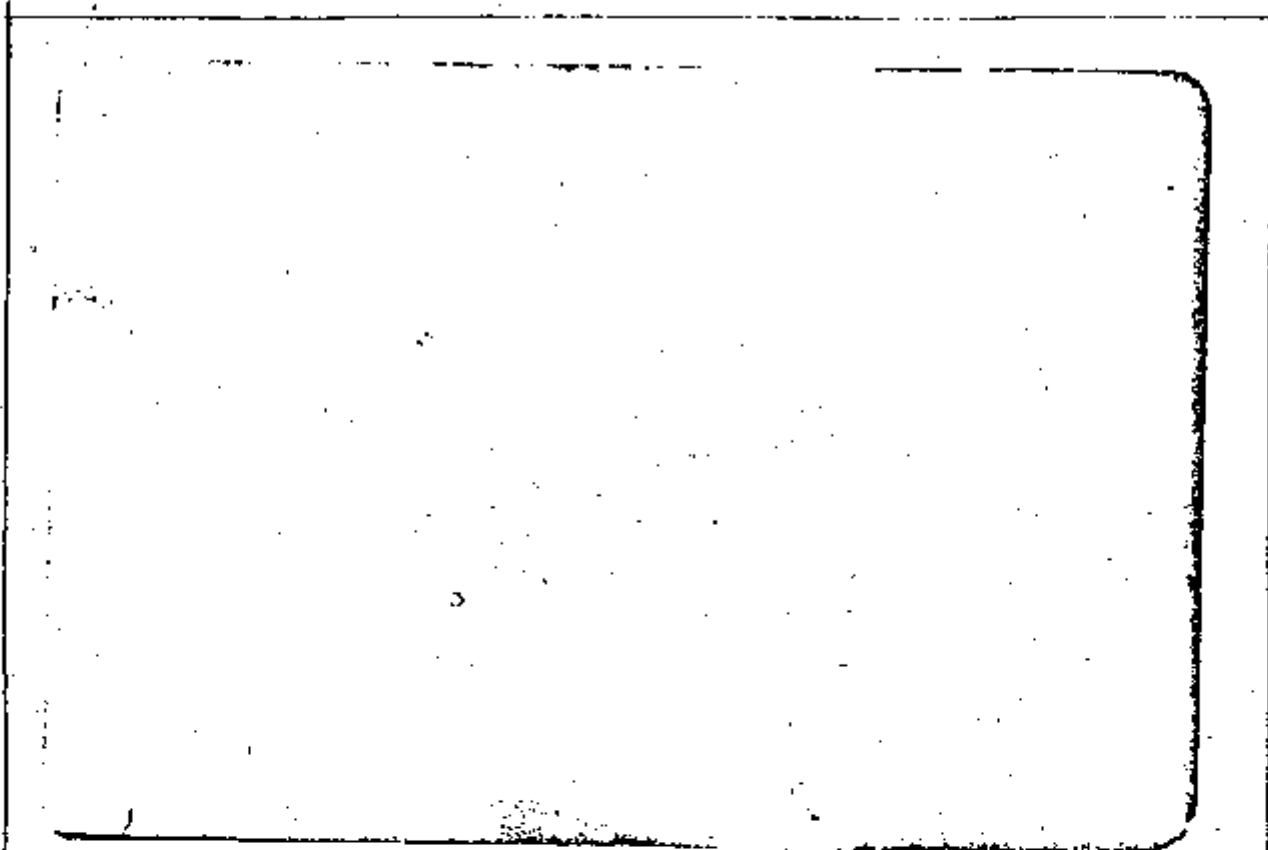


(III.8a)



(III.8b)





(III.8e)

Figura III.8 - Fases do traço em amostras de CR-39 irradiadas com partículas alfa e fragmentos de fissão de uma fonte de Cf^{252} atacadas durante 10 horas em solução de Hidróxido de Potássio 6 N, com 20% de álcool metílico observadas com auxílio de microscópio ótico. III.8a - 150 X; III.8b-150 X; III.8c - 750 X; III.8d - 750 X; III.8e - 750 X.

a qual o extremo do cone torna-se progressivamente mais arredondado, enquanto que a superfície do traço primeiro mantém-se elíptica. Então inicia-se uma transição até assumir uma forma parcialmente circular (níveis $X_2 Y_2$ e $X_3 Y_3$ respectivamente). Finalmente todo contorno do traço torna-se esférico com sua superfície completamente circular (nível $X_4 Y_4$), iniciando-se assim a fase esférica. Essas fases podem ser distinguidas conforme seqüência de fotos da Figura III.8.

O modelo assume velocidades de ataque constantes e material isotrópico. Essas aproximações são satisfatórias, principalmente com relação a V_T , cuja variação ao longo do traço é mínima, podendo ser desprezada, assumindo-se um valor médio constante em toda a trajetória da partícula.

III.4 - INTERAÇÕES DE NÊUTRONS COM SSNTD

III.4.1 - Introdução

A detecção de radiação está ligada à interação da radiação com o detector. Para as partículas carregadas os processos são de ionização e excitação. Os nêutrons não sendo ionizantes são detectados através de partículas carregadas produzidas nos mecanismos de sua interação como detector. Essas partículas secundárias produzidas por interações de espalhamento e reações nucleares num SSNTD causam danos de ionização sendo então possível de serem revelados seus traços utilizando-se de procedimento apropriado de ataque químico.

Em vários aspectos, os traços induzidos por nêutrons são consideravelmente diferentes dos observados convencionalmente com detectores plásticos:

- . podem ter origem em todo interior do detector e distribuídos de maneira aleatória e anisotrópica;
- . são causados por partículas nucleares diferentes, prótons, partículas alpha e núcleos de recuo, sendo que a produção de cada tipo depende da energia do nêutron incidente;
- . iniciado o ataque, podem ser observados traços em diferentes estágios de desenvolvimento.

A Figura III.9 mostra um esquema de traços de partículas carregadas geradas por reações com nêutrons e núcleos do material detector.

Na Tabela III.1 encontram-se as diversas reações induzidas por nêutrons que geram partículas carregadas ao interagirem com os núcleos dos componentes do polímero. Devido à abundância, somente as reações com os nuclídeos C^{12} e O^{16} foram considerados.

Também prótons de recuo provenientes de reações de nêutrons com núcleos de Hidrogênio do material, contribuem para a formação de traços.

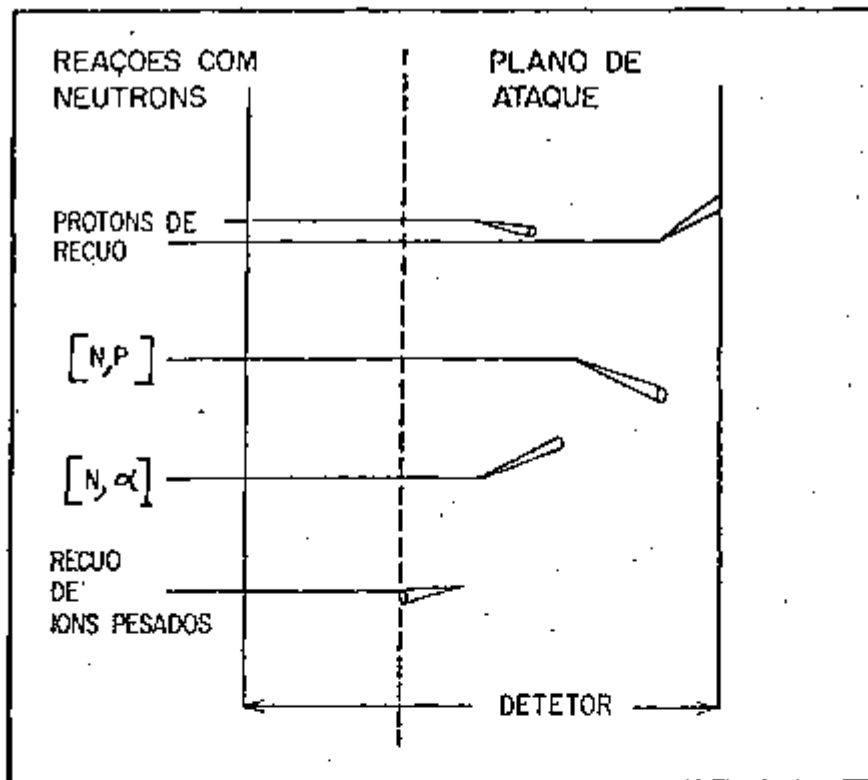


Figura III.9 - Traços induzidos por nêutrons em um detector

TABELA III.1 - Reações nucleares induzidas por nêutrons para núcleos alvos de C^{12} e O^{16} na região de 0 a 20 MeV produzindo partículas carregadas

REAÇÃO	PARTÍCULA CARREGADA
$C^{12} (n, n) C^{12}$	C^{12}
$C^{12} (n, n') C^{12}$	C^{12}
$C^{12} (n, p) B^{12}$	B^{12}, p
$C^{12} (n, \alpha) Be^9$	Be^9, α
$C^{12} (n, n') 3 \alpha$	3α
$O^{16} (n, n) O^{16}$	O^{16}
$O^{16} (n, n') O^{16}$	O^{16}
$O^{16} (n, d) N^{15}$	N^{15}, d
$O^{16} (n, \alpha) C^{13}$	C^{13}, α
$O^{16} (n, n') p, N^{15}$	N^{15}, p
$O^{16} (n, n') \alpha, C^{12}$	C^{12}, α
$O^{16} (n, 2n) O^{15}$	O^{15}

III.4.2 - Crítérios de Registro

A observação de traços de partículas secundárias geradas por reações de nêutrons com núcleos do material detector está relacionada tanto com o espectro do feixe incidente quanto às características do detector e as condições de ataque.

Quando de amostras sujeitas a feixes de nêutrons, traços de vários tipos podem ser visualizados sendo que a densidade de dano produzido está intimamente ligada com o tipo de partícula gerada e sua energia, conforme descritos em III.2.

Assim, para cada partícula J, para que haja formação de traço latente dentro do volume de um determinado tipo de detector é necessário que a energia da partícula gerada se encontre numa faixa de energia característica para sua espécie.

No processo de revelação do traço, o conjunto de condições estabelecidas para o ataque químico é fator importante já que a visualização do mesmo está relacionado à competição entre as taxas de ataque V_B e V_T .

Para o caso de partículas geradas no interior do detector, conforme esquema da Figura III.10, a condição de atacabilidade dos traços fica então definida por:

$$V \cos \psi > ?$$

com

$$\cos \psi = \cos \delta \cdot \cos \alpha + \sin \delta \cdot \sin \alpha \cdot \cos \beta$$

onde, ψ é o ângulo da partícula emergente com relação anormal do detector, δ ângulo de incidência do nêutron, α ângulo de espalhamento e β ângulo polar.

Dévido ao fato das partículas secundárias serem geradas em todo volume do detector, seria de esperar que traços que eventualmente estivessem na região removida durante o ataque fossem completamente consumidos. Contudo, mesmo em ataques prolongados ocorre a propagação de seu contorno esférico até camadas profundas no detector. Ao observar um microscópio, um detector submetido a nêutrons apresenta uma mistura complexa de diferentes formatos de traços o que dificulta a identificação dos mesmos, conforme seqüência de fotos da Figura III.1.

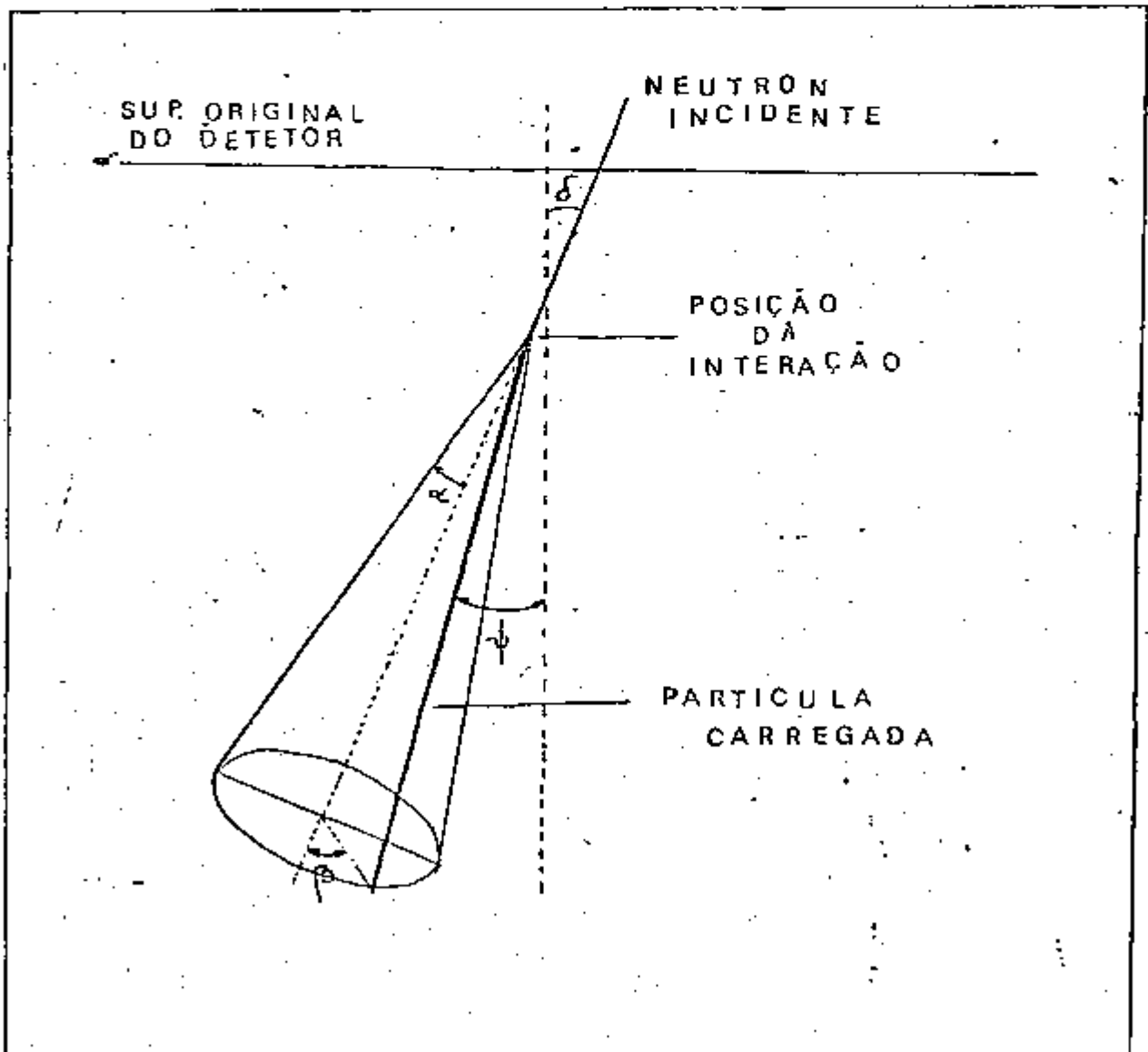
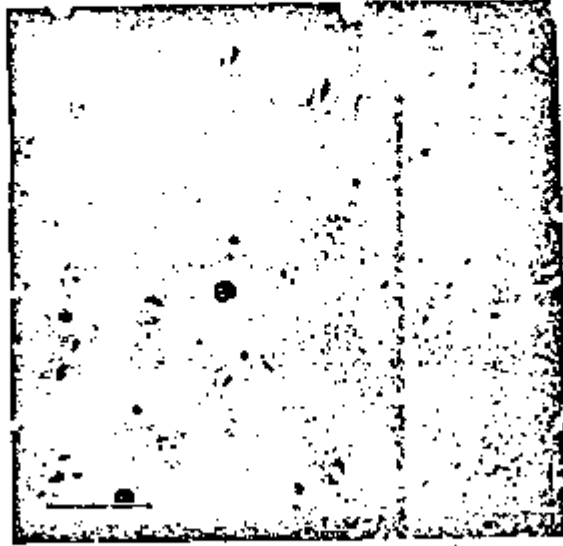


Figura III.10 - Ângulo mínimo ϵ para formação de uma partícula carregada gerada no interior do detector.



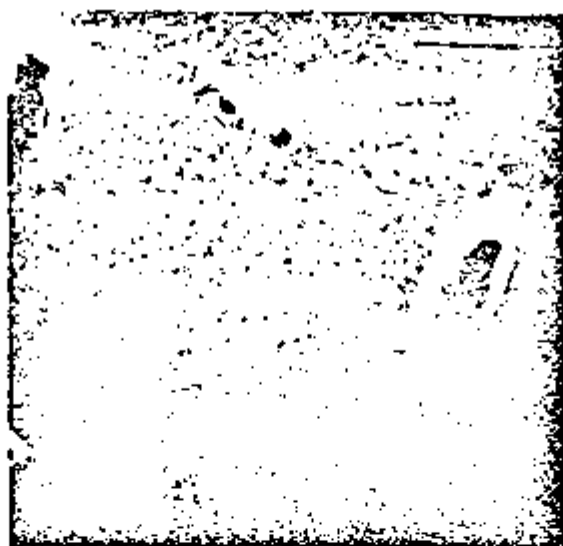
(III.11a)



(III.11b)



(III.11c)



(III.11d)

Figura III.11 - Amostras de CR-39 irradiadas com nêutrons da fonte de Am-Be atacadas com solução de KOH (6 N) 20% CH₃OH durante 2 horas observadas com microscópio eletrônico com aumentos:
(a) 2000 X; (b) 6000 X; (c) 10000 X;
(d) 10000 X.

CAPITULO IVMATERIAIS E METODOSIV.1 - Detector Utilizado

Com exceção do LR-115 (produzido pelo Kodak-Pathé), primeiro plástico desenvolvido para uso exclusivo como detector de traços, até então os polímeros detectores usados eram exclusivamente folhas isolantes, inerentemente heterogêneas, sendo compostos de misturas de zonas amorfas e regiões cristalinas que provocam diferenças marcantes quando submetidos a ataque químico. O raciocínio lógico leva a concluir que um polímero para ser um detector ideal deva apresentar uma alta transparência ótica (mesmo após ataques prolongados), serem completamente amorfos, possuírem alta sensibilidade a danos de radiação e serem preferencialmente atacados por reagentes não solventes.

Apesar de preencher essas características, o CR-39 apresenta "potencialmente" o melhor comportamento como detector de traços. A maior restrição é com relação à dificuldade na manufatura de detectores de boa qualidade.

Os produtos de CR-39 podem ser feitos a partir de um monômero líquido comercialmente chamado "allyl diglycol carbonate" (cientificamente recebe o nome de "die thylene glycol bis (allyl carbonate)"). Devido a suas duas duplas ligações allyl, pode ser polimerizado ou "cross linked" em homopolímeros ou copolímeros ou em alguns compostos intermediários.

A reprodutibilidade das propriedades do detector é um fator fundamental, pois de nada adiantaria ter-se um novo produto com uma alta sensibilidade para traços nucleares sem que essa característica pudesse ser alcançada. Com relação ao CR-39 há que se levar em conta fatores relevantes na produção a fim de se obter amostras ideais.

O processo de manufatura do CR-39 pode ser sintetizado no diagrama de bloco da Figura IV.1

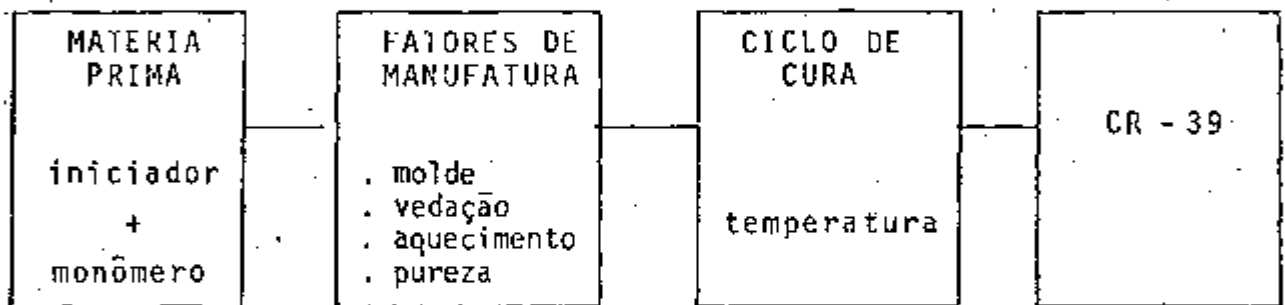


Figura IV.1 - Diagrama de bloco do processo de manufatura do CR-39

Para obter-se um detector com uma superfície ótica polida e sem quaisquer imperfeições que por ventura venham a produzir uma configuração semelhante a um traço após o ataque químico é necessário um alto grau de pureza dos produtos utilizados como matéria-prima (monômero + iniciador).

A resposta do polímero é fortemente afetada pelo tipo e concentração de iniciador utilizado, já que dependem desses dois fatores a taxa de polimerização, sua uniformidade e a densidade final da amostra (iniciadores mais empregados benzoil

peroxide, dicyclohexil peroxydicarbonate (CHPC), diisopropyl peroxydicarbonate (IPP)). Nota-se na Figura IV.2 a importância na concentração e tipo de iniciador.

