

CNEN/SP**ipen** Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares

AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE CORREÇÕES MATEMÁTICAS NA
DETERMINAÇÃO DE TEORES DE NIÓBIO E ZIRCÔNIO
EM LIGAS DE U-Nb E U-Zr PELA TÉCNICA DE
FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

Vera Lucia Ribeiro Salvador, Ivone Mulako Sato e Antonio Roberto Lordello

IPEN - PUB - 77.

PUBLICAÇÃO IPEN 77

SETEMBRO/1985

SÃO PAULO

ISSN 0101-3084

PUBLICAÇÃO IPEN 77

SETEMBRO/1985

**AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE CORREÇÕES MATEMÁTICAS NA
DETERMINAÇÃO DE TEORES DE NIÓBIO E ZIRCÔNIO
EM LIGAS DE U-Nb E U-Zr PELA TÉCNICA DE
FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X**

Vera Lucia Ribeiro Salvador, Ivone Mulako Sato e Antonio Roberto Lordello

DEPARTAMENTO DE PROCESSOS ESPECIAIS

**CNEN/SP
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
SÃO PAULO – BRASIL**

Série PUBLICAÇÃO IPEN

INIS Categories and Descriptors

B11.10

NIOBIUM

URANIUM ALLOYS

X-RAY FLUORESCENCE ANALYSIS

ZIRCONIUM

**AVALIAÇÃO DE MÉTODOS DE CORREÇÕES MATEMÁTICAS NA
DETERMINAÇÃO DE TEORES DE NIÓBIO E ZIRCÔNIO
EM LIGAS DE U-Nb E U-Zr PELA TÉCNICA DE
FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X**

Vera Lucia Ribeiro Salvador, Ivone Mulako Sato e Antonio Roberto Lordello

RESUMO

Foram desenvolvidos métodos de análise para a determinação de nióbio e zircônio em ligas de U-Nb e U-Zr, pela técnica de fluorescência de raios-X. A linha NbK_{β} apesar de não sofrer o efeito de superposição das linhas de urânio, como a linha NbK_{α} , apresenta um efeito de absorção maior que esta última; já as linhas ZrK_{α} e ZrK_{β} sofrem efeitos de superposição das linhas de urânio. Para eliminar esses efeitos foram introduzidas correções matemáticas utilizando-se relações entre as intensidades das linhas desses elementos e as do urânio. O método de preparação de amostras adotado foi o de pastilha prensada de dupla camada. Entre as várias correções introduzidas, o melhor método apresentou uma precisão inferior a 5%.

**VALUATION OF MATHEMATICALLY CORRECT METHODS FOR THE
DETERMINATION FOR NIOBIUM AND ZIRCONIUM
IN U-Nb AND U-Zr ALLOYS BY THE X-RAY
FLUORESCENCE TECHNIQUE**

ABSTRACT

Methods for the determination of niobium and zirconium in U-Nb and U-Zr alloys with the X-ray fluorescence technique are described. The NbK_{β} line, although not under the overlapping effect of the uranium lines as the NbK_{α} is, presents a more intensive absorption effect than this last one; on the other hand the ZrK_{α} and ZrK_{β} lines are under the overlapping effect of the uranium spectrum. Such interferences are mathematically corrected by means of relations between the intensities of the lines for the elements and those for the uranium. The technique for the preparation of the samples is the double layer pressed pellet. From the different corrections the best method has showed a precision of 5%.

INTRODUÇÃO

Os estudos físicos e químicos das ligas U-Nb e U-Zr apresentam interesse na tecnologia nuclear, uma vez que essas ligas binárias quando usadas como combustível nuclear, apresentam propriedades mecânicas e resistência à corrosão melhores que as do urânio metálico⁽¹⁾.

Utilizando-se da técnica de fluorescência de raios-X, e o método de pastilha prensada para a preparação das amostras, Peed⁽²⁾ fez um estudo para verificar o comportamento da radiação de fundo e da contribuição da linha UL_{β_6} na linha ZrK_{α} . Obteve com a relação das intensidades $UL_{\beta_2}/ZrK_{\alpha}$ e cristal analisador de mica uma precisão de 3,8% e exatidão de 3,62% para teores de zircônio menores que 10%.