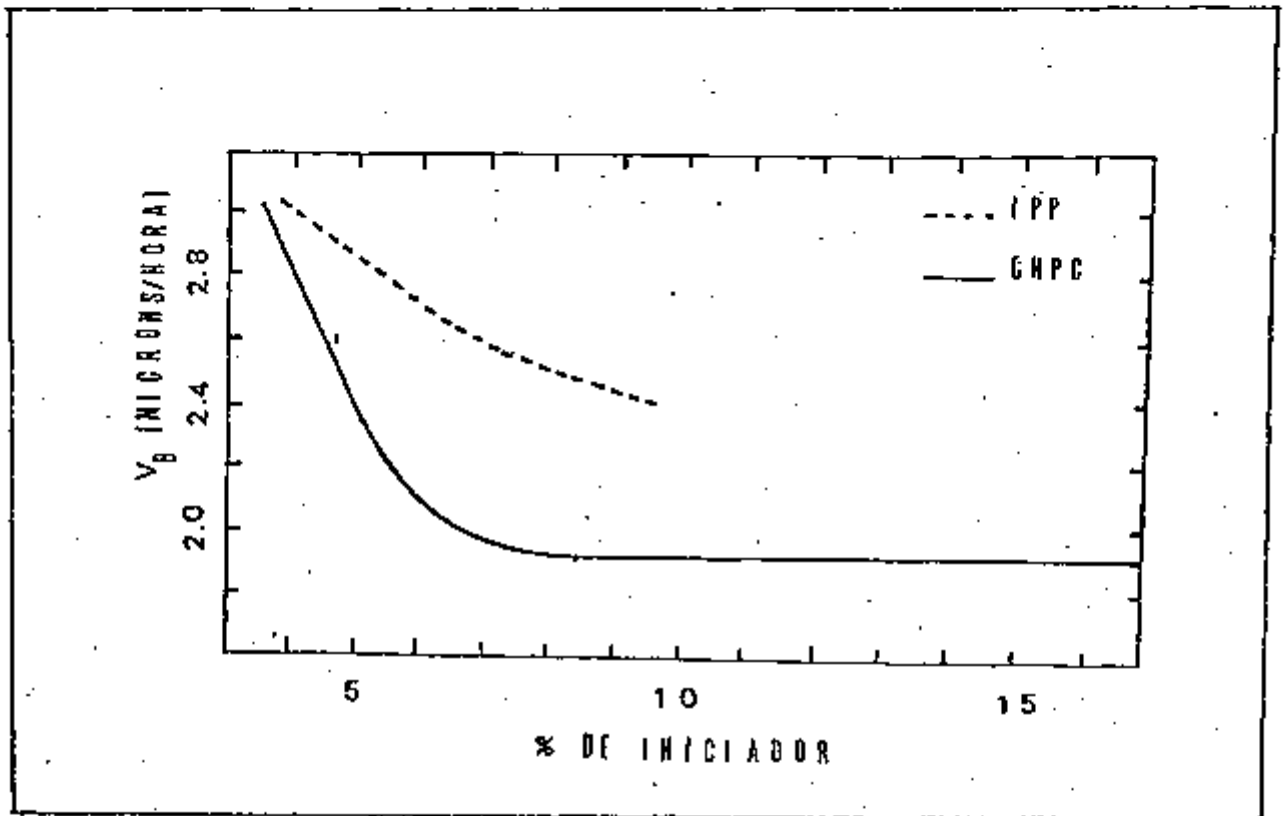


Figura IV.2 - Taxa de remoção do material não danificado (VB) em função da concentração de iniciador

O passo seguinte compreende injetar a mistura iniciador + monômero em um molde que consiste em duas placas planas polidas de vidro, separadas por uma vedação em torno das bordas. A medida que ocorre a polimerização há uma "contração" da mistura e, a fim de evitar-se não uniformidade e uma eventual quebra da folha firma-se o molde com uma pressão uniforme em toda sua extensão.

Como a polimerização é um processo exotérmico, al

guma anomalia referente às condições de ataque podem ser atribuídas a uma falta de uniformidade na polimerização causada devido a possíveis gradientes térmicos. O fato principal que vem afetar a reprodutibilidade da resposta do detector está nas condições que devem ser observadas durante o ciclo de cura, isto é, durante o período em que a temperatura de cozimento varia passo a passo ou gradativamente até que ocorra o endurecimento do polímero completamente. A energia liberada pela polimerização irá aquecer o centro do molde provocando polimerização mais rápida no centro da folha, assim há necessidade de um aquecimento externo uniforme por sobre a superfície do molde a fim de evitar-se a formação de camadas. Um típico conjunto de curvas de aquecimento é mostrado na Figura IV.3.

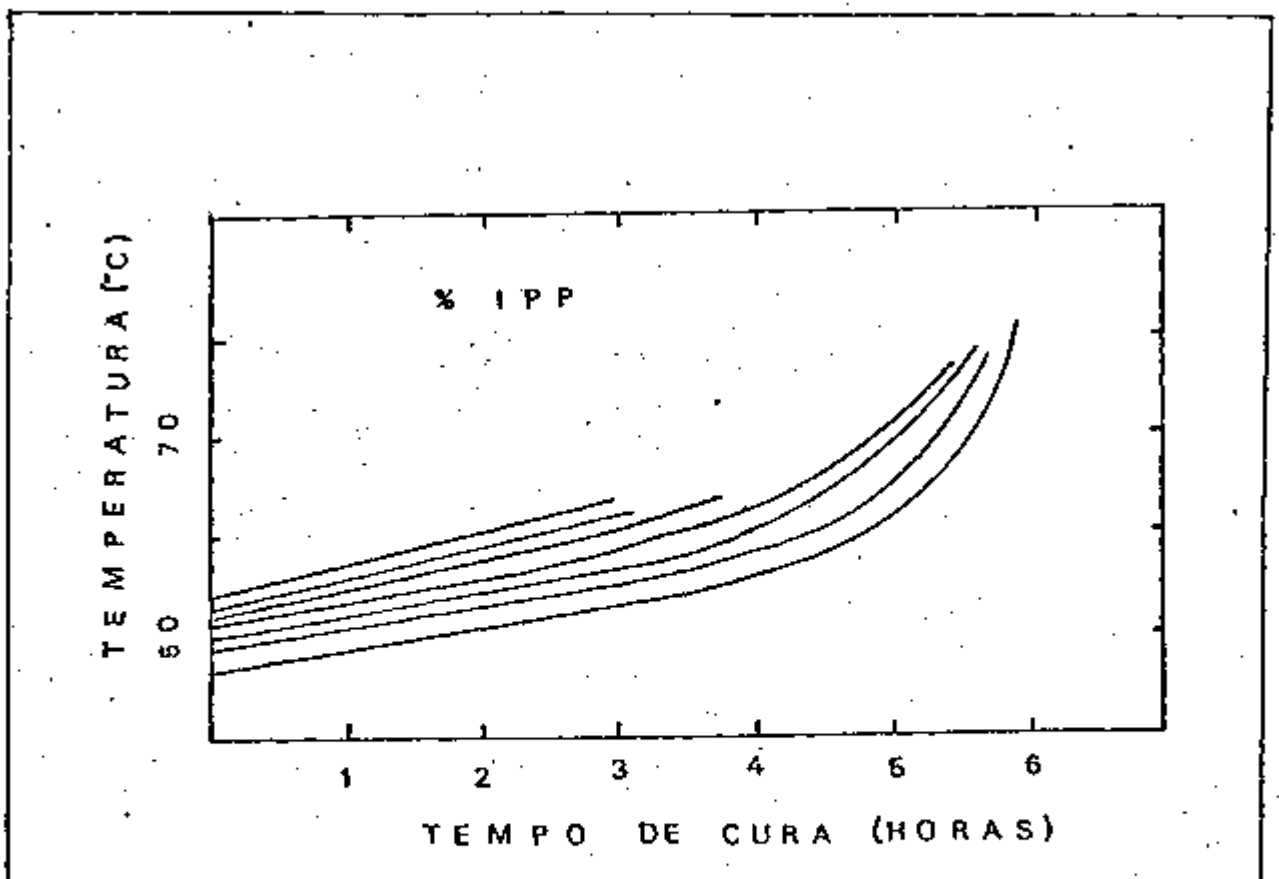
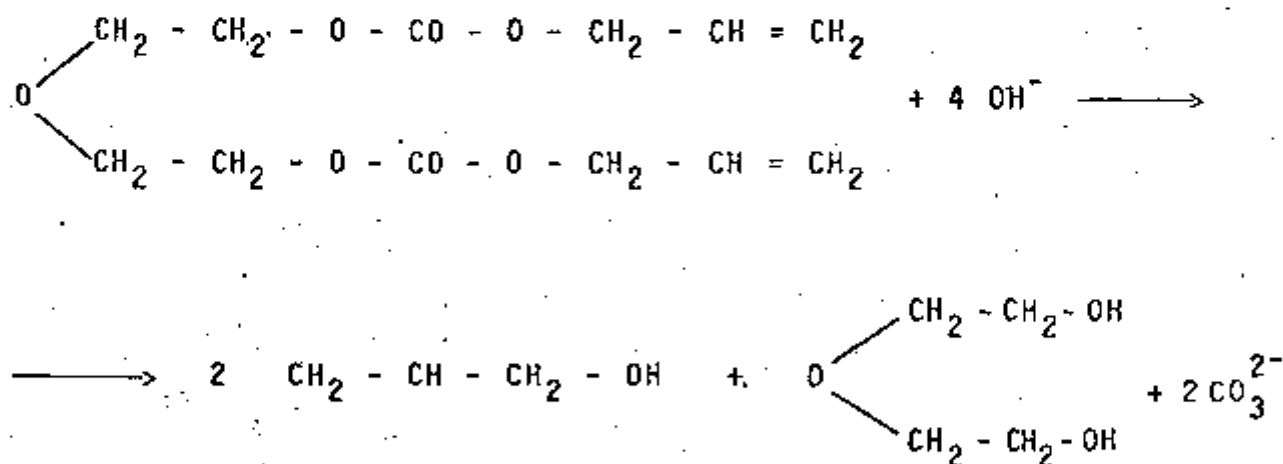


Figura IV.3 - Curvas de Temperatura x tempo de cura usadas na manufatura de CR-39

IV.2 - MECANISMOS DE ATAQUE QUÍMICO DO CR-39

O conhecimento dos fundamentos químicos envolvidos no processo de ataque é útil na otimização das condições satisfatórias para as aplicações diversas do detector. Gruhn e all. [34] examinando a natureza dos produtos de ataque de polímeros formularam hipóteses que esclarecem satisfatoriamente o comportamento do CR-39 em soluções alcalinas.

O plástico degrada pela quebra das ligações carbonete-éster pelo íon hidroxila, originando produtos orgânicos. No caso do CR-39 os principais são: 2-2'-oxidietanol e polialil-alcool (P.A.A.). O esquema abaixo representa essa degradação:



O 2-2' oxidietanol possui uma boa solubilidade no atacante, o mesmo não ocorrendo como P.A.A.; sendo percebido nas soluções com altas concentrações de atacante, podendo mesmo, nesses casos interferir prejudicando a atuação do atacante.

IV.2.1 - Ataque Químico

O conhecimento detalhado da influência das condições de ataque (tipo de atacante, concentração, temperatura, tempo) sobre as taxas de ataque V_B e V_T é essencial para uma otimização do sistema de detecção, já que esses parâmetros interferem de maneira marcante sobre a resposta do detector. As amostras foram submetidas ao ataque químico em tubos de ensaio, imersos no banho térmico à temperatura constante (variação máxima de ± 0.5 °C). A fim de evitar a evaporação da solução e consequente alteração na concentração, os tubos permaneciam lacrados durante o tempo de ataque.

As observações preliminares foram realizadas utilizando-se soluções "puras" de KOH (KOH + H₂O) com normalidades estabelecidas. Com o objetivo de analisar a influência de solventes orgânicos sobre as taxas de ataque do CR-39 soluções "Mistas" (KOH + H₂O + solvente orgânico) foram utilizadas. A proporção do solvente adicionado é expressa em porcentagem do volume total água + solvente orgânico.

Na escolha do solvente apropriado, faz-se mister considerar não só a influência sobre as taxas de ataque, mas suas propriedades físico-químicas (Tabela IV.1), já que há necessidade de seu uso à temperaturas relativamente altas e tempos de ataque longos.

t - tempo de ataque

IV.3 - VISUALIZAÇÃO DE TRACOS

Os procedimentos usuais de ataque químico revelam traços que somente podem ser observados utilizando-se de um microscópio ótico, o que limita o campo visual a uma área relativamente pequena. Em medidas de densidade de traços de amostras, a contagem dos mesmos é um processo longo e cansativo. Assim visando otimizar o método, desenvolveu-se técnicas de ampliação rápida e coloração dos traços para que os mesmos sejam observados utilizando-se uma leitora de microfichas ou um projetor de slides. Sendo o campo de observação desses dispositivos maior, há a possibilidade de varrer em pouco tempo uma área consideravelmente grande do detector.

A técnica de ataque eletroquímico (ECE), revela traços que podem ser visualizados em uma tela, contudo a não disponibilidade de detectores de espessura pequena necessários para as câmaras de ataque eletroquímico desenvolvidas em nosso laboratório foi fator principal de limitação para a aplicação da técnica.

IV.3.1 - Técnica para Crescimento Rápido de Traços

O princípio de técnica empregada por Ajitanand e al. [35] consiste na atuação de um agente "expansor" para

SOLVENTE	FÓRMULA QUÍMICA	PESO MOLECULAR	DENSIDADE g/cm ³	PONTO DE EBULIÇÃO °C	SOLUBILIDADE EM ÁGUA
Metanol	CH ₃ OH	32.04	0.796	64.65	∞
Etanol	C ₂ H ₅ OH	46.07	0.789	78.50	∞
Glicerol	C ₃ H ₅ (OH) ₃	92.90	1.260	291.0	∞
Hidróxido de Amônia	NH ₄ OH	35.05	0.910	-	-
Peróxido de Hidrogênio	H ₂ O ₂	34.02	-	152.1	∞

Tabela IV.1 - Propriedades dos solventes empregados [37]

As taxas de ataque, de amostras com 0.5 cm² de área expostas a partículas α e fragmentos de fissão de uma fonte de Cf²⁵², são obtidas das relações (Apêndice):

$$V_B = \frac{D_f}{2 \cdot t} \quad (IV.1)$$

(IV.1)

$$V_T = V_B \left| \frac{1 + r^2}{1 - r^2} \right| \quad \text{com } r = \frac{D_\alpha}{D_f}$$

onde:

D_f - diâmetro dos traços de fragmentos de fissão

D_α - diâmetro dos traços de partículas alfa

plásticos. A ação do mesmo, a altas temperaturas, enfraquece as ligações do polímero tornando-o acessível a um rápido ataque. Para a maioria dos plásticos detectores o óleo de sândalo apresentou o melhor comportamento como expensor.

Há a necessidade de um pré-ataque químico normal para iniciar a formação dos traços. A seguir a amostra é submetida a vários ciclos até que a dimensão do traço atinja um valor adequado. Entende-se por ciclo a seguinte seqüência:

1. Fricciona-se a superfície do plástico com óleo de sândalo por um minuto para que o óleo penetre nos traços;
2. Lavar e secar a superfície do plástico com água e sabão para a remoção do excesso de óleo;
3. Submeter a amostra a um ataque químico normal por cinco minutos a temperatura alta (90 °C) em solução de KOH 3N;
4. Lavar e secar.

Se forem realizados ciclos em demasia, eventualmente irá ocorrer perda de informações devido a superposição de traços adjacentes.

IV.3.2 - Técnicas de Coloração de Traços

A informação básica necessária para a maioria dos estudos de traços consiste na identificação e medida de densidade dos mesmos. Com o intuito de aumentar o contraste entre a superfície do plástico e o traço para uma melhor visualização, técnicas de coloração foram empregadas.

Técnicas simples e rápidas, apresentando uma eficiência muito boa para a aplicação de substâncias opacas nos traços atacados foram desenvolvidas. Consistem em:

Borrifar-se a superfície atacada da amostra com DP-40, líquido penetrante de coloração vermelha usado em testes não destrutíveis de materiais. Remove-se o excesso após cinco minutos;

Friccionar-se a superfície do plástico com tinta guache, retirando o excesso com água;

mergulhar a amostra em uma solução fervente de:

250 ml de água destilada

10 ml de $\text{NH}_4 \text{OH}$

0.5 g de azul de metileno

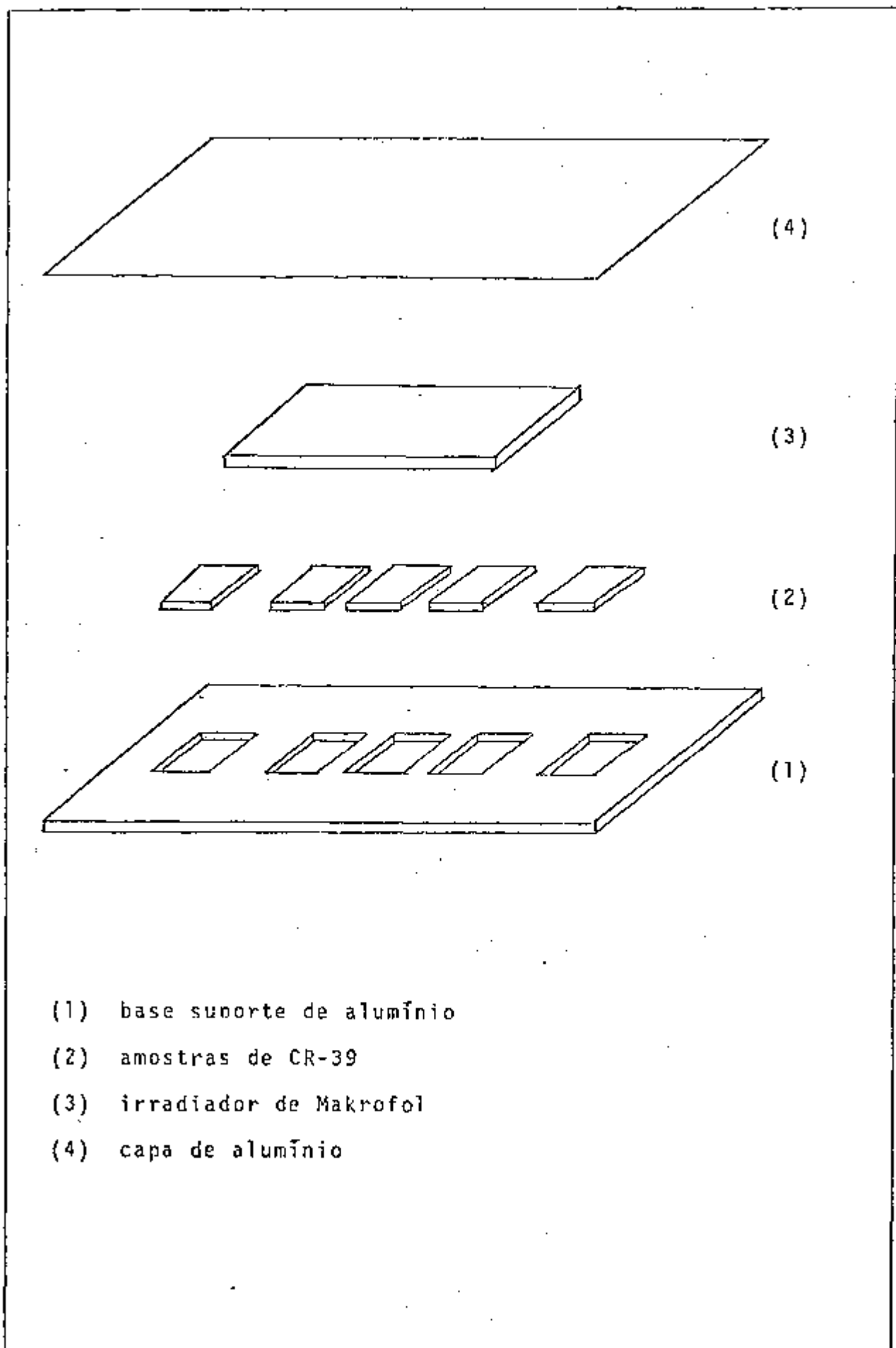
IV.4 - AMOSTRAS IRRADIADAS

As amostras submetidas a feixes de nêutrons constituem-se de cinco detectores CR-39 de 1 cm^2 de área, sendo três dos detectores sobrepostos por uma camada de Makrofol-E de 1 mm de espessura que atua como irradiador. Os nêutrons incidentes, interagem com os núcleos do irradiador e no interior do próprio detector sendo registrado os recuos.

Todo o conjunto está sobre uma base de alumínio de 1 mm de espessura e é envolto por uma folha delgada de alumínio a fim de impedir que eventuais prótons originários da água contida no ar sejam espalhados e atinjam o detector. As dimensões da amostra são: 100 x 40 x 3 mm. A Figura IV.4 dá uma visão mais detalhada da amostra.

As irradiações foram realizadas com auxílio de uma fonte Am-Be de nêutrons do Instituto de Radioproteção e Dosimetria - IRD/CNEN (Rio de Janeiro (1 Ci) e da fonte Am-Be do Laboratório de Instrumentação Nuclear do Programa de Engenharia Nuclear da COPPE/UFRJ (5 Ci).

É necessário salientar que a fonte de 5 Ci encontra-se encapsulada em um envólucro de aço, de forma cilíndrica com 15,0 cm de altura e 3,0 cm de diâmetro, o que modifica o espectro dos nêutrons emitidos, devido principalmente a espalhamento inelástico e absorção pelo Ferro.



- (1) base suporte de alumínio
- (2) amostras de CR-39
- (3) irradiador de Makrofol
- (4) capa de alumínio

Figura IV.4 - Esquema das amostras irradiadas com nêutrons da fonte de Am-Be

CAPÍTULO VRESULTADOS E DISCUSSÃOV.1 - COMPORTAMENTO DO CR-39 EM SOLUÇÕES ALCALINASV.1.1 - Efeito de Solventes Orgânicos sobre as Taxas de Ataque

A revelação de um traço, como foi mencionado, está fortemente ligado às velocidades de ataque V_B e V_T . A adição ou não de solventes químicos a solução atacante é fator importante na atuação da mesma sobre a resposta do detector.

Como foi referenciado na Seção IV.2.1, não só a ação do solvente sobre V_B e V_T deve ser considerada. Suas propriedades físico-químicas são também fatores importantes a serem levadas em conta. Essas soluções mistas apresentavam com o decorrer do tempo uma alteração marcante na cor da solução: de cristalina a amarelo intenso. Esse efeito é mais marcante nas soluções com Etanol (C_2H_5OH) que, mesmo para soluções com baixa concentração de KOH, com pouco tempo de uso, adquirem um amarelo mais intenso quanto maior for a temperatura de ataque e o volume de Etanol adicionado.

Dentre os solventes utilizados (Tabela IV.1), o Metanol (CH_3OH) apresentou o melhor comportamento, podendo ser revelados tanto traços de partículas pesadas (fragmentos de fissão) quanto de partículas leves (partículas α) provenientes de uma fonte de Cf^{252} em pouco tempo de ataque.

As Figuras V.1, V.2 e V.3 mostram a variação do diâmetro médio dos traços com a espessura de material removido respectivamente para soluções de KOH (6 N) em:

100% de água (solução pura)

50% de Metanol

50% de Etanol

Para cada amostra foi realizado ataque químico ininterrupto a fim de que eventuais modificações nas condições de ataque não alterasse o resultado final.

É marcante a influência das soluções mistas na revelação de traços. Comparando a atuação de solução pura com a solução com 50% de Metanol, nesta última os traços das partículas leves puderam ser observados logo no início do ataque químico e esse foi o fator que determinou a escolha do Metanol como solvente mais apropriado. Os demais solventes estudados que constam da Tabela IV.1 mostraram atuação irrisória, não sendo considerados.

V.1.2 - Tempo de Ataque Químico

Para cada amostra observou-se a espessura removida, h (μm), determinando-se seu valor antes e após o ataque químico, sendo que em ambas situações a amostra era previamente lavada e deixada secar por dois dias prensada entre papel-filtro

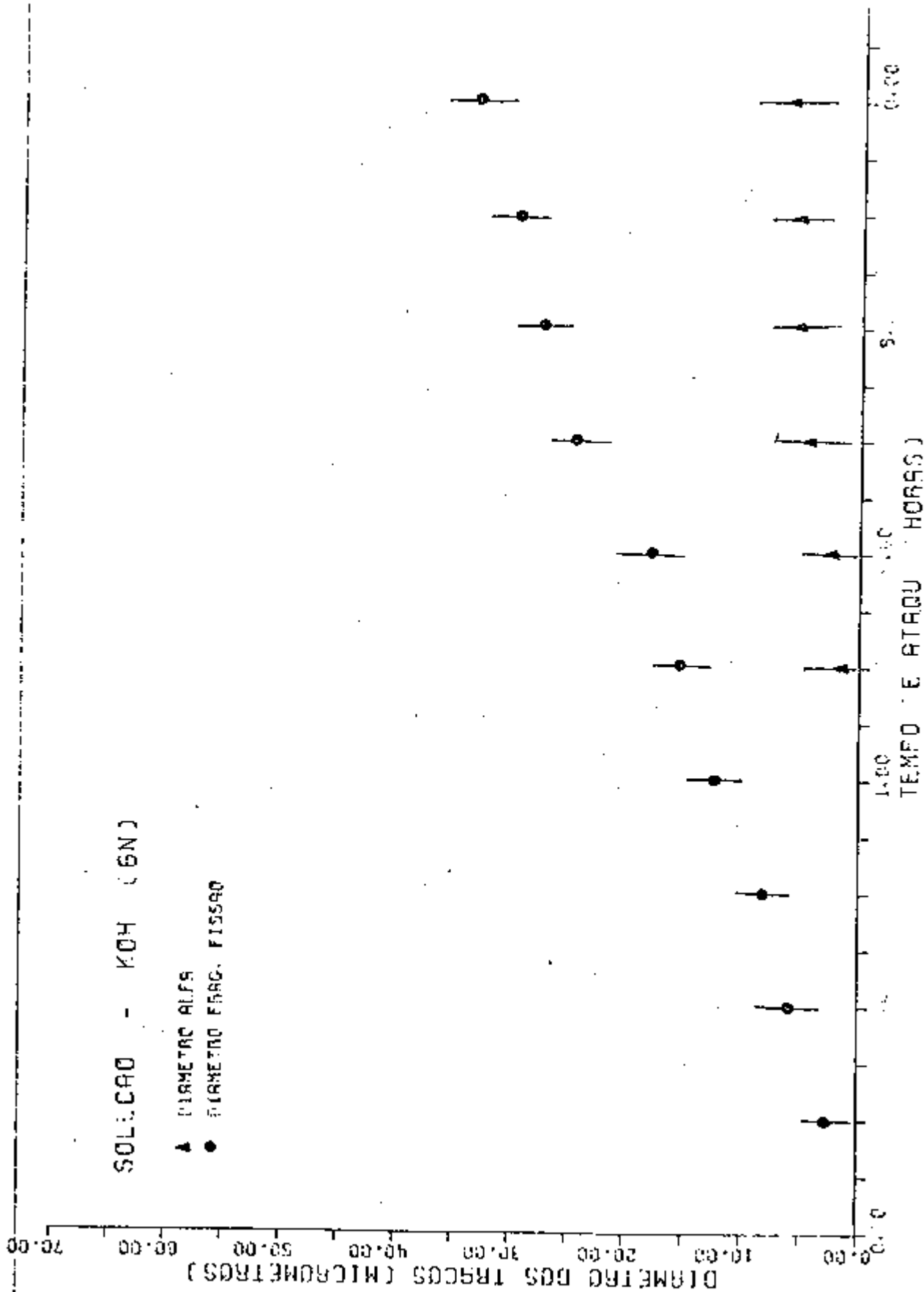


FIG. V.1 - DIÁMETRO DOS TRACOS EM FUNÇÃO DO TEMPO DE ATAQUE

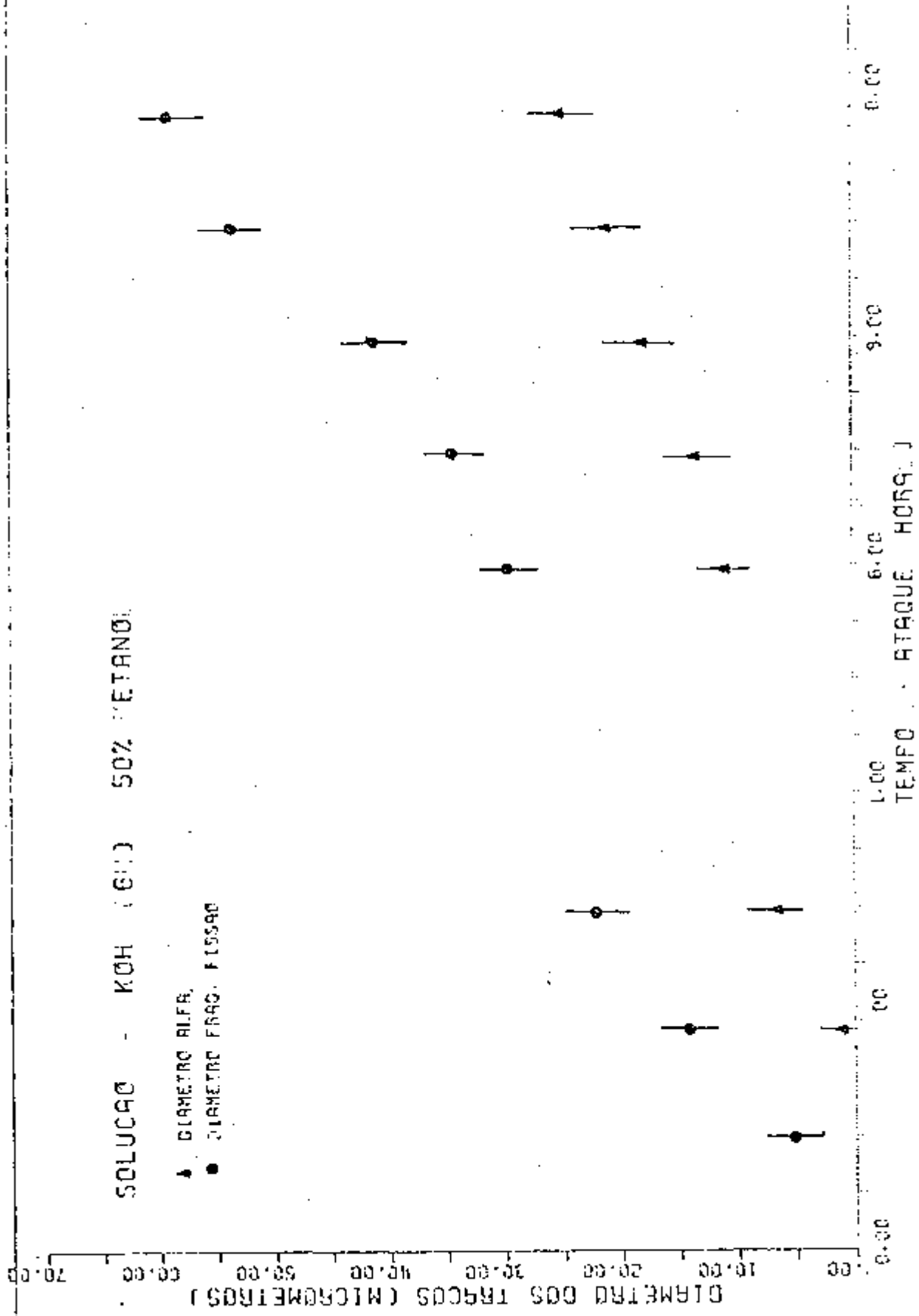


FIG. V.2 DIAMETRO DOS TRACOS DE FISSAO O TEMPO DE ATAQUE

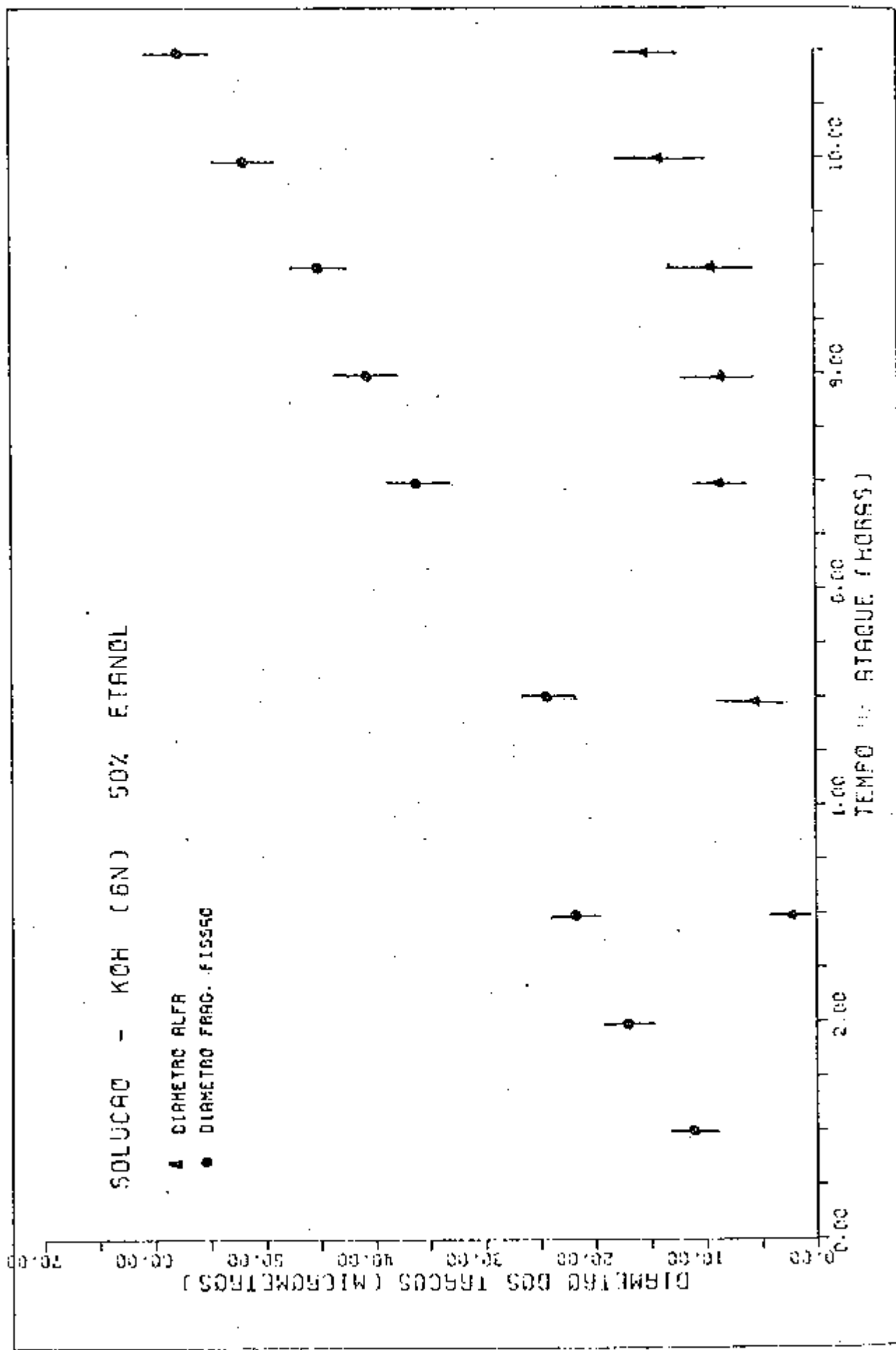


FIG. V.3 - DIAMETRO DOS TRACOS EM FUNCAO DO TEMPO DE ATAQUE

a fim de evitar qualquer interferência na medida devido a provável absorção de água pelo plástico. A espessura total removida é obtida por:

$$h = \frac{h_o - h_f}{2}$$

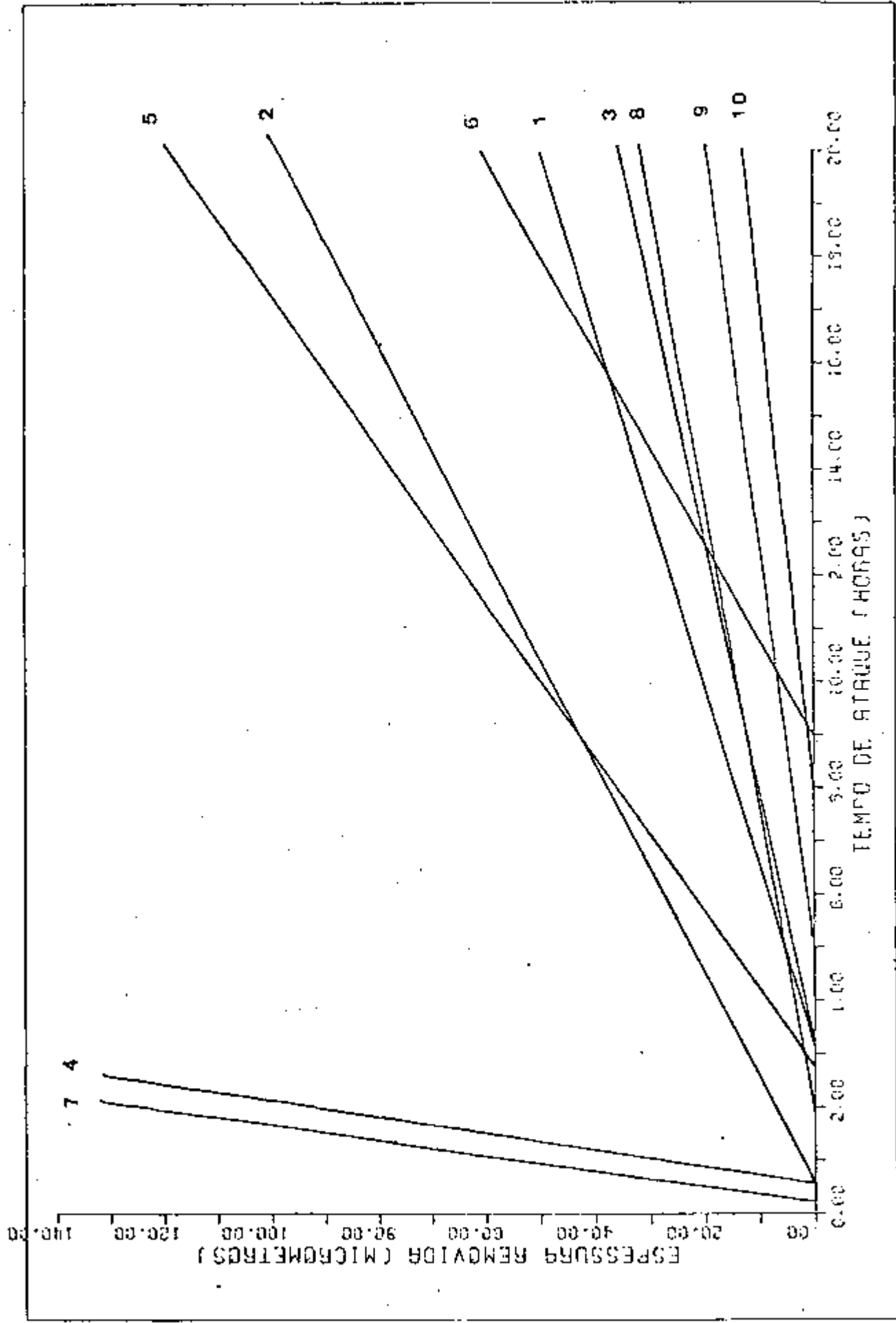
onde:

h_o - espessura original

h_f - espessura final

Por fornecer um resultado mais exato, optou-se pela medida de h utilizando-se o microscópio ótico, já que a taxa de remoção de material (V_B) para alguns casos é relativamente pequena e as medidas efetuadas com intervalos de duas horas. Para cada medida utilizou-se uma amostra diferente, isto é, não foram feitos ataques químicos interrompidos. Na Tabela V.1 encontram-se as soluções utilizadas.

Medidas de espessura removida para as diversas soluções tornam evidente que as amostras não sofrem a ação do atacante imediatamente após serem inseridas na solução. Na Figura V.4 estão plotadas retas ajustadas da espessura removida em função do tempo de ataque. Define-se assim um "tempo de indução ao ataque", T_{ind} , que depende tanto do tipo (pura ou mista) e concentração da solução como da temperatura em que o ataque foi realizado. Os resultados demonstram ser a remoção do material linear com o tempo de ataque, sendo essa variação mais acentuada



nos casos de soluções mistas. Na Tabela V.1 estão os valores de T_{ind} para cada situação. Esses resultados concordam com resultados de outros pesquisadores [36].

SOLUÇÃO	CONCENTRAÇÃO DE KOH (N)	PORCENTAGEM DE METANOL	TEMPERATURA (°C)	TEMPO DE INDUÇÃO (h)
1	9	20	40	3.24
2	6	50	40	0.65
3	6	20	40	3.65
4	6	50	60	0.70
5	6	20	60	2.65
6	0.5	50	60	8.88
7	0.5	100	60	0.29
8	9	-	60	1.47
9	6	-	60	5.19
10	1	-	60	7.76

Tabela V.1 - Tempo de indução ao ataque para diversas soluções utilizadas

É necessário salientar que os ataques longos a temperaturas altas podem afetar a estrutura do material originando "bolhas", esse efeito é mais marcante para as soluções fortes (soluções que removem considerável porção de matéria).

V.1.3 - Variacão das Taxas de Ataque com a Concentração da Solução e Volume de Solvente Adicionado

Com relação a concentração de atacante (hidróxido de potássio) para o caso de soluções puras, a dependência das taxas de ataque é do tipo N^a , onde N é a normalidade da solução. A Figura V.5 mostra o comportamento das curvas para V_B e V_T para as temperaturas de 40, 60 e 70°C, sendo encontrado os valores de $a = 1.88$ e $a = 1.94$ respectivamente para V_B e V_T . As curvas foram ajustadas por mínimos quadrados.

No caso das soluções mistas, o comportamento das curvas difere não só a medida que a proporção de solventes adicionado aumenta, mas também com o acréscimo da temperatura (Figura V.6 e Figura V.7). Para o caso de soluções com 50% de Metanol (Figura V.7) nota-se que a razão entre as velocidades de ataque do traço V_T e de remoção do material não danificado V_B é menor que para os casos de soluções com teor mais baixo de metanol, 20% (Figura V.6). Esse fato é importante para a escolha da solução ideal, já que a eficiência de ataque de uma solução está estritamente ligada com a possibilidade de serem revelados traços e não com a remoção rápida de material.

V.1.4 - Influência da Temperatura sobre as Taxas de Ataque V_B e V_T

A revelação do traço de uma partícula carregada no detector é fruto da competição entre as taxas de ataque V_B e V_T . Informações a respeito da influência sobre as velocidades

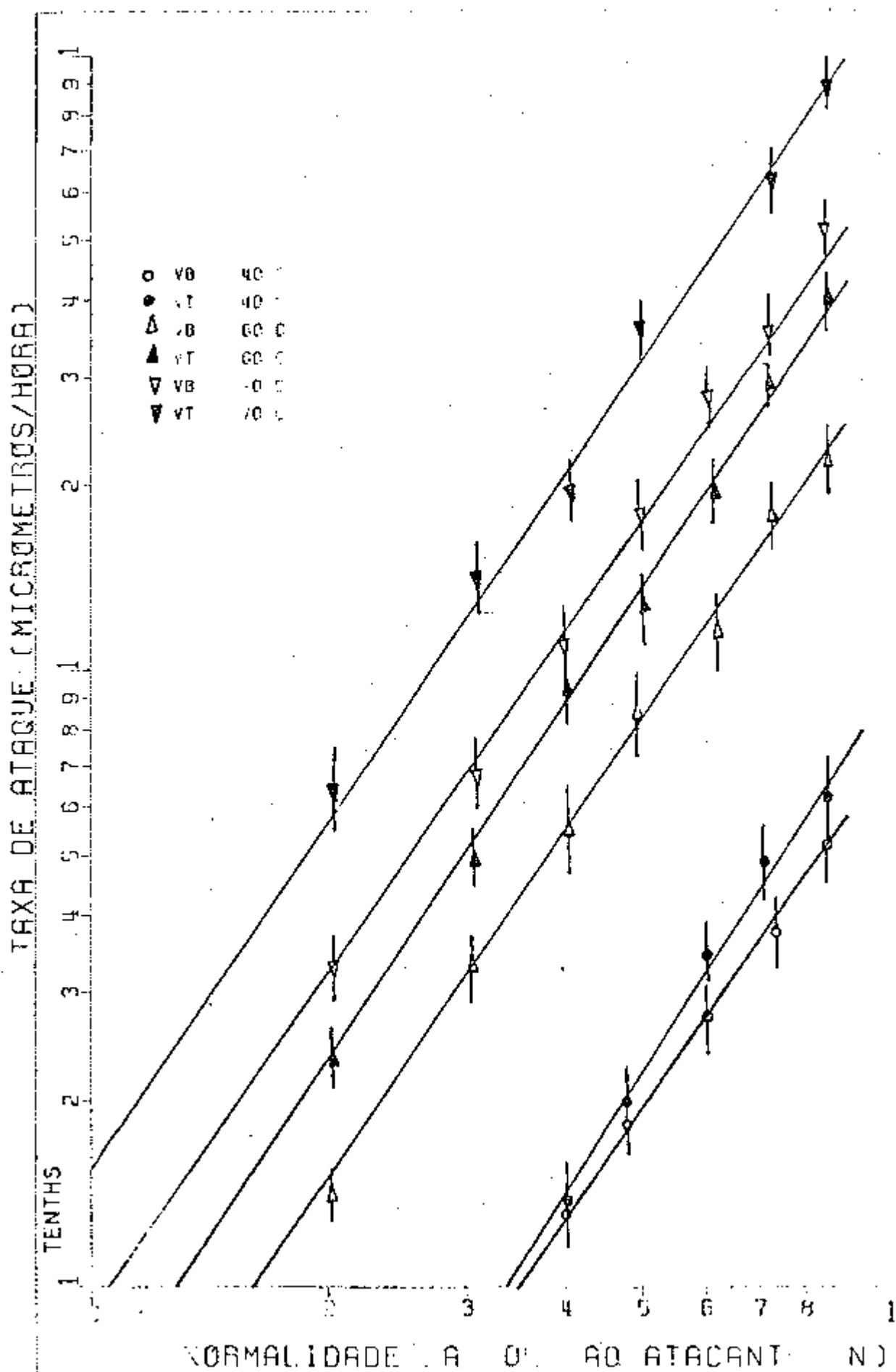


FIG. V.5 - VARIAÇÃO DA TAXA DE ATAQUE EM FUNÇÃO DA CONCENTRAÇÃO E PCH
 COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR/SP - IPEN