Long⁽³⁾ determinou teores de nióbio menores que 10% em ligas U-Nb, utilizando-se da relação das intensidades fluorescentes NbK_{β}/UL_{γ} e cristal analisador LiF (220). Fez, também, uma comparação entre os métodos de pastilha prensada e solução para o preparo das amostras, obtendo melhores resultados com o método de pó, uma vez que o método de solução apresentou alguns inconvenientes, como um maior tempo no seu preparo e uso de uma maior quantidade de massa das amostras.

Long estudou, também, a não uniformidade na distribuição do nióbio no lingote, isso devido ao processo de fusão que é submetido durante a sua fabricação.

Nesse trabalho, temos como objetivo desenvolver métodos de análise para a determinação de teores de nióbio e zircônio na faixa de 0,5 a 10% nas ligas U-Nb e U-Zr, respectivamente, utilizando-se a técnica de fluorescência de raios-X.

Foram realizados estudos para verificar os efeitos de absorção e o grau de superposição de linhas de urânio nas de nióbio e zircônio, introduzindo-se e avaliando-se métodos de correção matemática no sentido de eliminar ou minimizar esses efeitos.

PARTE EXPERIMENTAL

I – Preparação das Amostras

A amostra de U-Nb e a de U-Zr foram transformadas em óxidos por meio de calcinação a 900°C durante três horas em cadinho de platina, tomando-se as precauções necessárias quanto ao caráter pirofórico do material.

Após a calcinação as amostras foram homogeneizadas, tendo sido comprovado que estavam na forma de óxido pela técnica de difração de raios-X^(*).

Na determinação do nióbio utilizou-se 250 mg da amostra U-Nb e na do zircônio 100 mg da amostra U-Zr, previamente calcinadas. As massas foram então completadas a 1,0 g com ácido bórico, homogeneizadas e prensadas na forma de pastilha de dupla camada, numa matriz de 20 mm de diâmetro.

As amostras de referência foram preparadas pela adição de quantidades Nb_2O_5 ou ZrO_2 de pureza espectrográfica em U_3O_8 de pureza nuclear, seguindo-se o procedimento de adição do aglutinante e prensagem da pastilha de modo idêntico às amostras.

As amostras 84-1-A, 84-2-A e 84-3-A foram preparadas pela adição de Nb_2O_5 em U_3O_8 , sendo homogeneizadas em almofariz de ágata por uma hora, calcinadas a 900°C por duas horas e novamente homogeneizadas num misturador Mixer-Mill durante 40 minutos. As demais amostras utilizadas, A-1, A-2 e A-3, foram fornecidas pelo Departamento de Metalurgia Nuclear do IPEN/CNEN/SP, na forma de lingote, sendo que a amostra A-3 não tem valor nominal.

II – Equipamento

O espectrômetro de raios-X utilizado foi o modelo semi automático da Rigaku Denki Co. Ltd., com gerador Geigerflex e goniômetro que fornece as posições de Bragg com 0,01° de precisão.

* Laboratório de Difração de Raios-X do Departamento de Processos Especiais-ME – IPEN/CNEN/SP.

Utilizou-se um tubo de raios-X de tungstênio e excitação de 10mA e 30kV e 40mA e 50kV, respectivamente, para o nióbio e zircônio, além do detector de cintilação NaI(Tl), colimador de 150 μ m, cristais analisadores LiF(200) e LiF(220) e atmosfera de vácuo.

III – Comportamento das Linhas Características do Nióbio, Zircônio e Urânio para o Intervalo de Comprimento de Onda Utilizado.

As linhas características K_{β} do nióbio e zircônio sofrem ligeiramente uma maior absorção que as linhas K_{α} , devido ao alto teor e o grande coeficiente de absorção de massa do urânio presente na matriz.

Na Figura 1 são apresentados os valores dos coeficientes de absorção de massa para o urânio em função do comprimento de onda⁽⁴⁾, juntamente com o posicionamento das linhas NbK_{α} ($\lambda = 0,07504$ nm), NbK_{β} ($\lambda = 0,06657$ nm), ZrK_{α} ($\lambda = 0,07901$ nm) e ZrK_{β} ($\lambda = 0,07017$ nm), procurando-se dar uma idéia do efeito de absorção nestas linhas pelo urânio.