SOLUCAO - 20% METANOL

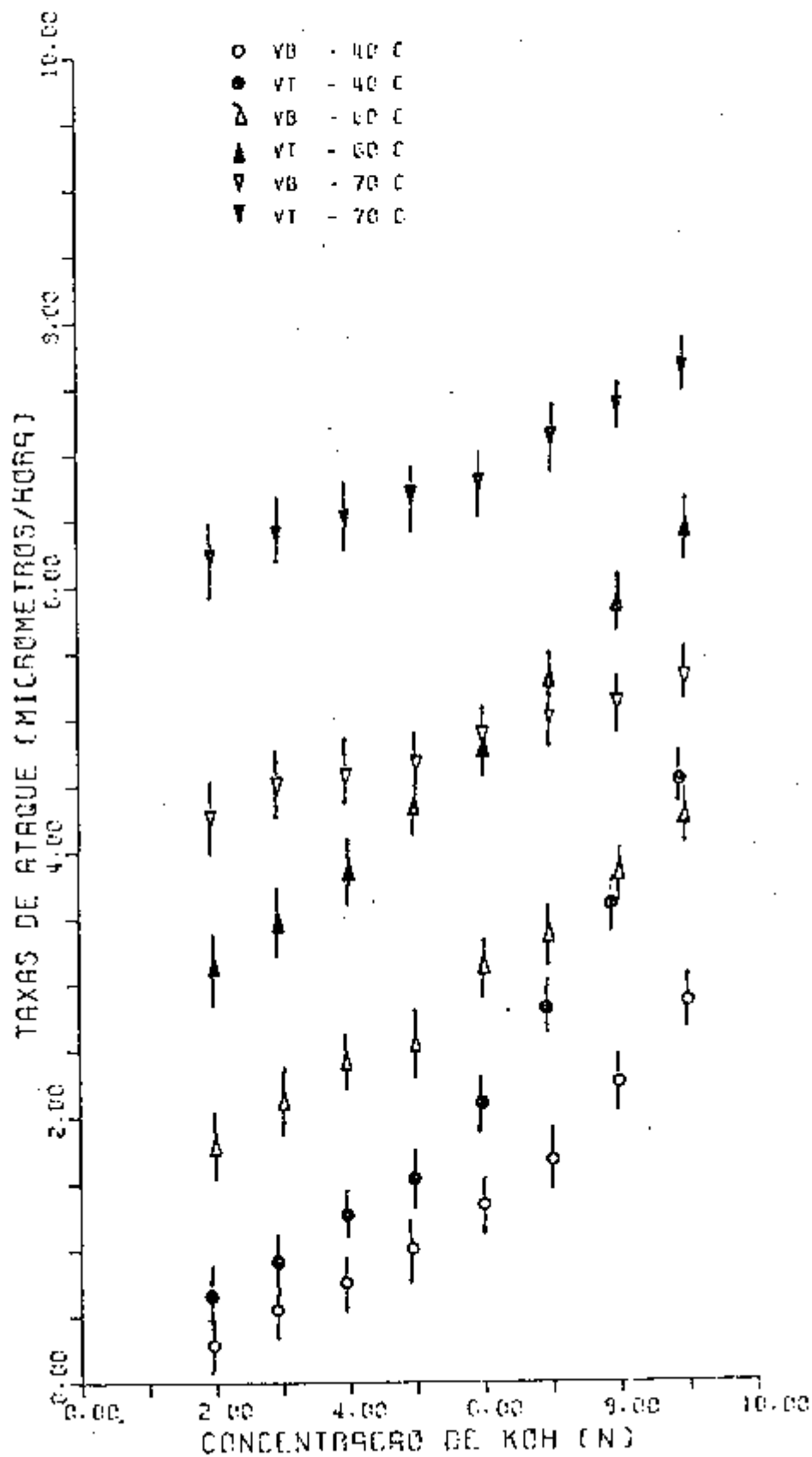
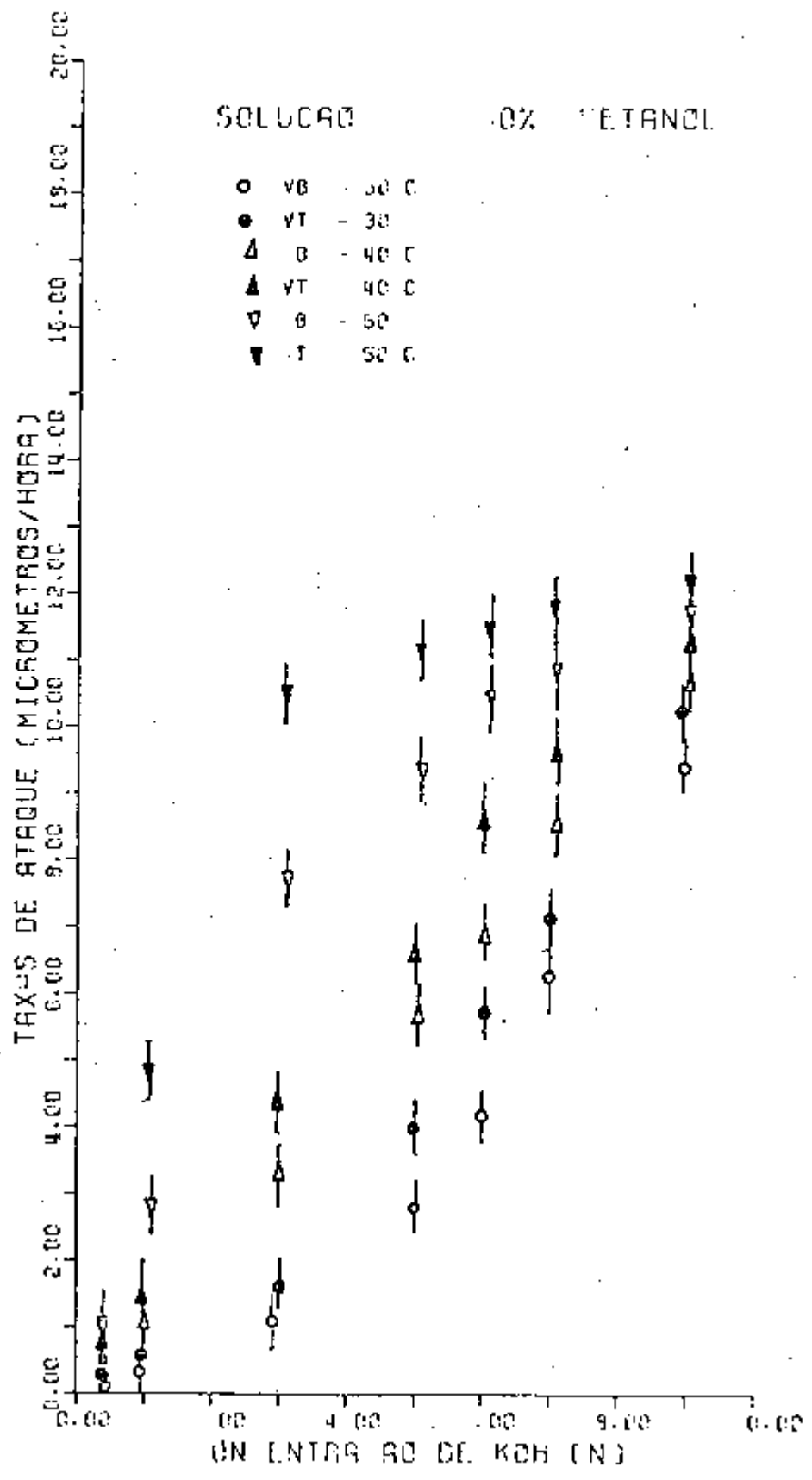


FIG. V-6 - VARIAÇÃO DAS TAXAS DE ATAQUE EM FUNÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE KOH



de ataque de fatores característicos de cada situação distinta de ataque químico utilizado é fundamental para a escolha da solução padrão ideal a ser utilizada.

Com relação a temperatura em que o ataque é efetuado, a expressão geral da forma:

$$V = A_0 \exp \left[- \frac{E}{KT} \right]$$

onde:

A_0 - parâmetro de ajuste

E - energia de ativação da reação

K - constante de Boltzmann

T - temperatura absoluta (°K)

foi ajustada aos dados experimentais para as várias condições de ataque químico. As medidas foram efetuadas em amostras expostas a fragmento de fissão e partículas alfa de uma fonte de Cf^{252} .

Os ataques efetuados foram ininterruptos e as amostras foram lavadas e deixadas para secar por dois dias a fim de evitar-se influência ambiental sobre as medidas.

As taxas de ataque foram obtidas a partir das relações desenvolvidas no Apêndice.

A variação das taxas de ataque está fortemente relacionada com a adição de Metanol a solução. Tanto V_B como V_T crescem com o aumento da percentagem. É importante frisar que a energia de ativação E decresce à medida que aumenta a proporção de solvente na solução, conforme Tabela V.2.

SOLUÇÃO	CONCENTRAÇÃO DE KOH (N)	PORCENTAGEM DE METANOL (%)	E_B (eV) $\times 10^{-1}$	E_T (eV) $\times 10^{-1}$
1	9.0	-	5.45	4.87
2	9.0	20	1.83	1.54
3	9.0	50	0.42	0.55
4	6.0	-	5.56	5.12
5	6.0	20	3.82	3.48
6	6.0	50	3.08	2.95
7	3.0	-	8.95	8.65
8	3.0	20	5.54	5.18
9	3.0	50	4.37	3.99
10	1.0	20	9.15	8.93
11	0.5	50	16.34	17.35
12	0.5	100	10.73	11.54

Tabela V.2 - Energia de ativação, E_B e E_T para as diferentes soluções utilizadas

A seqüência de Figuras de V.8 a V.19, represen

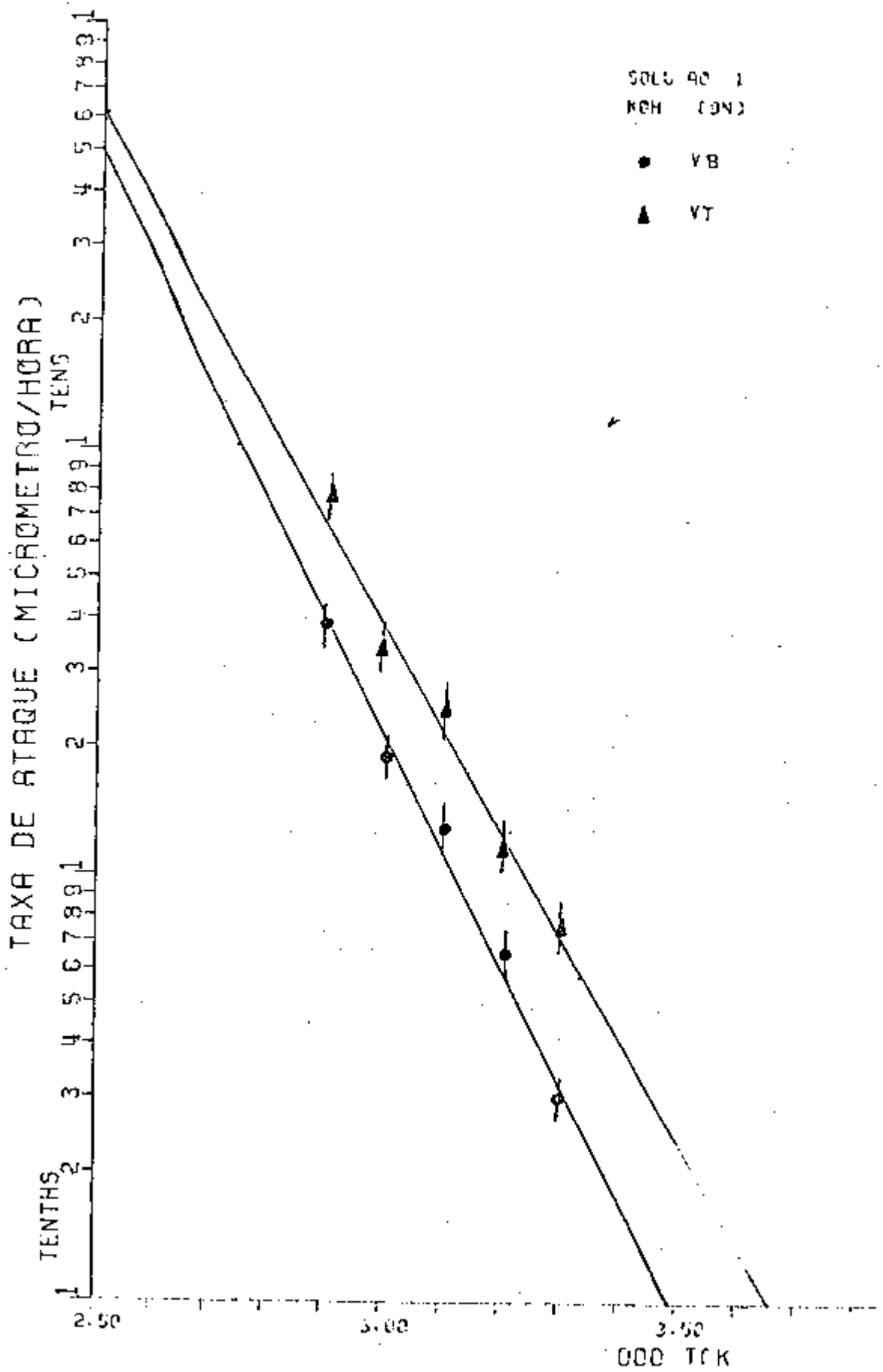


FIG. V.8 - VARIACÃO DAS TAXAS DE ATAQUE EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA A 0,1 C.A.O.