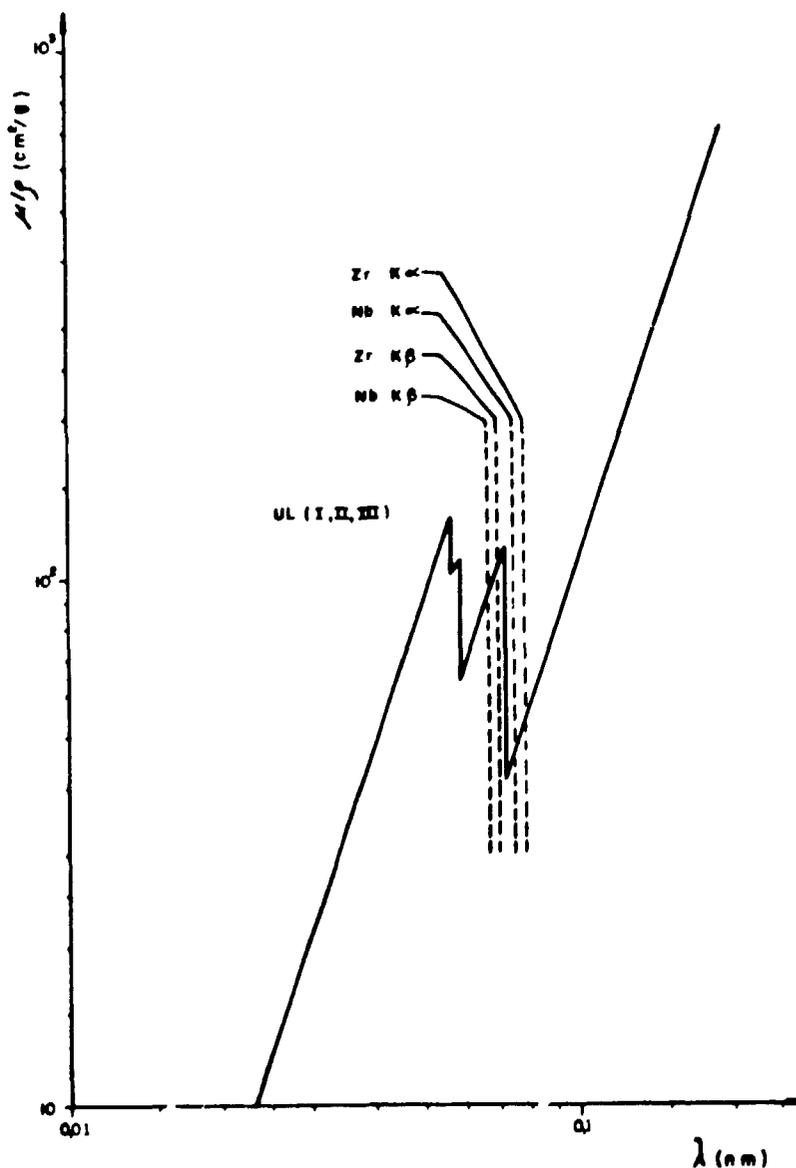


Figura 1 – Coeficiente de Absorção de Massa para o Urânio em Função do Comprimento de Onda. Destacando-se as Posições das Linhas K_{α} e K_{β} do Nióbio e Zircônio

As linhas características estudadas para o nióbio e urânio encontram-se nos espectros obtidos com os cristais analisadores LiF(200) e LiF(220) para as amostras contendo nióbio, urânio e urânio-niόbio, respectivamente, na Figura 2.