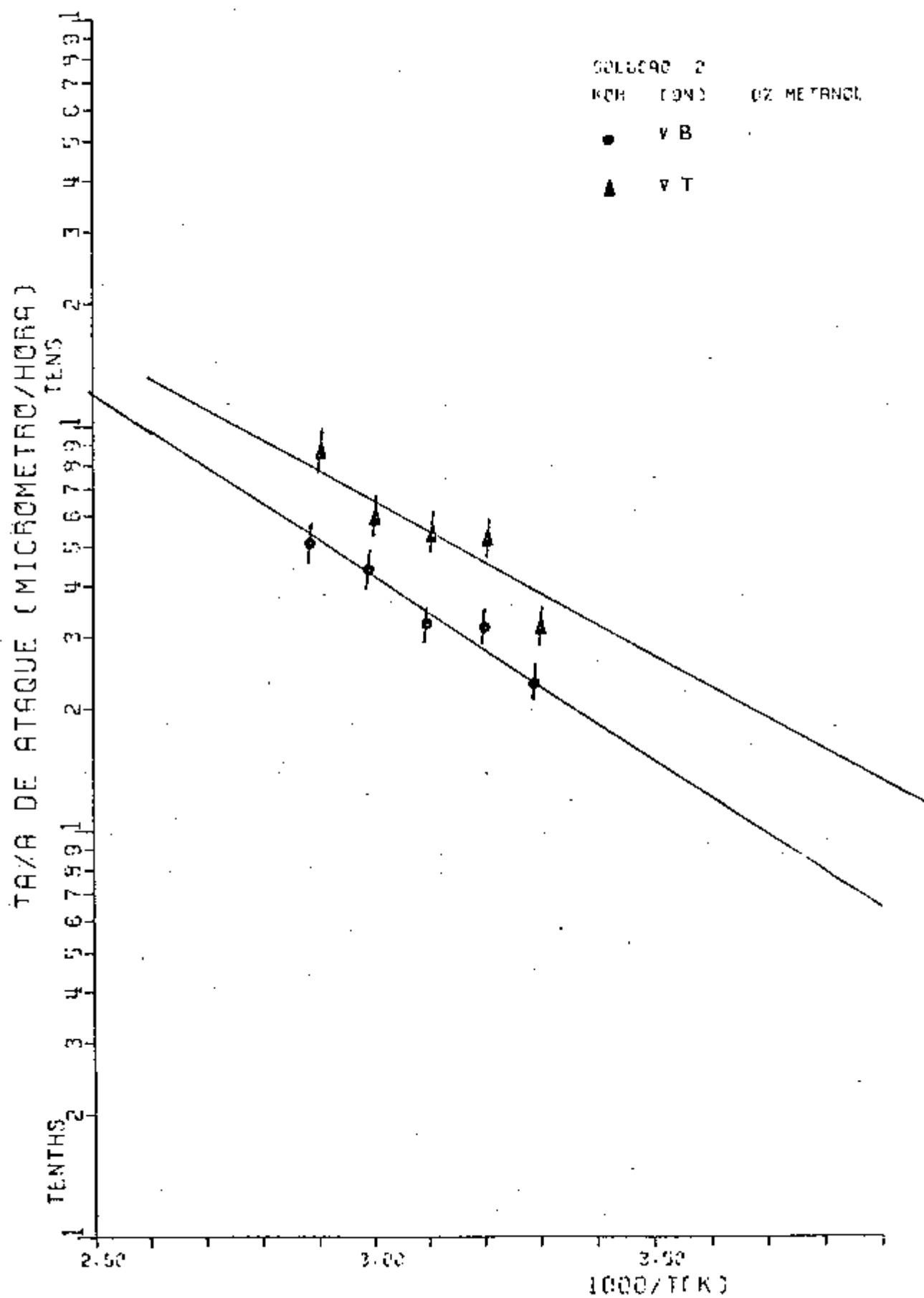


FIG V.9 - VARIAÇÃO DAS TAXAS DE ATAQUE EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA DA PELOCAO

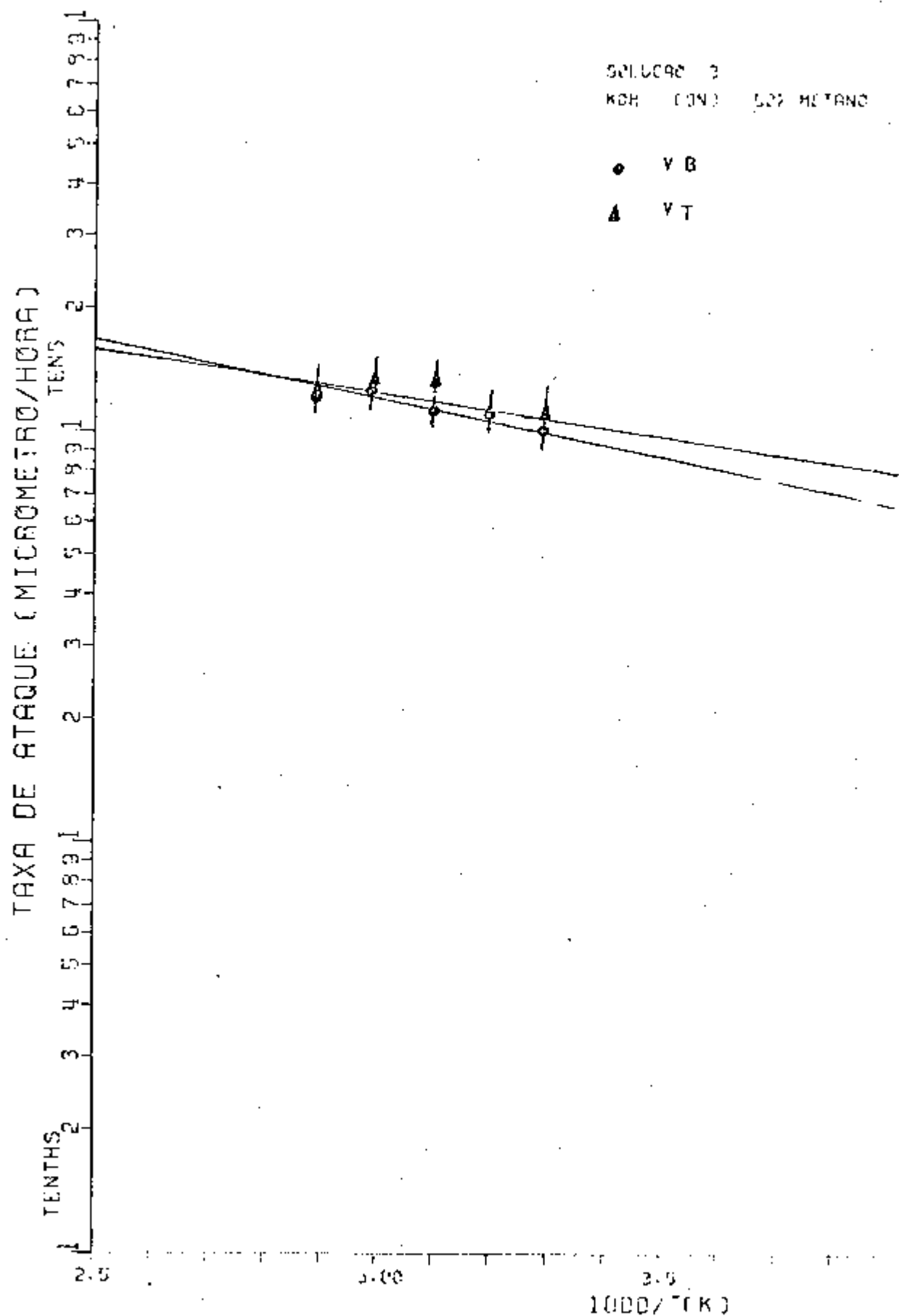


FIG. V.10 - VARIACÃO DAS TAXAS DE ATAQUE EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA A SOLDAR

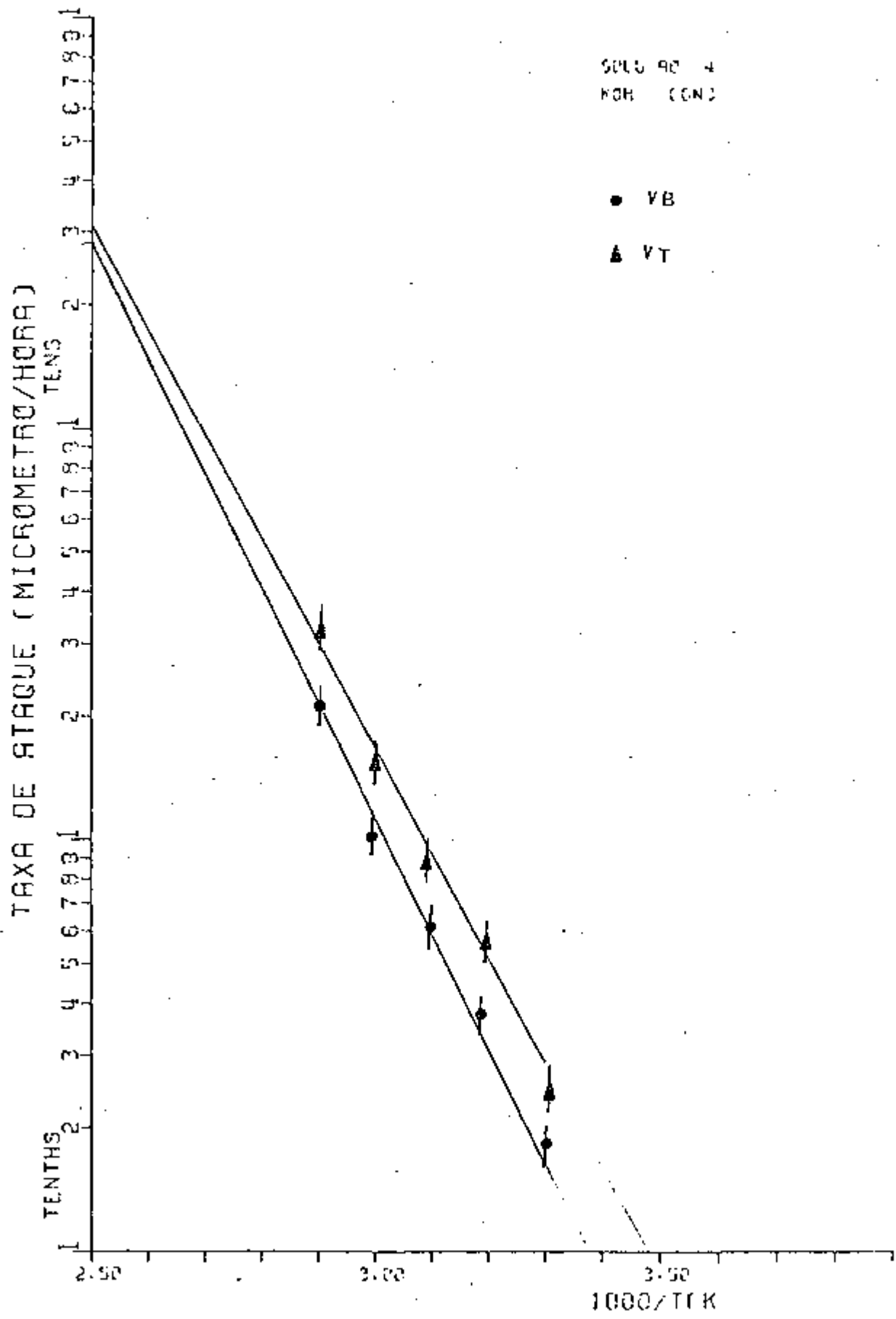


FIG. V.11 - VARIAÇÃO DAS TAXAS DE ATAQUE EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA DA CUL. AC

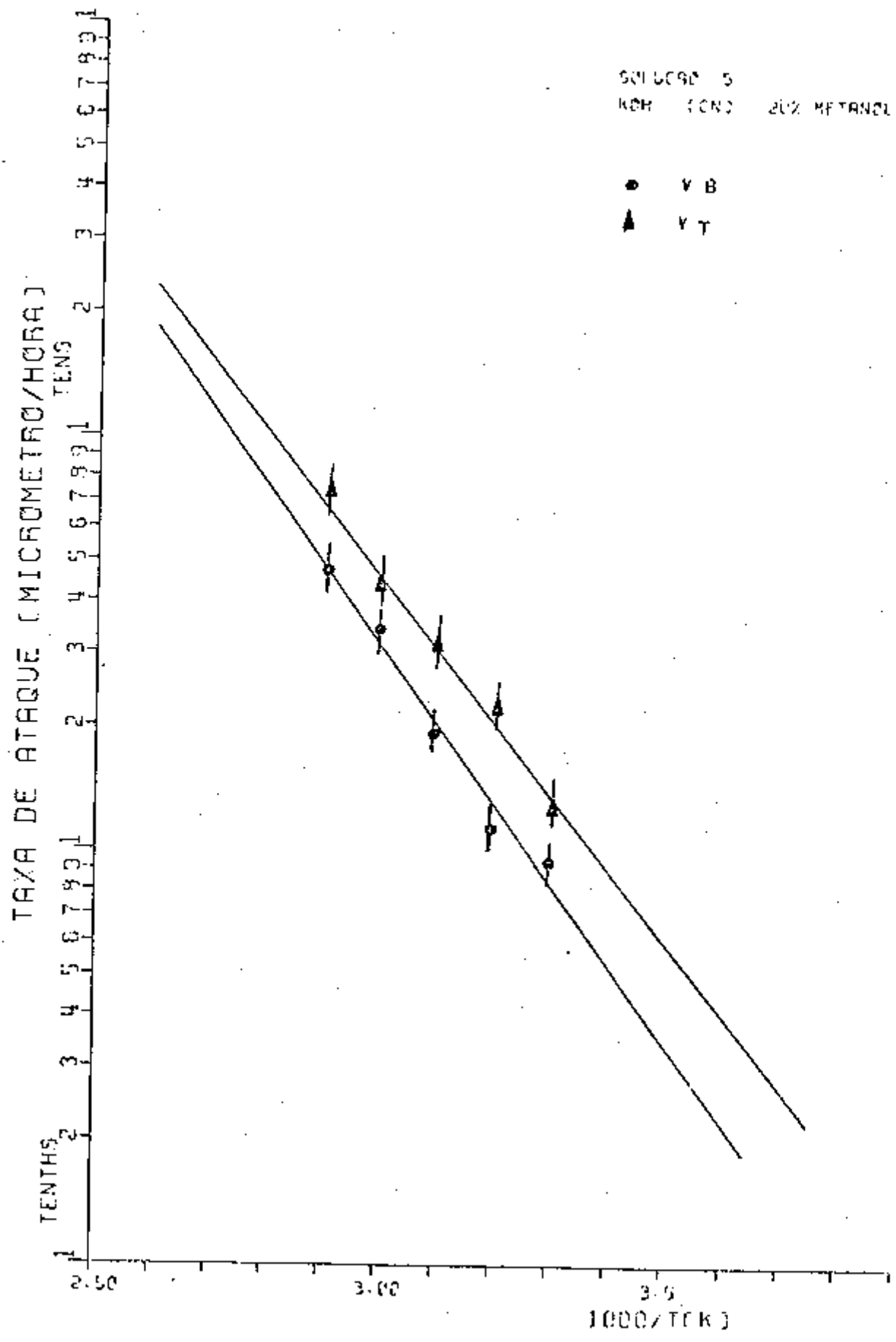
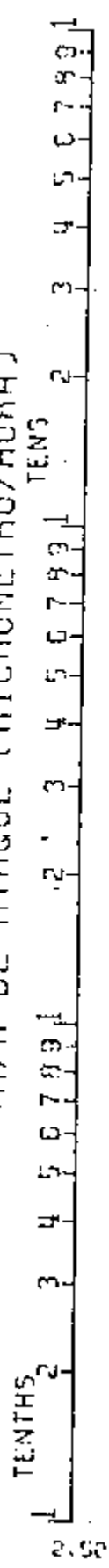


FIG. V.12 - VARIAÇÃO DAS TAXAS DE ATAQUE M.F. MEDO DA TEMPERATURA DO SOL. DO COMBUSTÍVEL NUCLEAR (20% METANOL)

TAXA DE ATAQUE (MICROMETRO/HORA)



SOLDER
FOR (CEN) (2) METAL

● VB
▲ VT

FIG. V.13 - VARIACAO DAS TAXAS DE STAGUE EM FUNCAO DA TEMPERATURA DO SOLDER

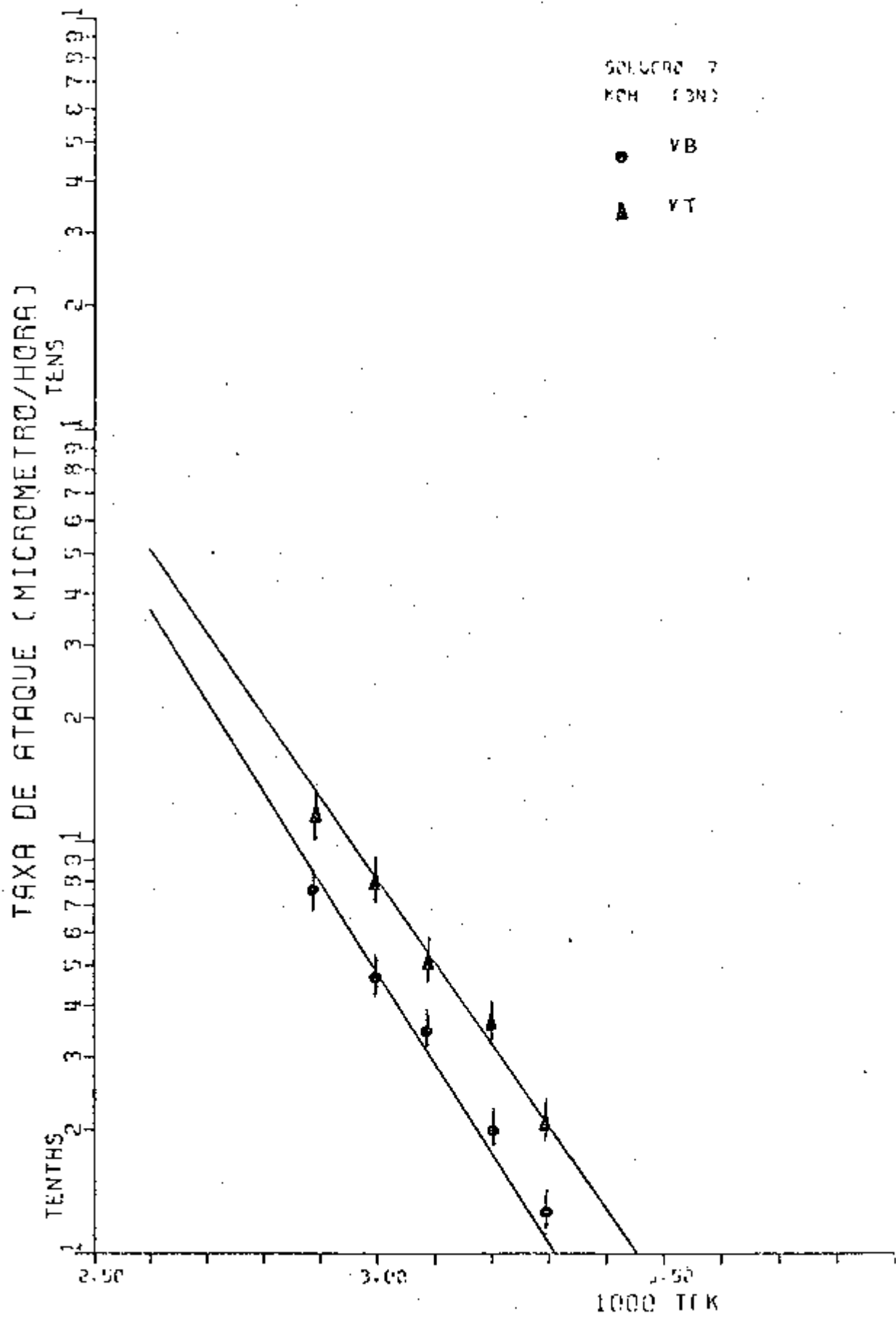


FIG. V.14 - VARIAÇÃO DAS TAXAS DE ATAQUE EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA DA SOLUÇÃO

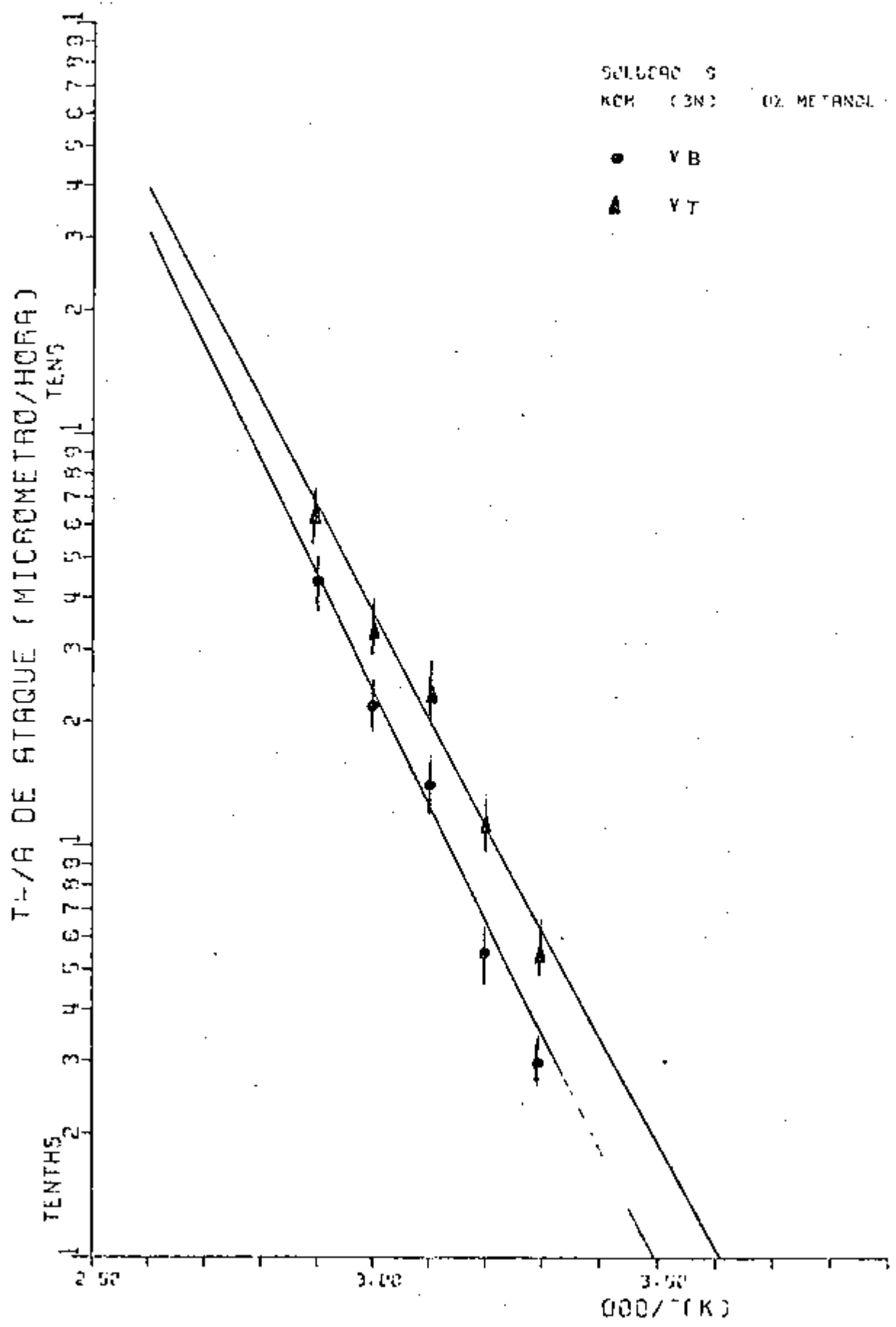


FIG. V.15 VARIAÇÃO DAS TAXAS DE ATAQUE EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA DA SOLUÇÃO

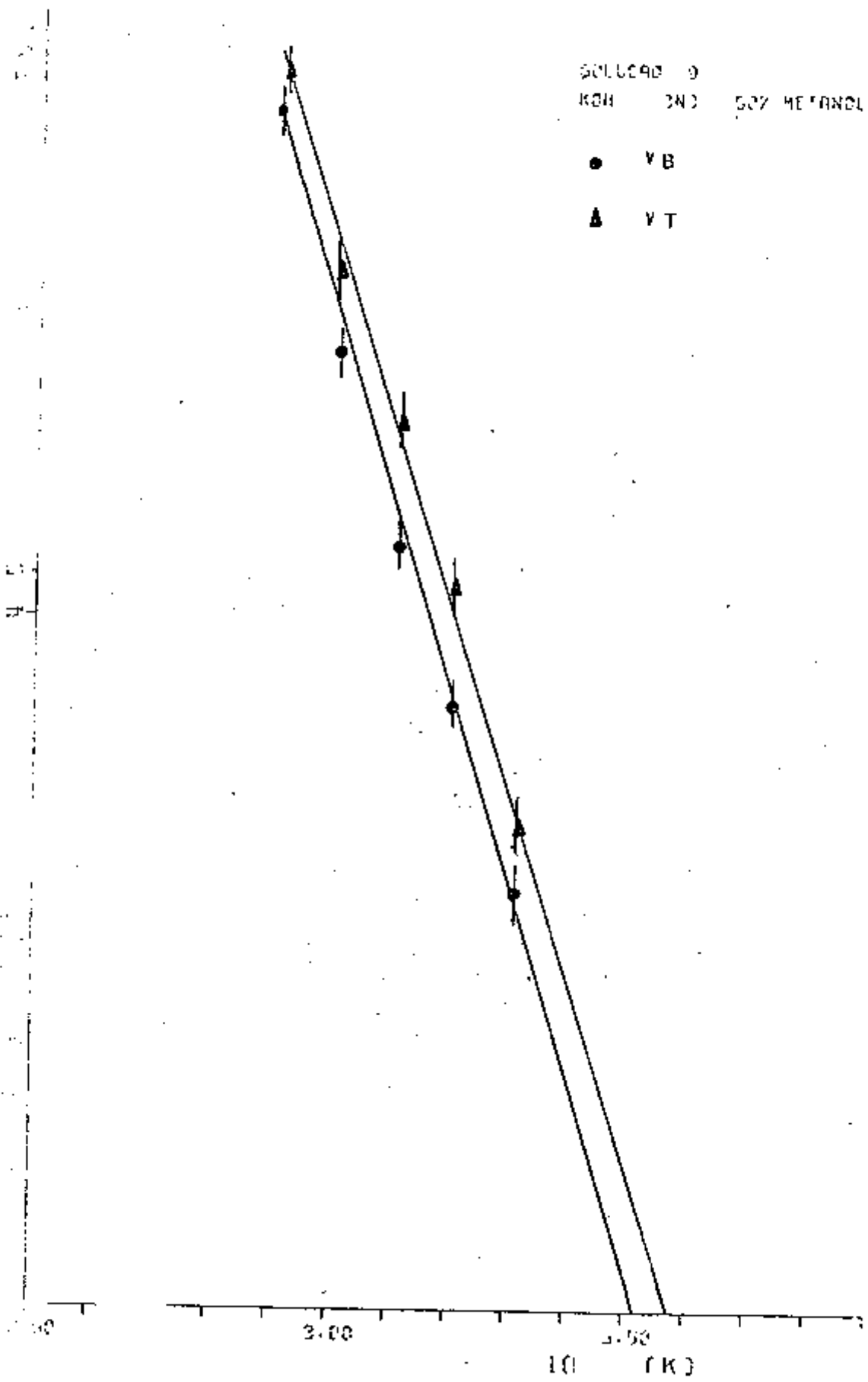
MIC

H F

SOLUÇÃO 9
KOH 3N 50% METANOL

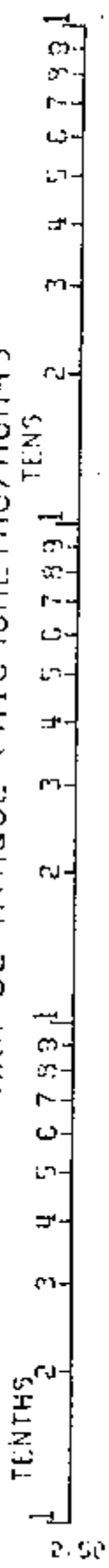
● VB

▲ VT



AS TAXAS E GRAFOS EM FUNÇÃO DA TEMP. RES. DA SOLUÇÃO

TAXA DE ATAQUE (MICRÓMETRO/HORA)



SOLUÇÃO 10
 KM (193) 502 ML (193)
 ● VB
 ▲ VT

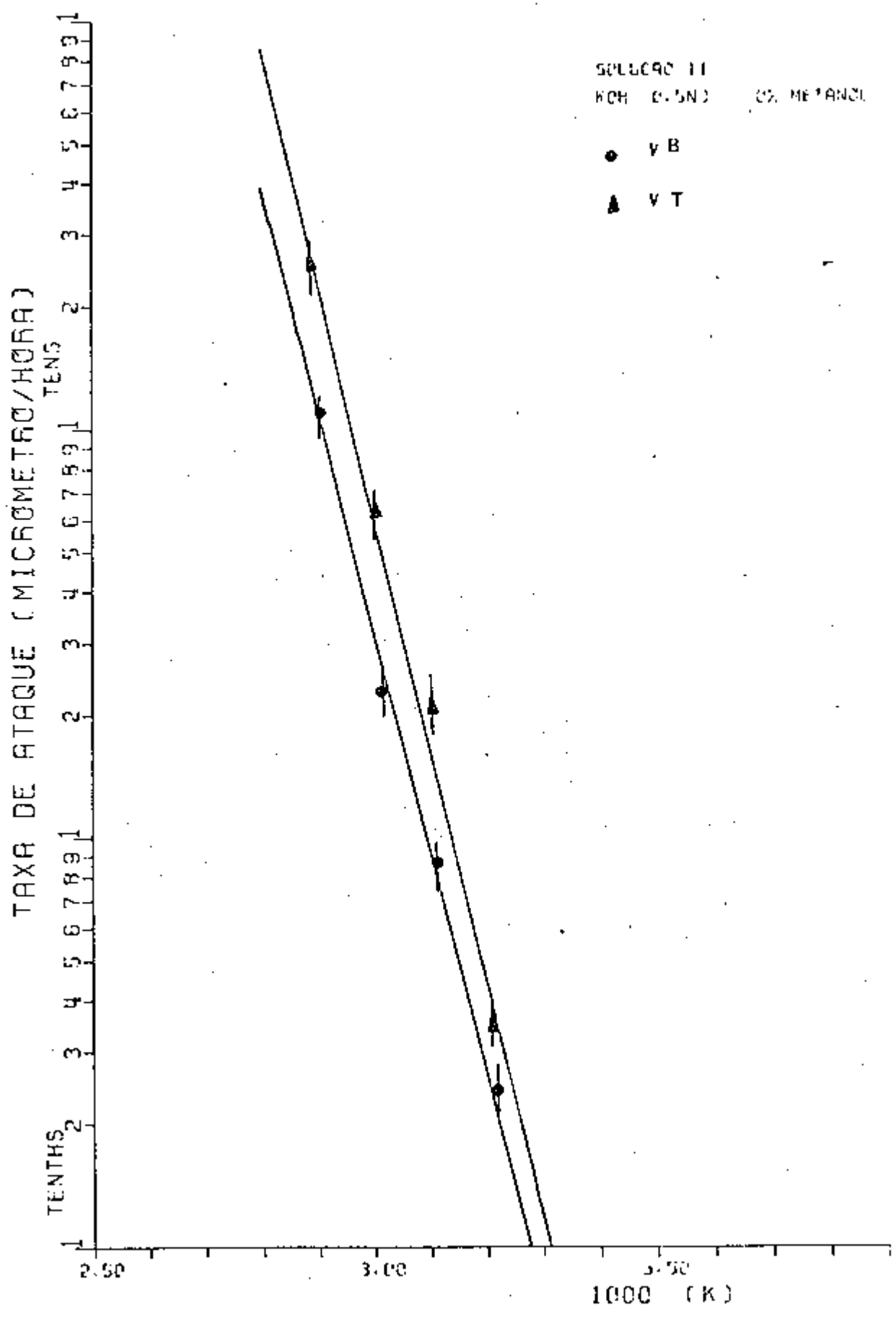


FIG. 18 - VARIAÇÃO DAS TAXAS E ATAQUE EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA DA SOLUÇÃO

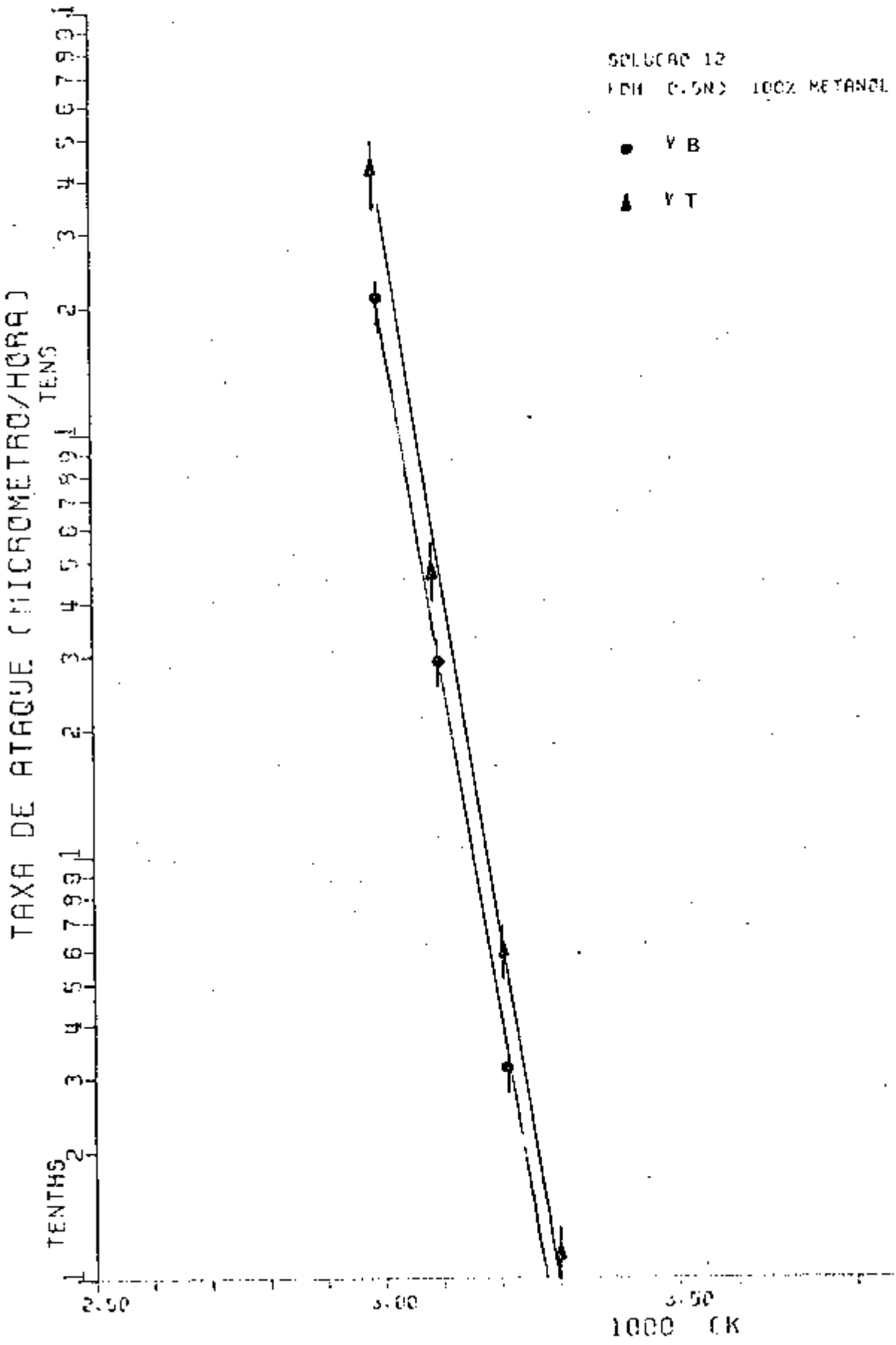


FIG. V 19 - VARIACAO DAS TAXAS DE ATAQUE EM FUNCAO DA TEMPERATURA DA SOLU. 92

tam o comportamento das taxas de ataque para as soluções utilizadas. As curvas foram ajustadas a partir dos dados experimentais utilizando-se mínimos quadrados.

As soluções com alto teor de Metanol apresentam uma eficiência de registro de traços inferior, pois a razão V_T/V_B nesses casos decresce ao longo do traço, esse efeito é muito mais acentuado para temperaturas altas. Também para tempo de ataques relativamente longos (temperaturas altas) ocorre alteração na estrutura do polímero, apresentando nas amostras defeitos com aspecto de bolhas de ar como pode ser visto nas Figuras V.20 e V.21. Esses defeitos prejudicam a visualização de traços.

Dentre as soluções estudadas, a que apresenta melhor atuação na revelação de traços, tanto para partículas leves (menos ionizantes) como para partículas pesadas (mais ionizantes) é a solução 5 (6 N com 20% de Metanol) sendo então adotada como solução ideal.

V.2 - TÉCNICAS DE AMPLIAÇÃO DE TRACO UTILIZANDO ÓLEO DE SÂNDALO E COLORAÇÃO DOS TRACOS

As Figuras V.22 e V.23 demonstram a eficiência da técnica de óleo de sândalo. As amostras foram submetidas a um pré-ataque de três horas e deixadas secar por dois dias antes do início do processo. É marcante, o crescimento rápido dos traços à medida que os ciclos são repetidos, enquanto que o diâmetro dos traços aumenta dezenas de microns, a espessura removida

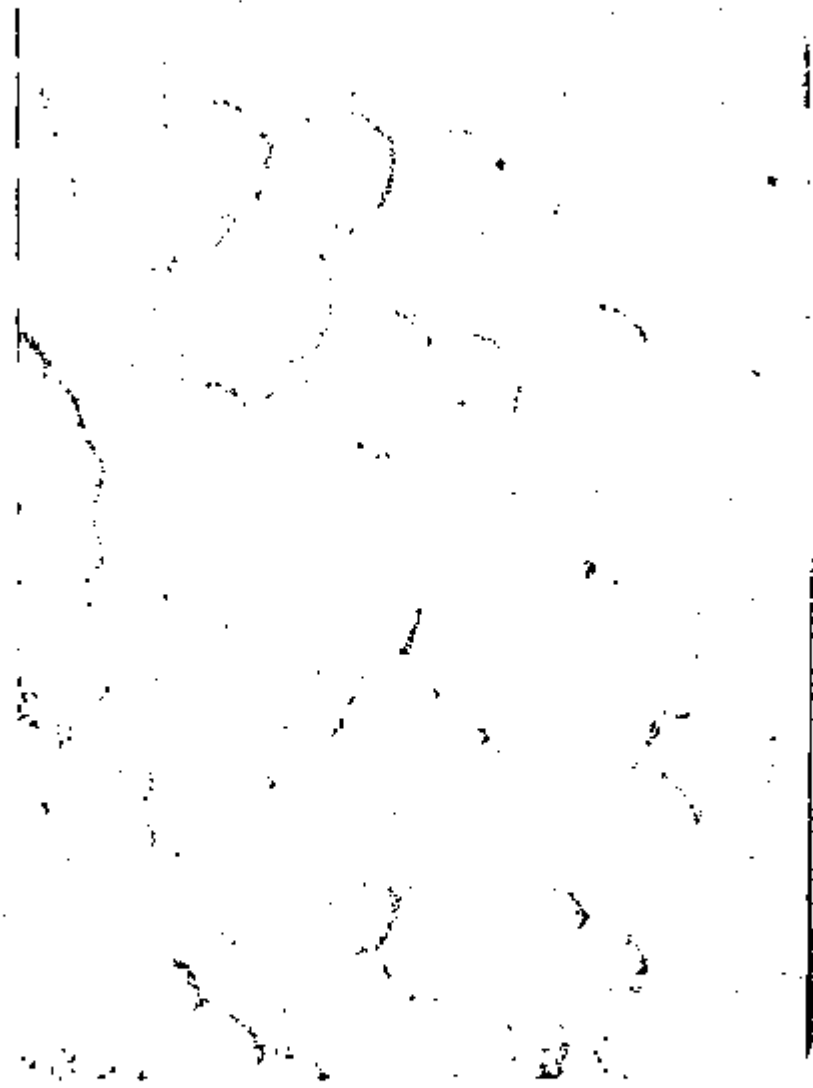


Figura V.20 - Amostra de CR-39 submetida a ataque químico prolongado (40 horas) em solução de hidróxido de potássio (6 N) com 20% de álcool metílico.

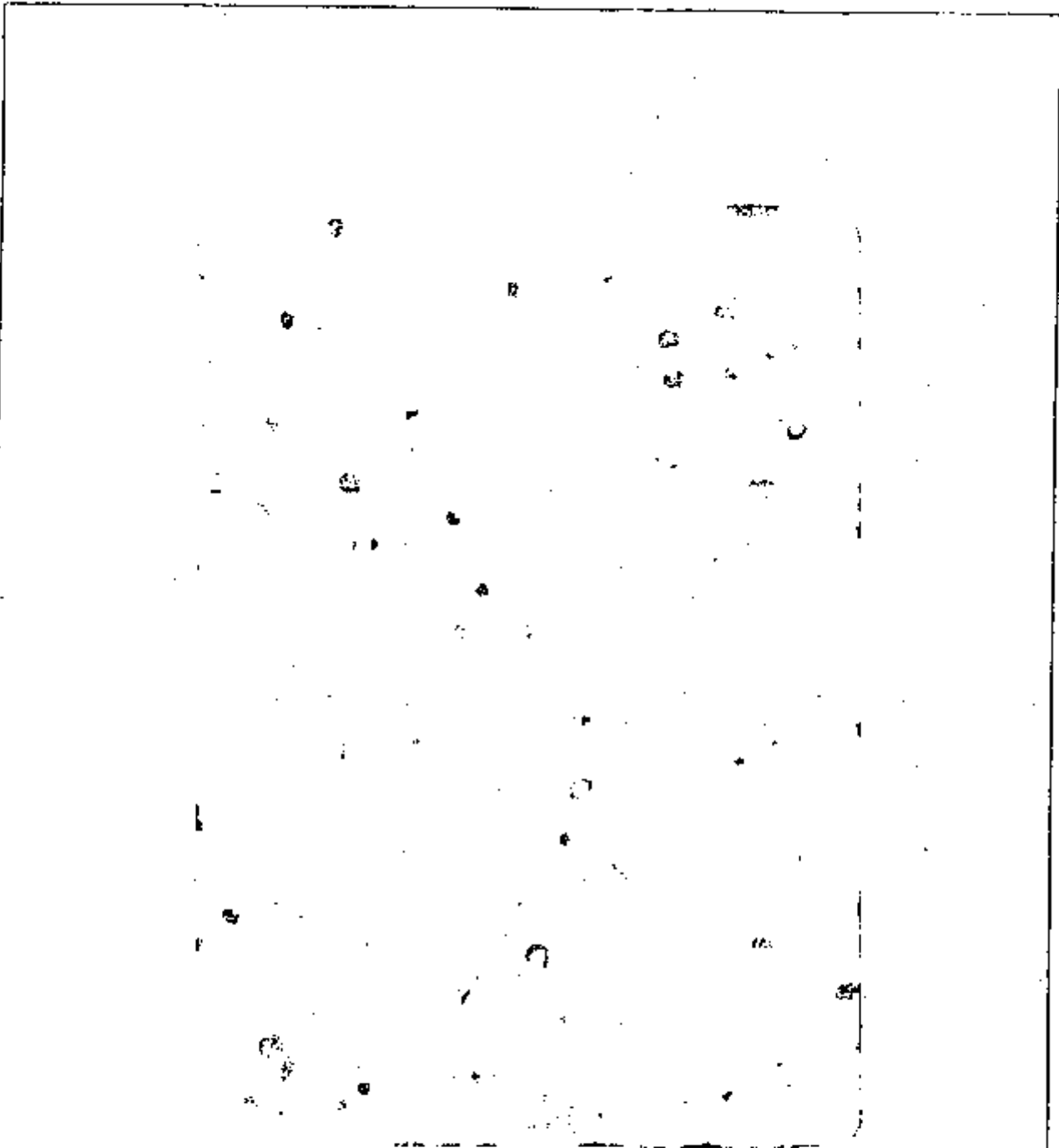


Figura V.21 - Amostra de CR-39 submetida a ataque prolongado (45 horas) em solução de hidróxido de potássio (6 N) com 50% de álcool metílico.

é relativamente pequena.

Dados de amostras de controle, isto é, amostras submetidas as mesmas condições de ataque sem contudo serem tratadas com óleo de sândalo (Figura V.23) comprovam a eficácia da técnica. Para se obterem diâmetros comparáveis aos quando se emprega óleo de sândalo seriam necessários ataques químicos prolongados, o que acarreta freqüentemente alteração na estrutura do polímero.

Simultaneamente, submeteu-se amostras do plástico não irradiadas aos mesmos ataques, a fim de verificar a possibilidade de eventuais danos da superfície (radiação de fundo) pudessem ser confundidos com traços. Contudo, mesmo após o número da ciclo realizados, os traços mantêm suas características geométricas, enquanto que os danos apresentam formatos aleatórios.

Quanto aos processos de coloração, os resultados são bem satisfatórios conforme seqüência de fotos da Figura V.24. Há um aumento do contraste traço-superfície do detector facilitando a identificação dos mesmos. Entre os processos utilizados, o sistema amônia - azul de metileno foi o menos eficaz, apresentando ainda o inconveniente da necessidade de ser efetuado em capela fechada devido aos vapores de amônia.

Estas duas técnicas associadas (óleo de sândalo e coloração) contribuem para melhor otimização no processo de contagem dos traços.