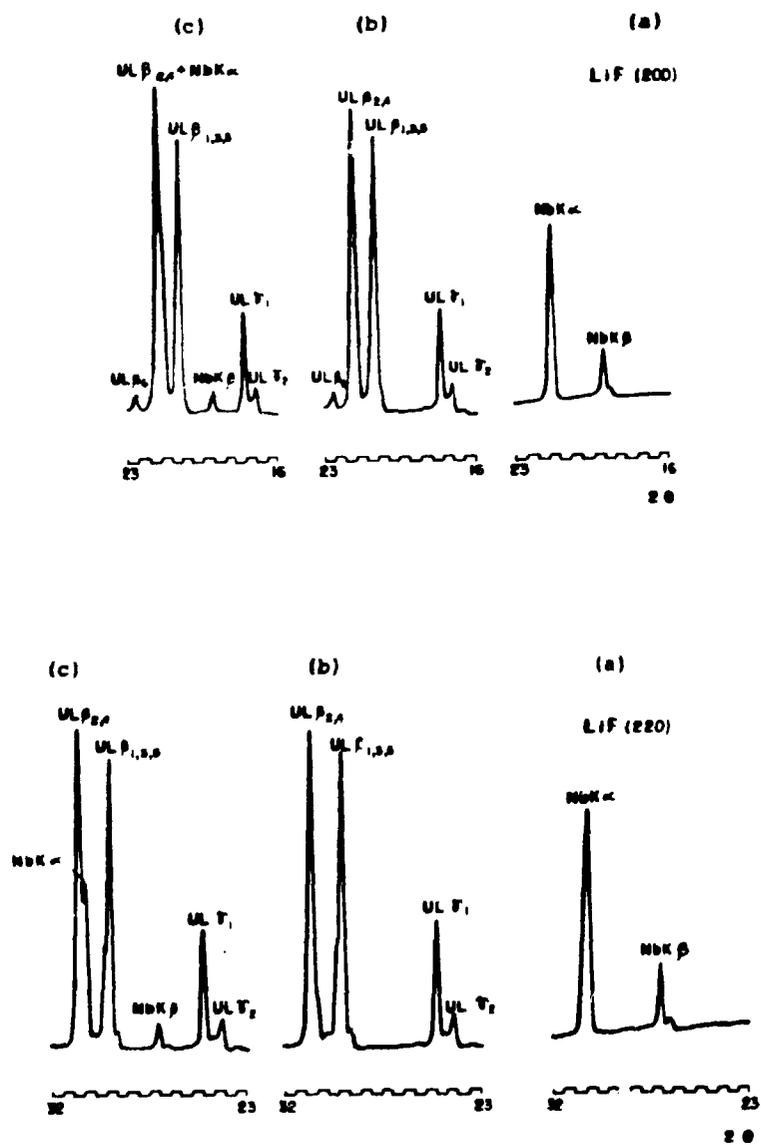


Figura 2 - Espectros Contendo as Linhas Características Estudadas para o Niόbio e Urânio, com os Cristais Analisadores LiF(200) e LiF(220) para as Amostras Contendo Niόbio (a), Urânio (b) e Urânio-Niόbio (c)

Na Figura 3 encontram-se as linhas do zircônio e urânio obtidas com o cristal analisador LiF(200) nas amostras contendo zircônio, urânio e urânio-zircônio.

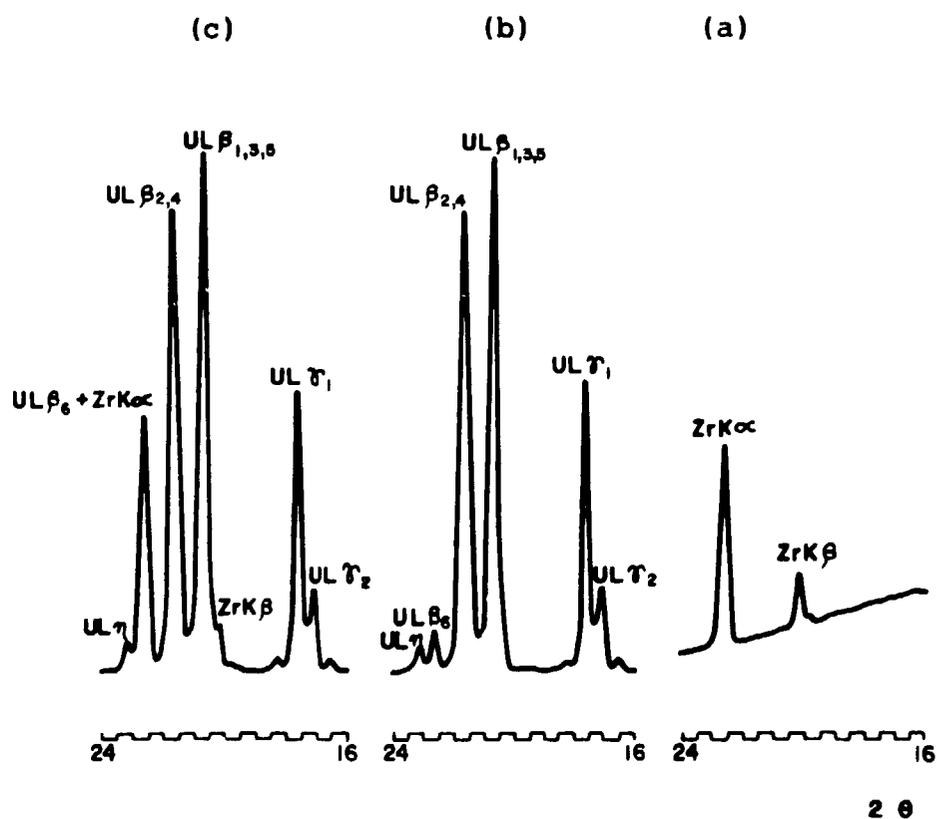


Figura 3 — Espectros Contendo as Linhas Características Estudadas para o Zircônio e Urânio, com o Cristal Analisador LiF(200) para as Amostras Contendo Zircônio (a), Urânio (b) e Urânio-Zircônio (c)