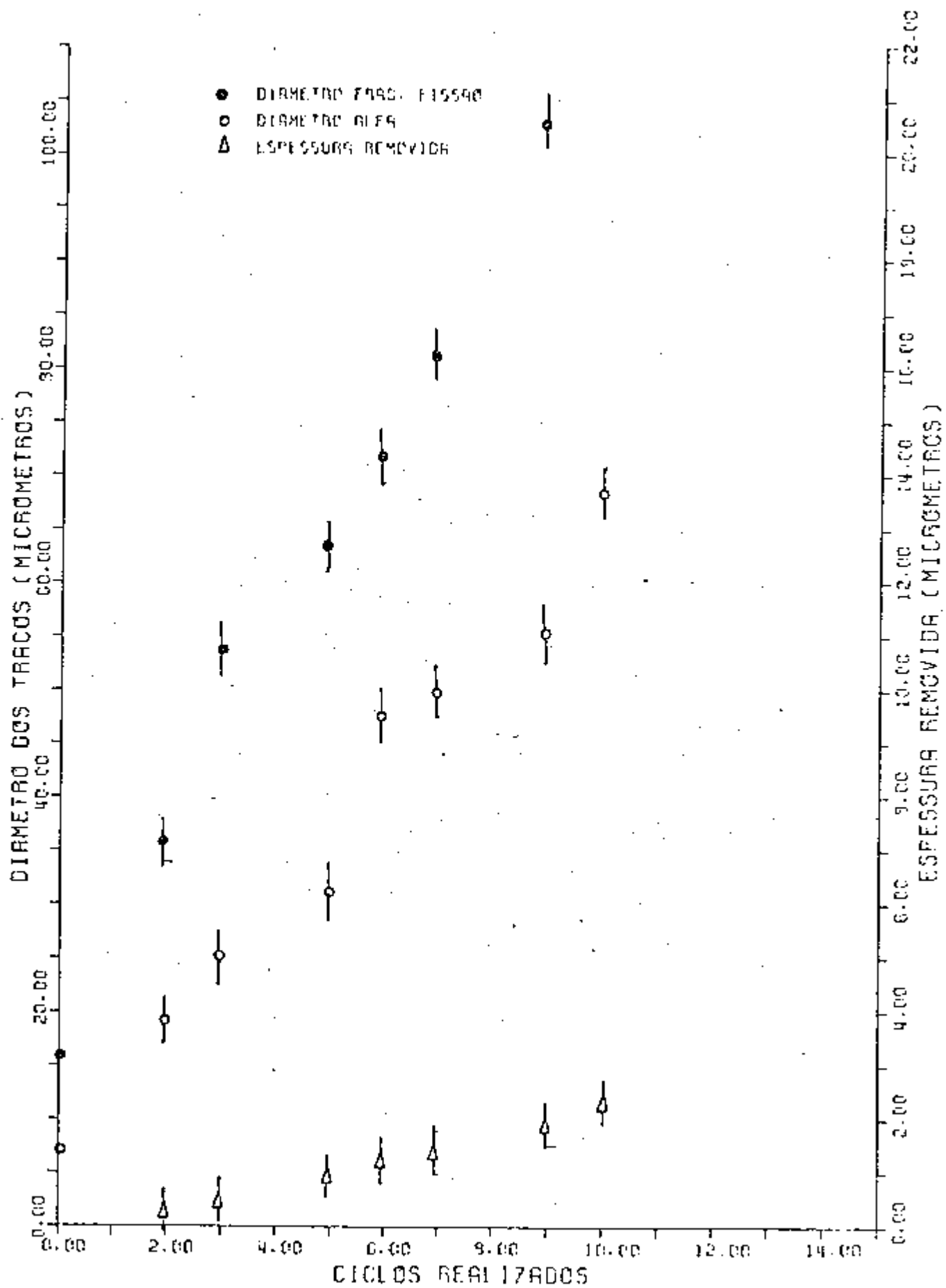


FIG. V2 2- TÉCNICA DO ÓLEO DE SANDALIC
COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR/SP - IPEN

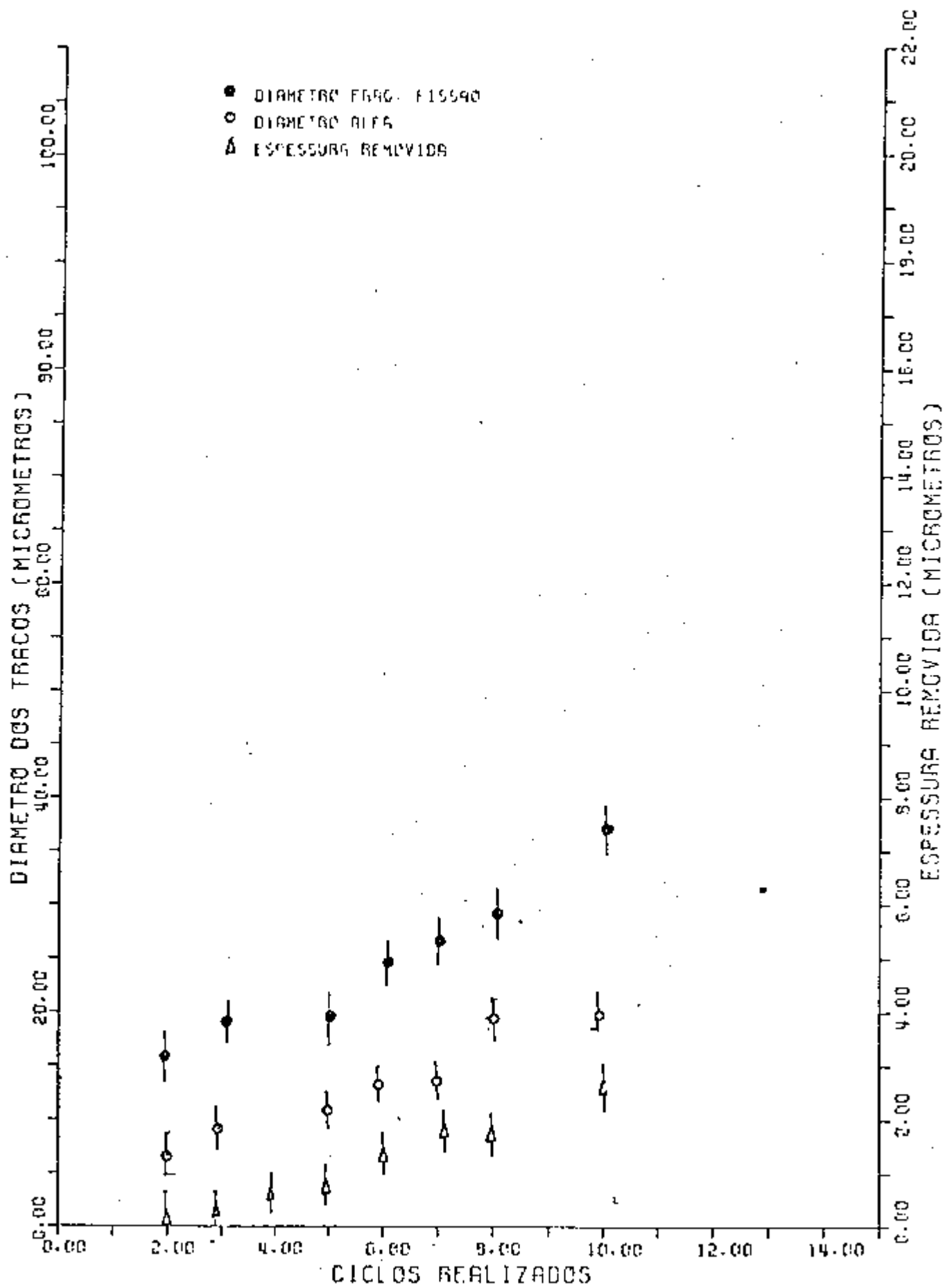


FIG. V 23 - AMOSTRA NRO SUBMETIDA AO CLEO DE SANDALO

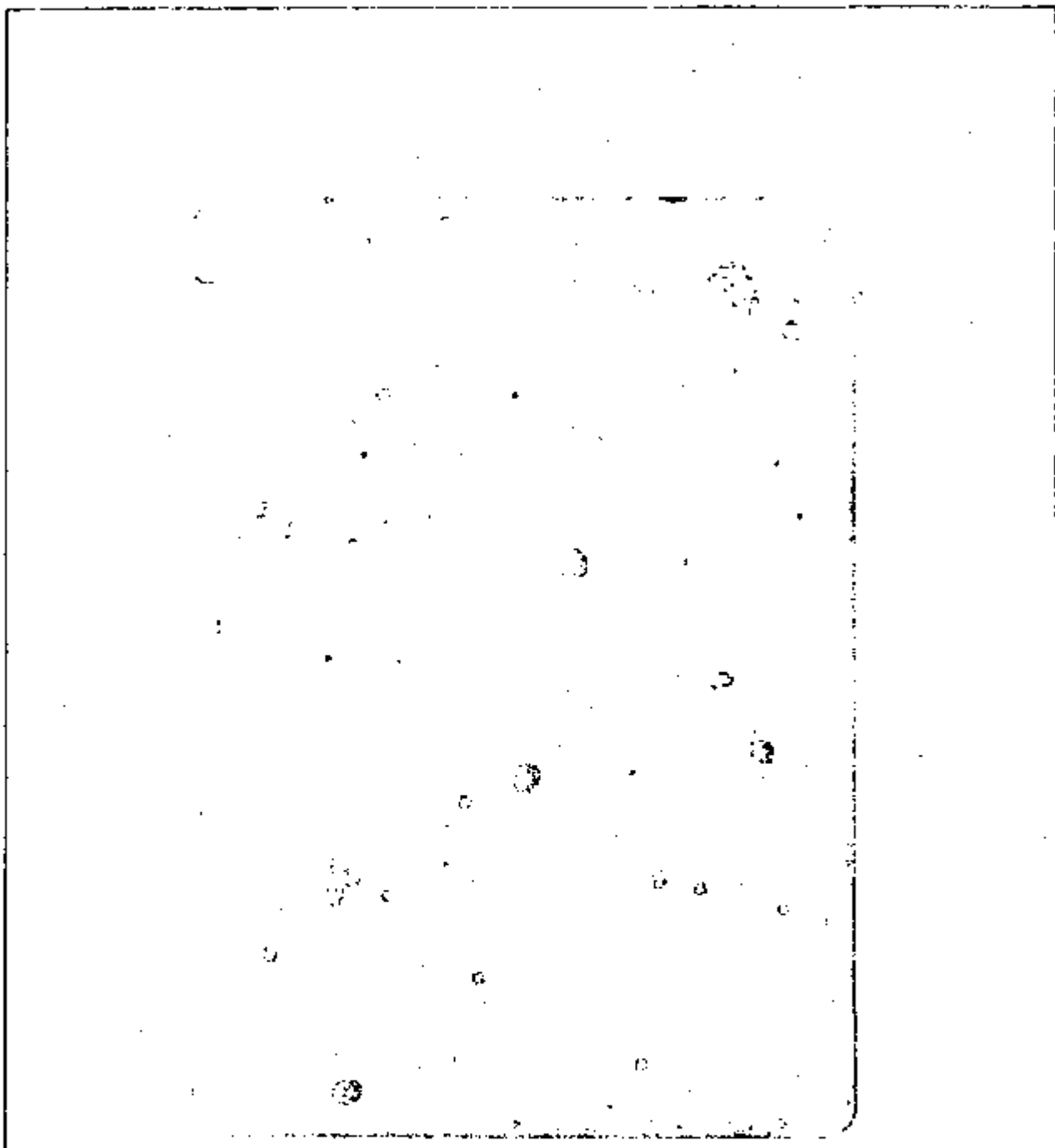


Figura V.24a - Amostra de CR-39 irradiada com nêutrons e submetida a tratamento químico em químico em solução de KOH (6 N) com 20% de CH_3OH durante 15 horas.

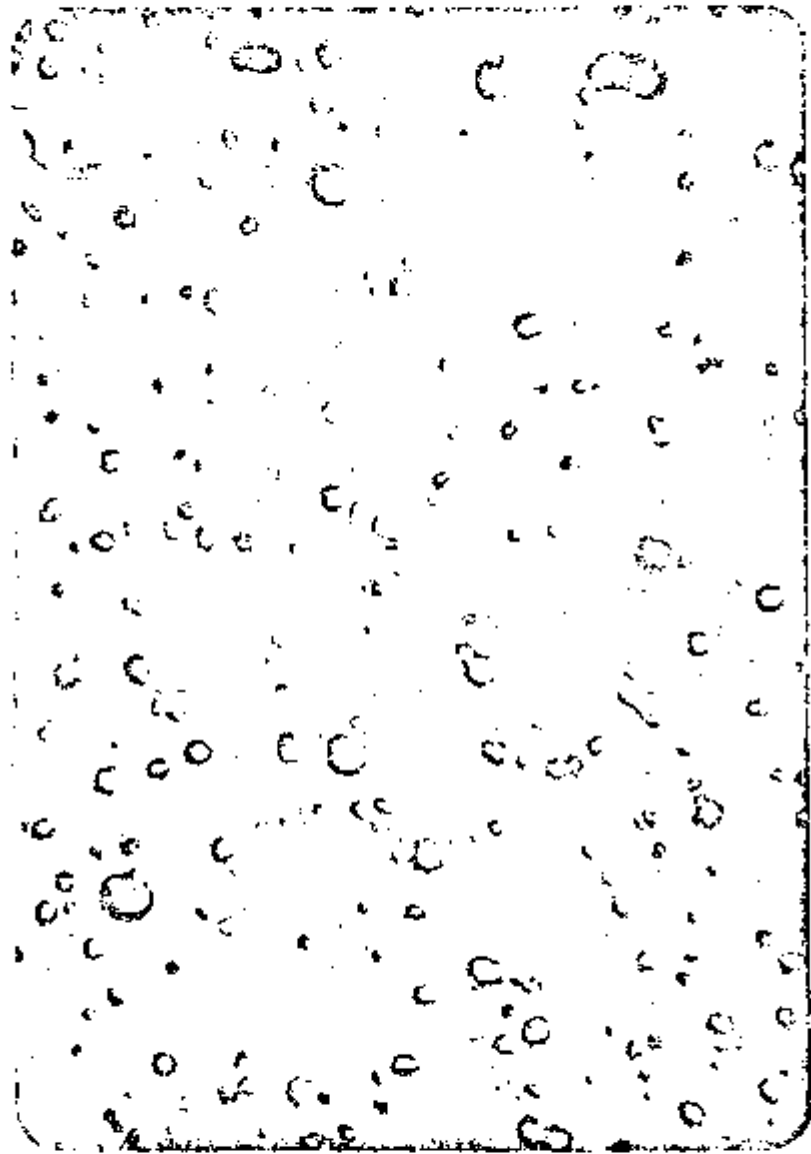


Figura V.24b - Amostra de CR-39 submetida a técnica de óleo de sândalo após o pré-ataque inicial em solução de KOH (6 N) com 20% de CH_3OH durante 15 horas.

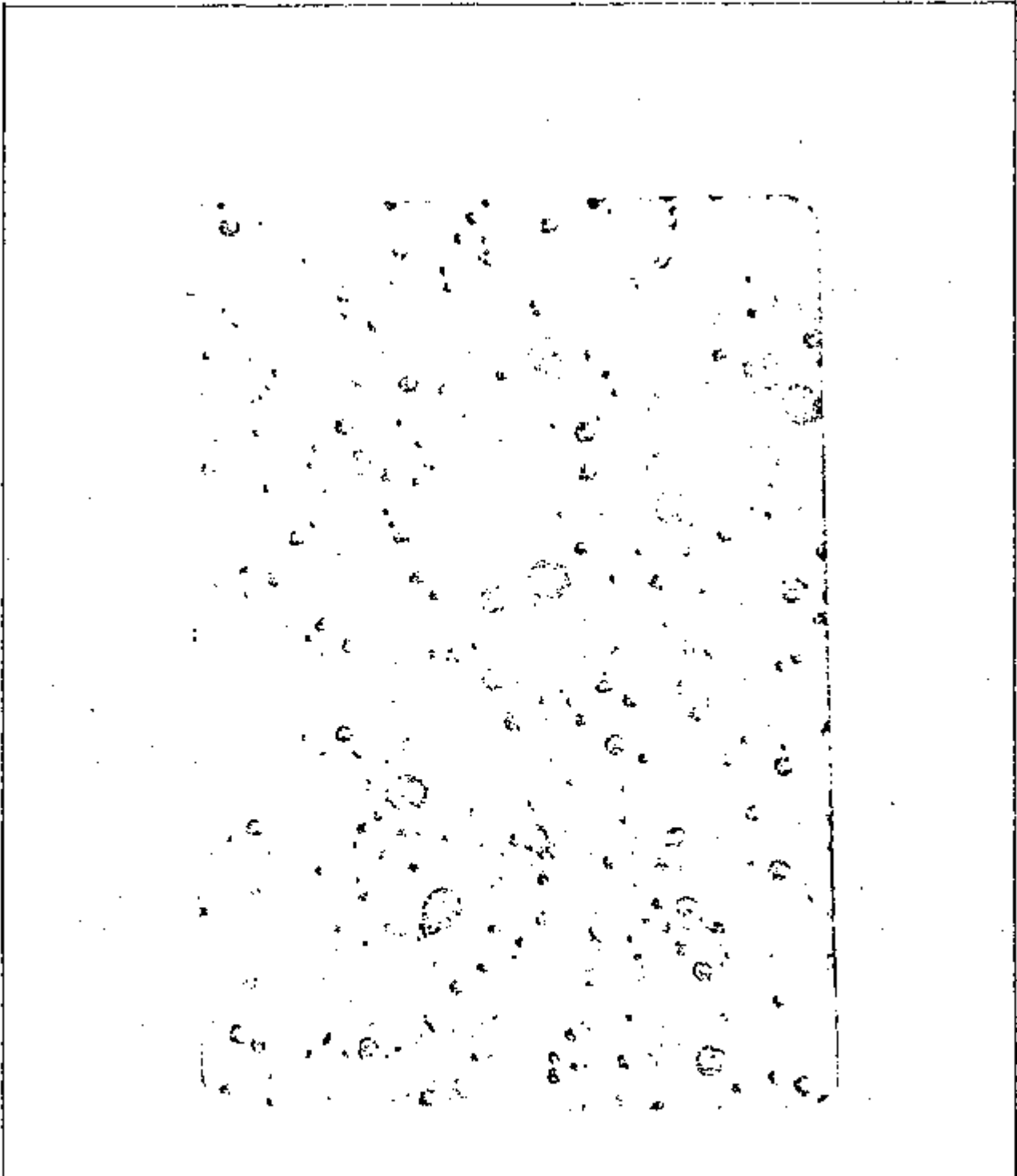


Figura V.24c - Amostra de CR-39 submetida a t cnica de  leo de s ndalo e colora o com tinta quache azul, ap s pr -ataque inicial em solu o de KOH (6 N) com 20% de CH₃OH durante 15 horas.

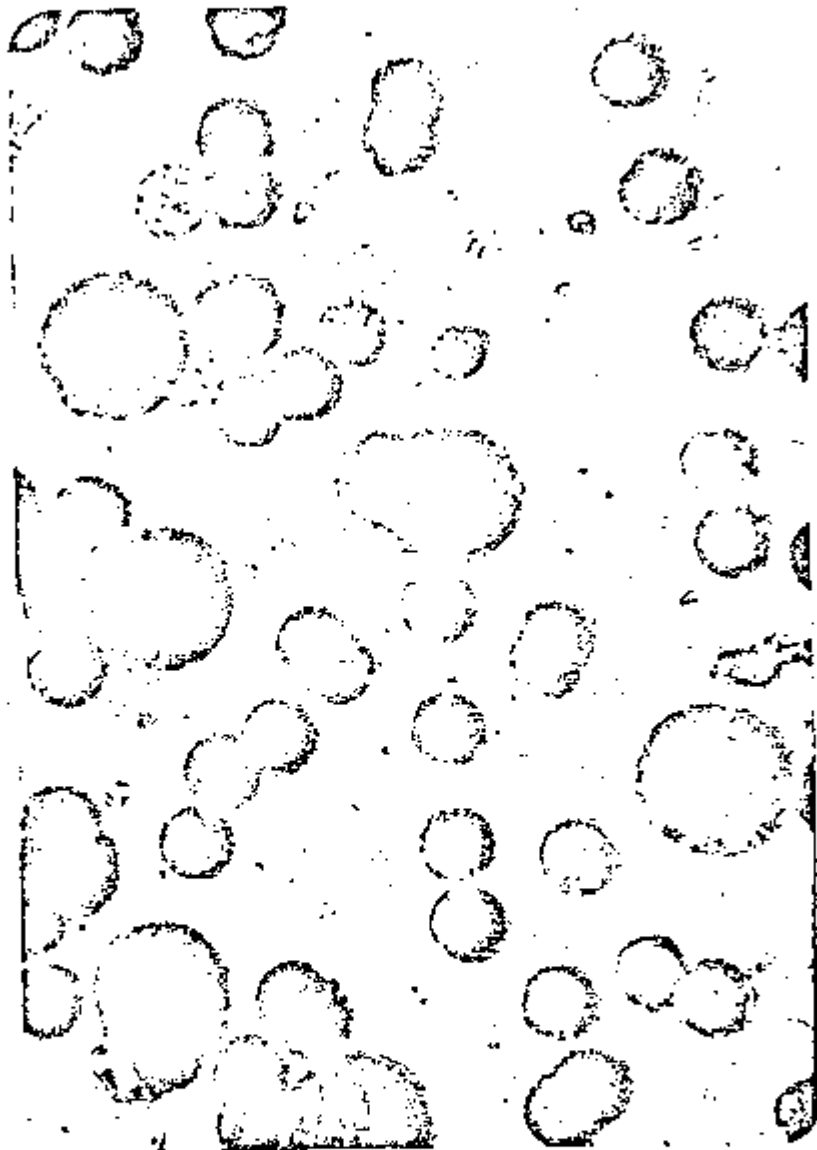


Figura V.24d - Amostra de CR-39 submetida a técnica de coloração com penetrante DP-40 observada em microscópio ótico com aumento de 125 X.



Figura V.24e - Amostra de CR-39 submetida a t cnica de colora o com penetrante DP-40 observada em microsc pio  tico com aumento de 500 X.

V.3 - MEDIDA DE FLUXO DE NÊUTRONS UTILIZANDO DETECTORES CR-39

Tem sido crescente o emprego de detectores plásticos para medida de nêutrons devido à simplicidade e baixo custo da técnica e a baixa sensibilidade a radiações tais como β e γ . Dois tipos de sistemas utilizando-se detectores CR-39 foram empregados.

- . Amostras de CR-39 com folhas conversoras de Makrofol E de 1 mm de espessura (detector com conversor);
- . Amostras de CR-39 sem qualquer espécie de anteparo (detectores intrínsecos).

Em ambas situações, para cada amostra irradiada, foi separada uma amostra para controle tratada com o mesmo agente e sob as mesmas condições de ataque. Um considerável número de traços devido a radiação de fundo foi detectado. Assim na estimativa do número real de traços devido a interações com nêutrons é necessário subtrair a contagem de fundo do número total obtido em cada amostra irradiada. Não foi considerada na contagem da radiação de fundo traços provocados por recuos de partículas carregadas provenientes de interseções de nêutrons com núcleos de Al da base suporte e do envoltório externo.

Como já foi mencionado, em materiais plástico irradiados com nêutrons, danos ocorrem não somente na superfície,

mas em todo interior do detector. A medida que a solução atacante remove a superfície do material, tanto são atingidas danos mais internos como são ampliados traços muito pequenos que eventualmente não seriam perceptíveis.

A relação entre a densidade de traços revelados e o tempo de ataque para as amostras irradiadas com a fonte calibrada é mostrada nas Figuras V.25 e V.26 respectivamente para as amostras com e sem irradiador externo. Nota-se que o número de traços por unidade de área detectados aumenta a medida que o ataque químico se desenrola até atingir um patamar. Para ambas situações (com/sem irradiador) o tempo ideal de ataque químico foi fixado em 22 horas (ataque ininterrupto). Para ataques muito prolongados (38 horas) a identificação de traços é prejudicada pelo início de alterações na estrutura do plástico.

Submetido a fluxo de nêutrons rápidos provenientes da fonte calibrada de 1 Ci, o CR-39 demonstra ter uma resposta linear. Determinou-se assim uma reta de calibração para o detector (Figura V.27) utilizando-se a relação entre a densidade dos traços identificados na amostra e o fluxo de nêutrons calculado para cada situação. As retas foram ajustadas pelo método de mínimos quadrados.

Hã duas fontes de erro na estimativa da fluência em cada detector:

- Incerteza de 5% associada ao fluxo de nêutrons que atinge o detector devido a características

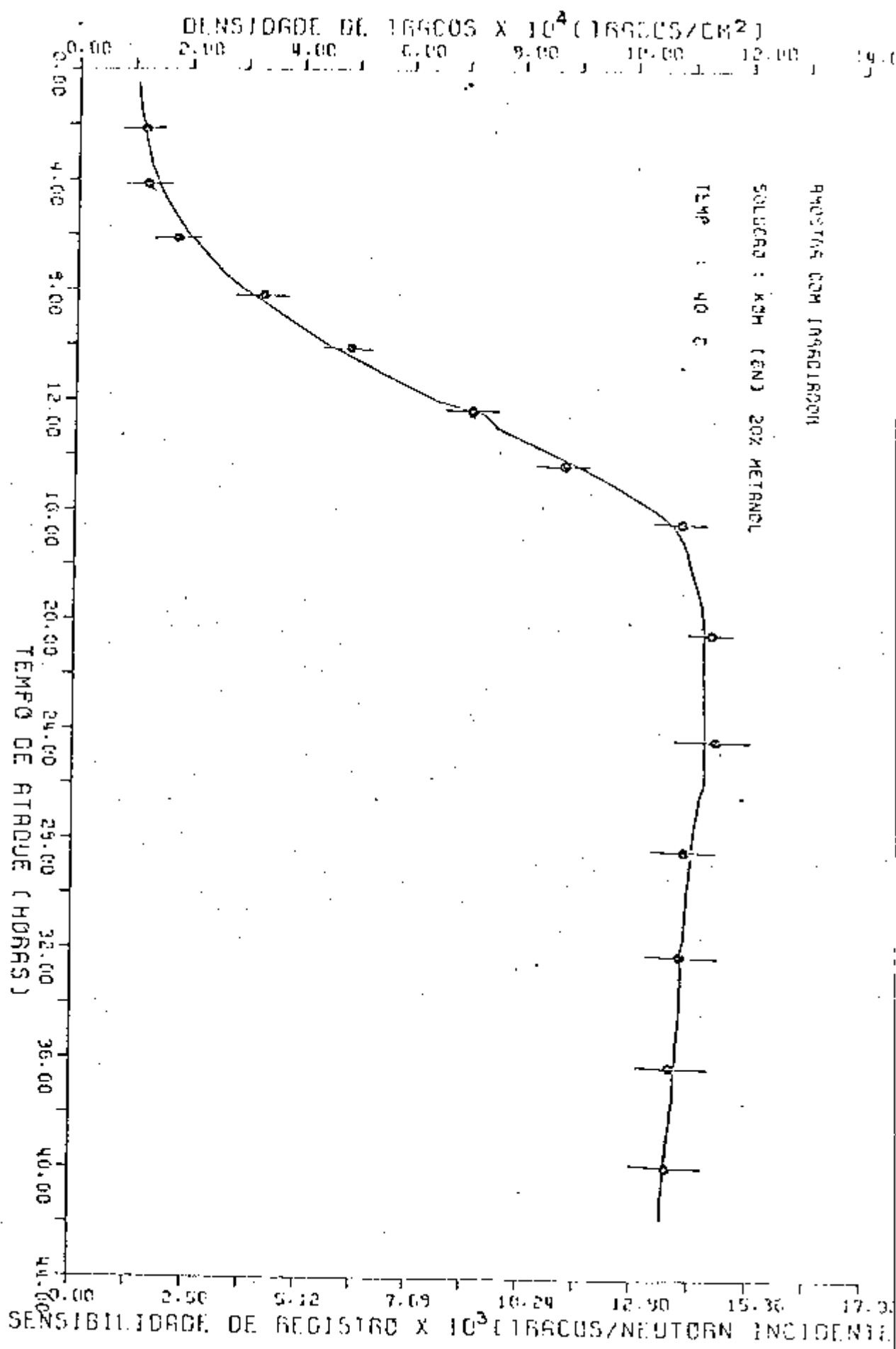
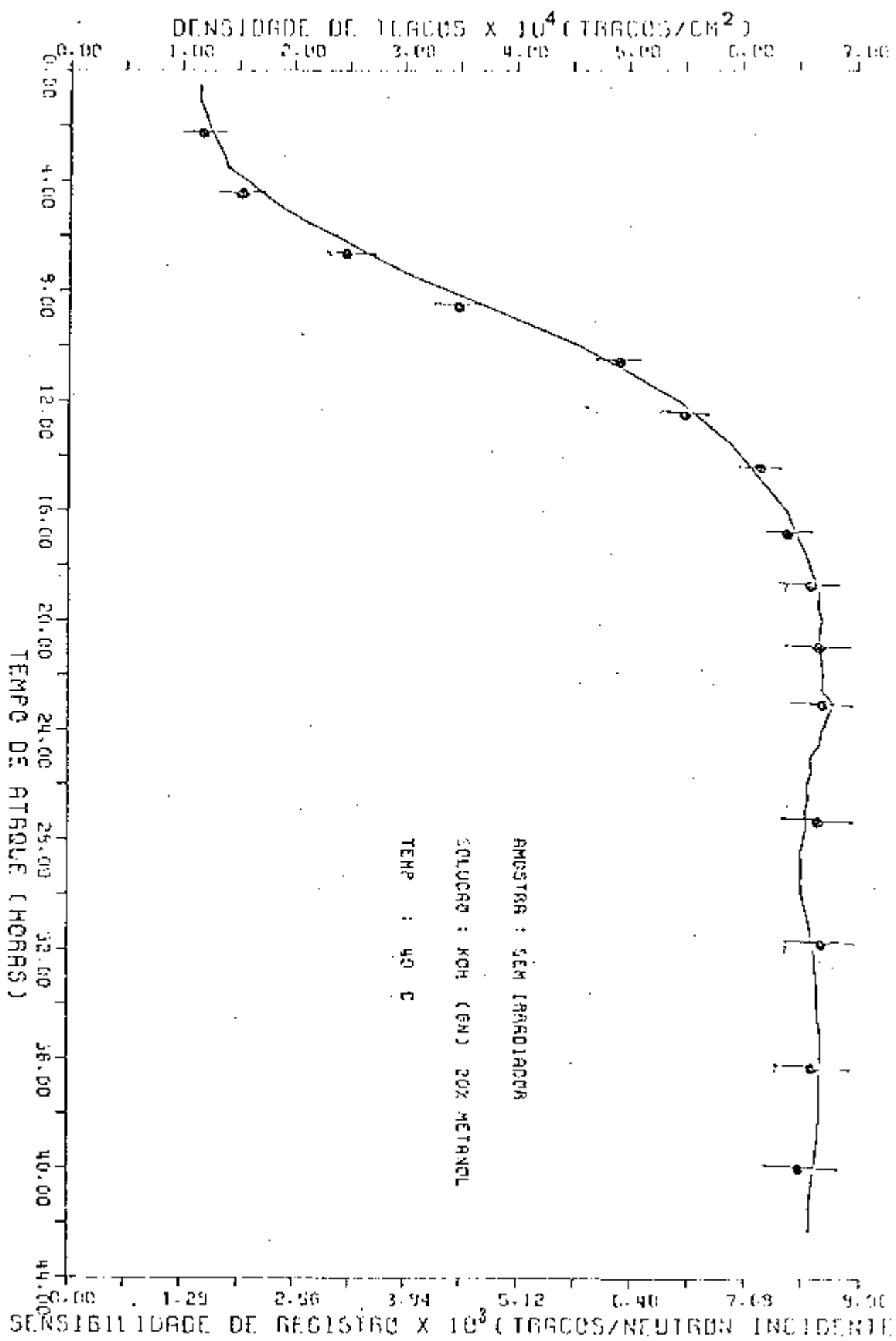