Para uma melhor visualização, as Figuras 4 e 5 mostram a superposição das linhas do urânio nas do nióbio e zircônio respectivamente, para o cristal analisador LiF(200), enquanto que na Tabela 1 encontram-se os ângulos de Bragg para as linhas estudadas ($2\theta_1$ e $2\theta_2$) e os respectivos ângulos ($2\theta_1$ e $2\theta_2$) para a radiação de fundo, juntamente com as discriminações para o analisador de pulsos.

As linhas características do urânio UL_{γ} , $UL_{\beta_{1,3,5}}$, $UL_{\beta_{2,4}}$ e UL_{β_6} para o intervalo de concentração de 90 a 99% de urânio, apresentam um efeito de saturação nas medidas das intensidades fluorescentes (Figura 6). Desta forma, o efeito matriz devido à absorção de raios-X causado quase que exclusivamente pelo grande teor de urânio, pode ser normalizado pela adição de uma quantidade constante de urânio nas amostras de referência.

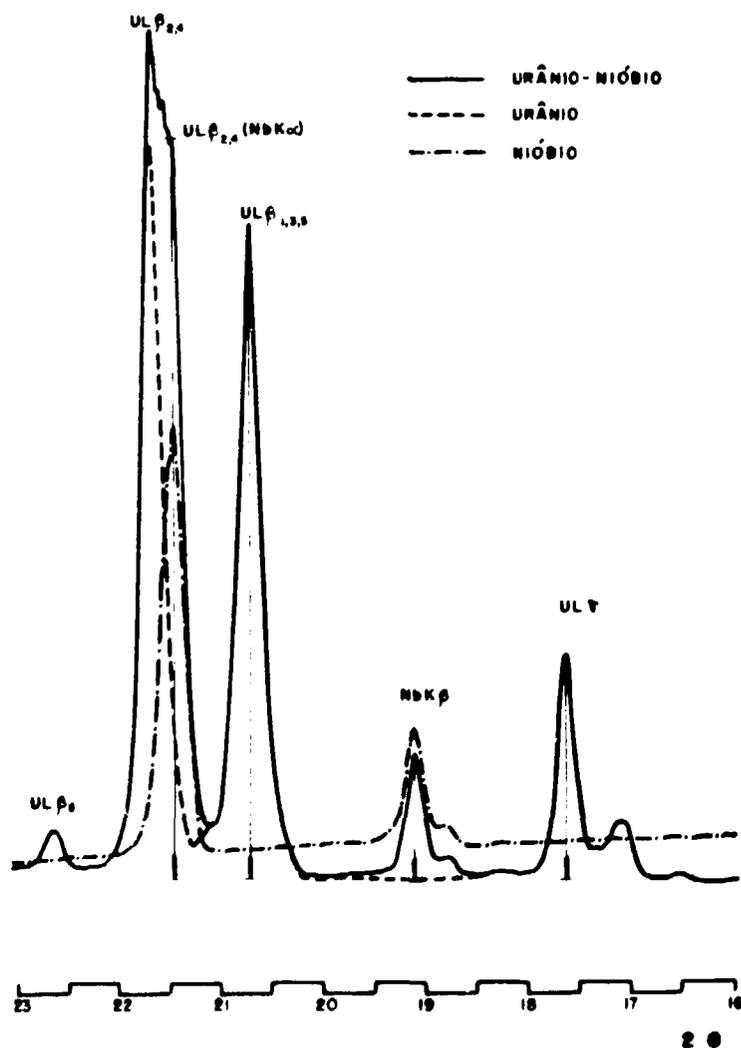


Figura 4 - Superposição das Linhas Analíticas do Nióbio e Urânio

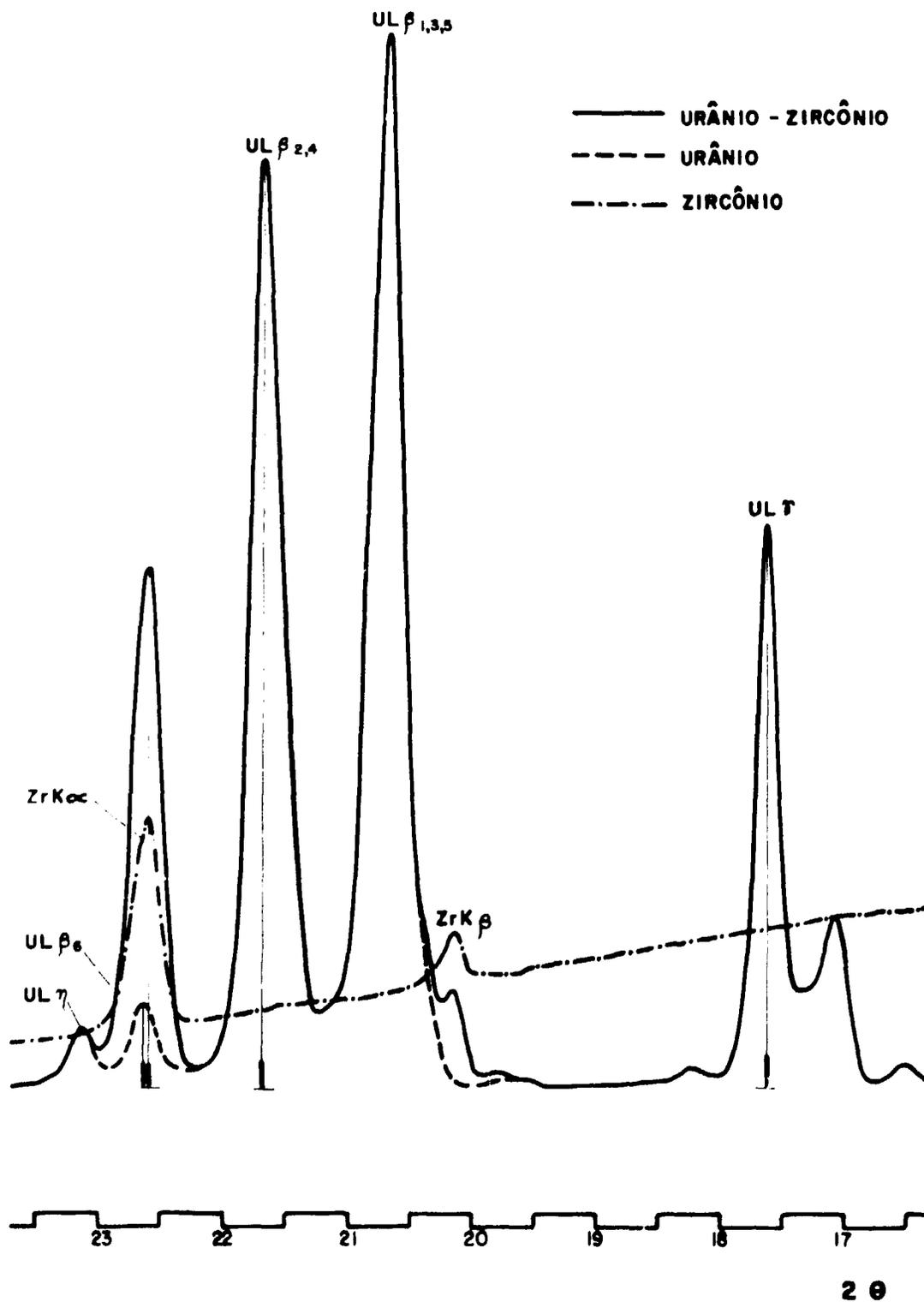


Figura 5 - Superposição das Linhas Analíticas do Zircônio e Urânio

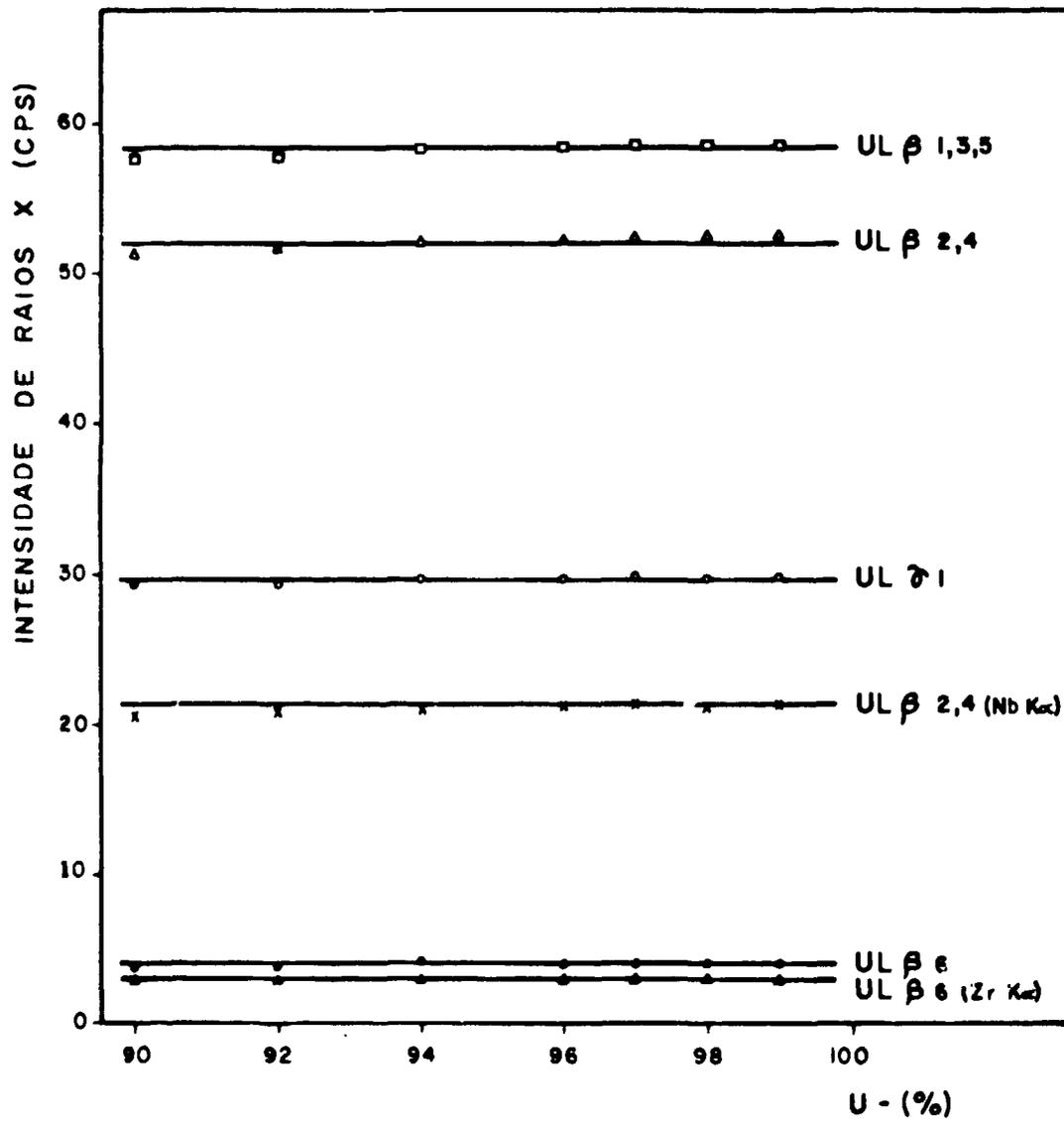


Figura 6 - Efeito de Saturação para as Linhas Características do Urânio para o Intervalo de 90 a 100% do Urânio

Tabela I

Posições dos Ângulos de Bragg Determinados para as Medidas das Linhas Características e Radiação de Fundo e as Respectivas Discriminações para o Analisador de Pulsos

LINHA	CRISTAL ANALISADOR	ÂNGULO DE BRAGG			ANALISADOR DE PULSOS	
		$2\theta_1$	$2\theta_2$	$2\theta_3$	LINHA DE BASE (V)	ABERTURA DE JANELA (V)
NbK $_{\alpha}$	LiF(200)	20,50	21,45	22,50	0,60	0,95
NbK $_{\beta}$	LiF(200)	18,30	19,10	19,80	0,60	0,95
NbK $_{\beta}$	LiF(220)	26,00	27,12	28,00	0,95	1,15
ZrK $_{\alpha}$	LiF(200)	22,15	22,55	23,50	0,30	0,65
UL $_{\gamma}$	LiF(200)	16,70	17,59	18,59	0,45	0,40
UL $_{\gamma}$	LiF(220)	26,00	26,98	27,75	0,95	1,15
UL $_{\beta_{1,3,5}}$	LiF(200)	19,80	20,67	23,50	0,60	0,95
UL $_{\beta_{2,4}}$	LiF(200)	19,00	21,64	22,15	0,50	0,85
UL $_{\beta_6}$	LiF(200)	22,15	22,60	23,50	0,30	0,65