FIG. V 25 - DENSIDADE DE TRACOS EM FUNCAO DO TEMPO DE ATQUE

FIG. V 26 - DENSIDADE DE TRACOS EM FUNCAO DO TEMPO DE ATAQUE



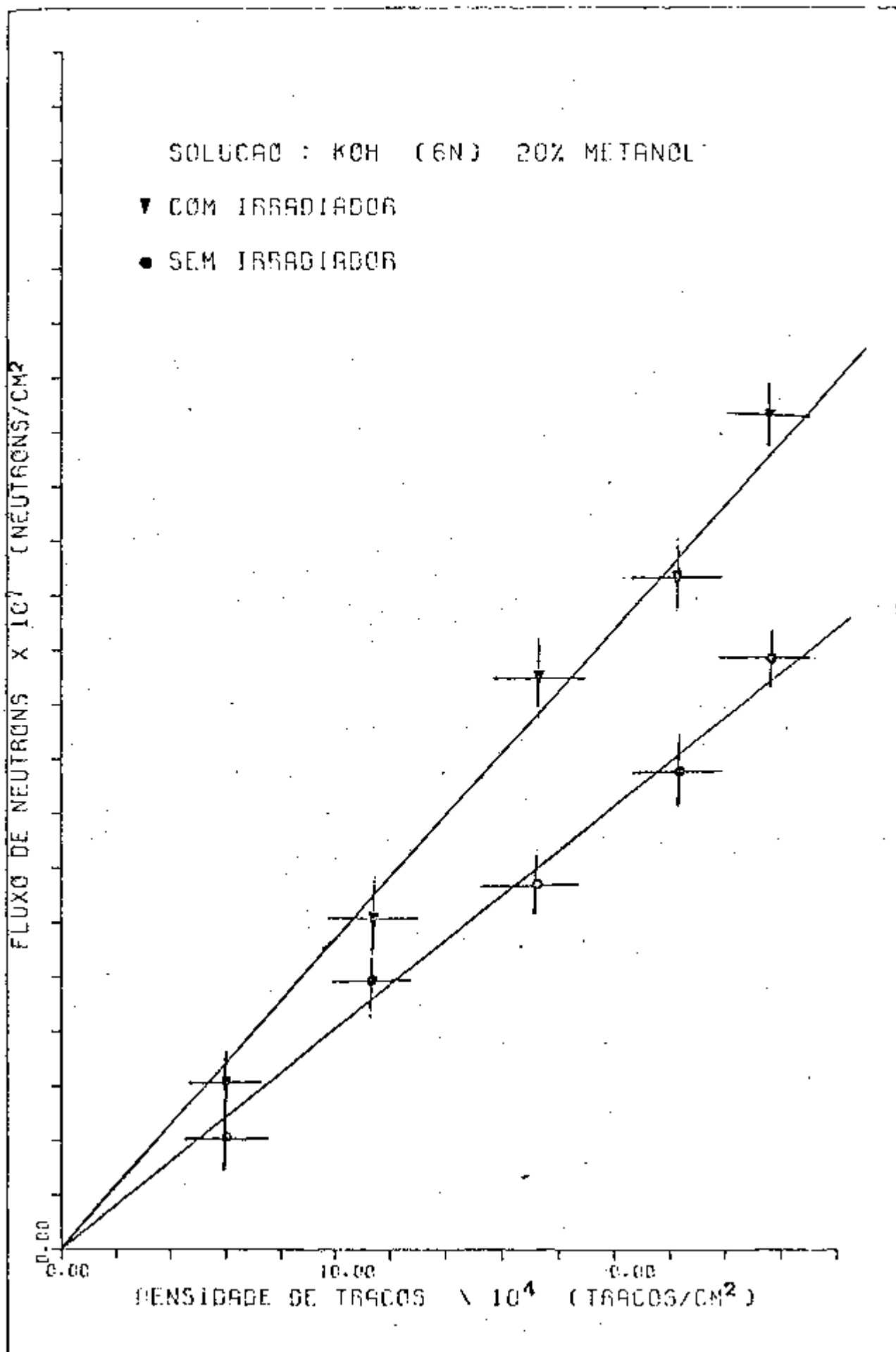


FIG. V27 - CURVAS DE CALIBRACAO

próprias da fonte.

- Reprodutibilidade de contagem: devido a estarem distribuídas de maneira aleatória e serem observados em diferentes estágios de desenvolvimento, os traços são de difícil identificação. Foram efetuados nove contagens diferentes para cada irradiação, utilizando-se de um microscópio ótico (aumento de 450 X). A cada valor obtido da médias das contagens está associado um erro da ordem de 10%:

CAPÍTULO VICONCLUSÃO

Apresentando excelente sensibilidade e resolução para o registro de partículas carregadas pouco ionizantes o CR-39 destaca-se como material detector de traços. Contudo, devido à alta sensibilidade o mesmo deve ser manipulado com cautela, pois possíveis danos provocados em sua superfície podem alterar notadamente a resposta do detector quando submetido ao ataque químico.

Também é marcante a influência das condições de ataque sobre a resposta do detector. Conforme resultados comentados no Capítulo V, foi observado que a sensibilidade de registro de traços no polímero CR-39 pode ser mudada consideravelmente pelo uso de soluções alcalinas atacantes contendo solventes orgânicos. Essa característica amplia o campo de aplicação dessa classe de detector. Há casos onde é necessário uma remoção considerável de material em pouco tempo de ataque químico. Então é indicado o uso de soluções "rápidas", ou seja, soluções que removam a superfície sem contudo produzir traços, tanto de eventuais partículas como de possíveis imperfeições da superfície original. Esse tipo de solução é indicada para casos em que se deseje eliminar radiação de fundo e na necessidade de um pré-ataque para posterior ataque eletroquímico. Utilizando-se misturas (atacante + solvente) apropriadas durante o ataque químico a eliminação e revelação de traços pode ser realizada de uma forma sistemática. Esse efeito de "filtro seletivo" de traços de partícu-

las garante uma aplicabilidade considerável para soluções alcoólicas.

A existência de traços em diferentes estágios de desenvolvimento em amostras submetidas a irradiação com nêutrons e posterior ataque químico dificulta a identificação dos mesmos. Foi contado todo traço localizado no campo de observação, mesmo que iniciasse ou terminasse no limite do campo.

Há limitações com relação ao tamanho mínimo do traço identificável. Para as condições de observação utilizadas no microscópio ótico (aumento de 450 X) esse valor mínimo é de 0.5 μm .

As técnicas de ampliação utilizando-se óleo de Sândalo e coloração de traços associadas são eficazes e contribuem para otimizar o processo de identificação, já que há um contraste bem mais acentuado dos traços. Torna-se possível a contagem de traços utilizando-se leitora de microfichas ou projetor de slides, simplificando a análise das amostras.

Sendo o primeiro trabalho realizado no Laboratório de Instrumentação Nuclear da COPPE utilizando o polímero CR-39 como detector de traços, havia a necessidade do levantamento de suas características de ataque sob diferentes condições e o objetivo do presente trabalho foi justamente nos familiarizarmos com o CR-39. Fica, desse modo, implantado os alicerces de uma nova linha para pesquisas posteriores já que o campo de aplicação do referido detector de traços é amplo.

APÊNDICE

CÁLCULO DAS TAXAS DE ATAQUE V_B e V_T para o CR-39

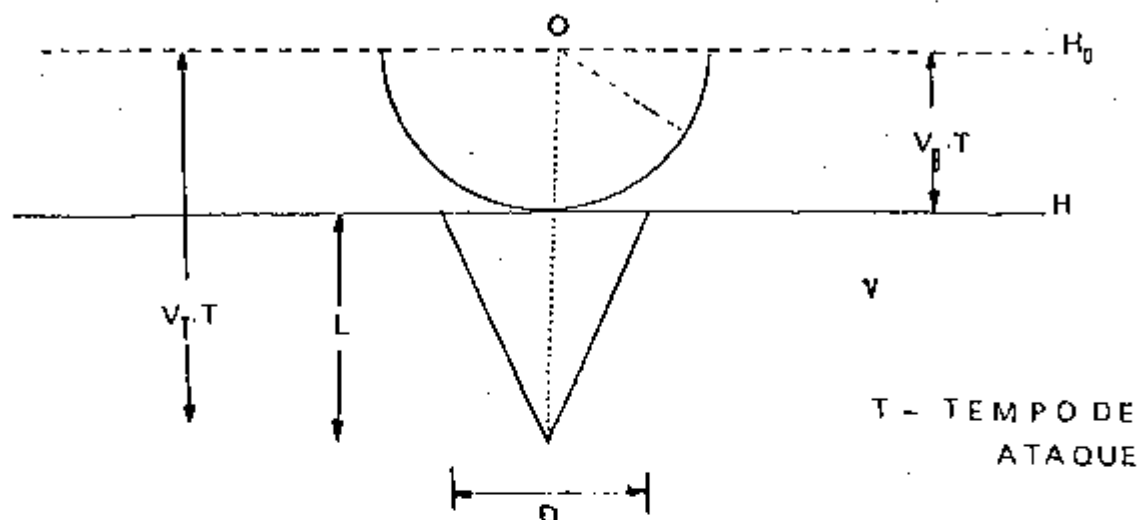


Figura I - Modelo geométrico do traço de uma partícula em um SSNTD (incidência normal)

Da Figura acima, usando geometria simples temos a seguinte relação:

$$D = 2h \left[\frac{v-1}{v+1} \right]^{1/2} \quad \dots \quad v = \frac{V_T}{V_B} \quad (1)$$

Para fragmentos de fissão temos

$$V_T \gg V_B \Rightarrow v \gg 1 \Rightarrow D_f = 2h \quad (2)$$

onde:

D_f - diâmetro dos traços de fragmento de fissão

Mas,

$$h = v_B t \quad (3)$$

Da Equação (2) e (3) temos:

$$v_B = \frac{D_f}{2t} \quad (4)$$

Para as partículas α , a aproximação $v \gg 1$ já não é válida, assim, da Eq. (1) temos:

$$D_\alpha = 2h \left[\frac{v_\alpha - 1}{v_\alpha + 1} \right]^{1/2}$$

$$\frac{D_\alpha^2}{4h^2} - \frac{v_\alpha - 1}{v_\alpha + 1} = 0$$

$$\frac{D_\alpha^2 (v_\alpha + 1) - 4h^2 (v_\alpha - 1)}{4h^2 (v_\alpha + 1)} = 0 \implies D_\alpha^2 (v_\alpha + 1) - 4h^2 (v_\alpha - 1) = 0$$

$$\implies v_\alpha (4h^2 - D_\alpha^2) = 4h^2 + D_\alpha^2 \implies v_\alpha = \frac{4h^2 + D_\alpha^2}{4h^2 - D_\alpha^2}$$

Da Equação (3) e (4) temos: $h = \frac{D_f}{2}$

Assim:

$$V_{\alpha} = \frac{D_f^2 + D_{\alpha}^2}{D_f - D_{\alpha}}$$

Fazendo $r = \frac{D_{\alpha}}{D_f} \Rightarrow V_{\alpha} = \frac{1 + r^2}{1 - r^2}$

Por definição temos $V_{\alpha} = \frac{V_T}{V_B}$

Assumindo que para o detector a velocidade de ata que preferencial V_T seja igual para ambas as partículas temos:

$$V_T = V_B \left[\frac{1 + r^2}{1 - r^2} \right]$$

BIBLIOGRAFIA

- | ¹ | YOUNG, D. A. - Etching of Radiation Damage in Lithium Fluoride - Nature 182(1958), pp. 375.
- | ² | SILK, E. C. H.; BARNES, R. B. - Examination of Fission Fragment Tracks with an Electron Microscope - Phil. Mag. 4(1959), pp. 4.
- | ³ | PRICE, P. B.; WALKER, R. M. - Observation of Charged Particle Tracks in Solids - J. Appl. Phys. 33(1962) 3407.
- | ⁴ | FLEISHER, R. L.; PRICE, P. B. - Tracks of Charged Particles in High Polymers - Science, 140 (1963), p. 1221
- | ⁵ | WALKER, R. M.; PRICE, P. B.; FLEISHER, R. L. - Nuclear Tracks in Solids - Appl. Phys. Letters, 3(1963), pp. 28.
- | ⁶ | MONNIN, M. M. - Visualization of Latent Damage Trails - Nucl. Instr. and Methods, 173(1980), pp. 1-14.
- | ⁷ | ENGE, W. - Introduction to Plastic Nuclear Track Detectors, Nucl. Tracks, 4(1980), pp. 283-308.
- | ⁸ | KATZ, R. and KOBETICH, E. J. - Formation Etchable Tracks in Dielectrics, Phys. Rev., 170(1968), pp. 401.
- | ⁹ | BENTON, E. V. and NIX, W. D. - The Restricted Energy Loss Criterion for Registration of Charged Particles in

Plastics - Nucl. Instr. and Methods, 67(1969) pp. 343.

- [10] MONNIN, M. - Mechanism of the Formation of Tracks in Polymers - Rad. Effc., 5(1970), pp. 69-73
- [11] FLEISCHER, R. L.; PRICE, P. B. and WALKER, R. M. - Nuclear Tracks in Solids - Principles & Application - University of California Press,
- [12] International Commission on Radiation Units and Measurements (1980). Radiation Quantities and Units, ICRU Report, pp. 33.
- [13] GRIFFITH, R. V.; HANKINS, D. E.; GAMMAGE, R. B.; TOMMASINO, L. and WHEELER, R. V. - Recent Developments in Personnel Neutron Dosimeters - A Review Health Phys. 36(1979) pp. 235-260.
- [14] NISHIWAKI, Y.; TSURUTA, T. and YANAZAKI, K. - Detection of Fast Neutrons by Etch-Pit Method of Nuclear Track Registration in Plastics - J. of Nucl. Science and Tech. 8(1971), pp. 162-166.
- [15] SPURNY, F. and TUREK, K. - Neutron Dosimetry with Solid State Nuclear Track Detectors - Nucl. Track. Detect., 3(1977), pp. 189-197.
- [16] SPUNNY, P.; TUREK, K. - Fast Neutron Dosimetry by Means of Different SSMTD - Nucl. Instr. and Methods, 147(1977),

pp. 143-147.

- [17] HARRISON, K. G. - A Neutron Dosimeter Based on N_p^{237} Fission - Nucl. Instr. and Meth., 157(1978), pp. 169-178.
- [18] SPURNY, F. and TUREK, K. - Polymer SSNTD in Neutron Dosimetry - Rad. Proct. Dosimetry, 1(1981), pp. 51-59.
- [19] PALFAUI, J. - On The Use of LR-115 II Recoil Track Detectors for Neutron Dosimetry - Nucl. Instr. and Meth. 180 (1981), pp. 511-514.
- [20] CARTWRIGHT, B. G.; SHIRK, E. K. and PRICE, P. B. - A Nuclear Track-Recording Polymer of Unique Sensitivity and Resolution - Nucl. Instr. and Meth., 153(1978), pp. 457-460.
- [21] CASSOU, R. M.; BENTON, E. V. - Properties and Application of CR-39 Polymeric Nuclear Track Detector - Nucl. Track Det., 2(1978), pp. 173-179.
- [22] HAQUE, A. U.; BESANT, C. B. and HOOTON, B. W. - Response of SSNTD to Neutron - I Experimental Result - Nucl. Instr. and Method., 197(1982), pp. 435-441.
- [23] HAQUE, A. U.; BESANT, C. B. and HOOTON, B. W. - Response of SSTD to Neutron II - Theory and Assessment - Nucl. Inst. and Meth., 197(1982), pp. 443-448.

- [²⁴] KHAN, H. A. and KHAN, N. A. - A New Plastic Track Detector for Fast Neutron Dosimetry - International J. of Appl. Rad. and Isotopes, 31(1980), pp. 775-779.
- [²⁵] GOMAA, M. A.; EID, A. M.; GRIFFITH, R. V.; DAVIDSON, K. - CR-39 Carbonate Plastic as a Neutron Albedo and Threshold Dosimeter - Nucl. Tracks, 5(1981), pp. 279-284.
- [²⁶] BENTON, E. V.; OSWALD, R. A.; FRANK, A. - Proton Recoil Neutron Dosimeter for Personal Monitoring - Health Phys., 40(1981), pp. 801-809.
- [²⁷] AL-NAJJAR, S. A. R.; BULL, R. K.; DURRANI, S. A. - Electrochemical Etching of CR-39: Applications to Radiation Dosimetry - Nucl. Tracks, 3(1979), pp. 169-183.
- [²⁸] DRAGU, A. - A SSNTD Personal Neutron rem Dosimeter - Nucl. Tracks, 3(1979), pp. 197-204.
- [²⁹] SOMOGUY, G. - Status of Development in Field of CR-39 Track Detectors - 11th International SSNTD Conference, 1980, Bristol.
- [³⁰] Proceedings of the 11th International SSNTD Conference - Bristol, 1981.
- [³¹] FLEISCHER, R. L.; PRICE, P. B.; WALKER, R. M. - The Ion Explosion Spike Mechanism for Formation of Charged Particles Tracks in Solids - J. Appl. Phys., 36(1965),

pp. 3645-3652.

- [³²] BETH, H. A. - Theory of the Passage of Rapid Corpuscular Rays Throught Matter - Ann. Phys., 5(1930), pp. 325-400
- [³³] PAREIZKE, H. G. - On Primary Damage and Secondary Electron Damage in Heavy Ion Tracks in Plastics - Rad. Effects, 34(1977), pp. 3-8, (10th IC SSNTD, Lyon, 1979).
- [³⁴] GRUHN, T. A.; LI, W. K.; BENTON, E. V.; LASSOU, R. M.; JOHNSON, C. S. - Etching Mechanism and Behaviour of Polycarbonate in Hidroxide Solution: Lexan and CR-39.
- [³⁵] AJUTANAND, N. N.; IYENGAR, K. N. - A Technique for the Rapid Enlargement of Fission Fragments in Lexan Polycarbonate - Nucl. Instr. and Meth., 176(1980), pp. 521-522
- [³⁶] SOMOGUY, G.; HUNYADI, I. - Etching Properties of the CR-39 Polymeric Nuclear Track Detector - 10th IC SSNTD, Lyon, 1979.
- [³⁷] HODGMAN, C. D. - Handbook of Chemistry and Physics -Chemical Rubber Publishing Co. - 33^a Edition, 1951.
- [³⁸] Proceedings of 10th International SSNTD Conference - Lyon, 1979.
- [³⁹] LOPES, R. T. - Estudo da Sensibilidade do Contador Automático em Função da Distribuição Angular dos Fragmentos de Fissão - Tese de Mestrado, COPPE/UFRJ, 1979.

X |⁴⁰| FONSECA, E. S. - Algumas Características do Detector Sólido de Traços CR-39 para Registro de Prótons e Partículas Alfa de Baixa Energia - Tese de Mestrado, CBPF/CNPq, 1983.

|⁴¹| BRANDÃO, L. E. B.; FARIAS, V. S.; CRISPIN, V. R. - Técnicas de Crescimento Rápido de Traços de Fragmentos de Fissão em Makrofol-E - V Reunião de Trabalho de Física Nuclear (STFN) - Itatiaia, RJ, 1983.

|⁴²| ROGERS, J. D.; BRANDÃO, L. E.; QUINTEIRO, A. C.; FARIAS, V. S. O. - Comportamento do CR-39 em Soluções Alcalinas - VI Reunião de Trabalho de Física Nuclear (STFN) - Itatiaia, RJ, 1983.

X |⁴³| GREEN, P. F.; RAMLI, A. G.; AL-MAJJAR, S. A. R.; ABU-JANAD, F.; DURRANI, S. A. - A Study of Bulk-etch Rates and Track-etch Rates in Cr-39 - Nucl. Instr. Meth. 173 (1980), p 1-14.