IV – Métodos Matemáticos de Correção Introduzidos na Determinação dos Teores de Nióbio e Zircônio

Foram calculados alguns fatores de correção:

$$q_1 = UL_{\beta_{2,4}}/UL_{\gamma}$$

$$q_2 = UL_{\beta_6}(ZrK_{\alpha})/UL_{\gamma}$$

$$q_3 = UL_{\beta_6}(ZrK_{\alpha})/UL_{\beta_{2,4}}$$

$$q_4 = UL_{\beta_6}(ZrK_{\alpha})/UL_{\beta_6}$$

$$q_5 = ZrK_{\alpha}(UL_{\beta_6})/ZrK_{\alpha}$$

onde $UL_{\beta_6}(ZrK_{\alpha})$ corresponde a medida da intensidade fluorescente da linha UL_{β_6} na posição angular da linha ZrK_{α} e $ZrK_{\alpha}(UL_{\beta_6})$ corresponde à medida da intensidade fluorescente da linha ZrK_{α} na posição angular da linha UL_{β_6} .

Mediante o emprego de sete pastilhas contendo urânio na faixa de 90 a 99% deduziu-se o valor médio para cada fator q :

$$q_1 = 0,93 \pm 0,1$$

$$q_2 = 0,101 \pm 0,002$$

$$q_3 = 0,057 \pm 0,001$$

$$q_4 = 0,764 \pm 0,004$$

$$q_5 = 0,90 \pm 0,04$$

Na Tabela II encontram-se as relações matemáticas estudadas no sentido de verificar o efeito de correção devido à matriz de urânio e os efeitos inter elementar devido à proximidade ou mesmo à coincidência nas posições das linhas analíticas do nióbio e zircônio com as do urânio.

Tabela II

Métodos de Correções Matemáticas para a Determinação de Teores de Nióbio e Zircônio

MÉTODO	RELAÇÃO MATEMÁTICA	CRISTAL ANALISADOR
1	$NbK_{\beta} - Bg$	LiF (200)
2	$NbK_{\beta} - Bg$	LiF (220)
3	$NbK_{\beta} / UL_{\gamma}$	LiF (200)
4	$NbK_{\beta} / UL_{\gamma}$	LiF (220)
5	$NbK_{\beta} * UL_{\gamma} / UL_{\beta_{1,3,5}}$	LiF (200)
6	$NbK_{\alpha} = UL_{\beta_{2,4}} (NbK_{\alpha}) - q_1 * UL_{\gamma}$	LiF (200)
7	$ZrK_{\alpha} = ZrK_{\alpha total} - q_2 * UL_{\gamma}$	LiF (200)
8	$ZrK_{\alpha} = ZrK_{\alpha total} - q_3 * UL_{\beta_{2,4}}$	LiF (200)
9	$ZrK_{\alpha} = ZrK_{\alpha total} - q_4 * UL_{\beta_{6 total}} / 1 - q_4 * q_5$	LiF (200)
10	$ZrK_{\alpha total} * Bg$	LiF (200)
11	$ZrK_{\alpha total} / UL_{\gamma}$	LiF (200)
12	$ZrK_{\alpha total} / UL_{\beta_2}$	LiF (200)

Os parâmetros a e b para as curvas de calibração ($y = a + bx$) foram deduzidos por meio de ajuste das mesmas pelo Método de Mínimos Quadrados⁽⁵⁾ e encontram-se relacionados na Tabela III juntamente com os valores obtidos para o coeficiente de correlação.

Os teores de nióbio e de zircônio determinados para todos os métodos de correção encontram-se na Tabela IV, juntamente com os valores nominais e os obtidos pelas técnicas de espectrografia de emissão^(*) e gravimetria^(**).

(*) Laboratório de Espectrografia de Emissão do Departamento de Processos Especiais-ME - IPEN/CNEN/SP.

(**) Laboratório Analítico do Departamento de Engenharia Química-MQ - IPEN/CNEN/SP.

Tabela III

Valores Obtidos para os Parâmetros das Curvas de Calibração para O Nióbio e Zircônio

MÉTODO DE CORREÇÃO	a	b	COEFICIENTE DE CORRELAÇÃO
1	-1789 ± 185	11995 ± 141	0,9994
2	-822 ± 133	8456 ± 102	0,9994
3	$0,046 \pm 0,005$	$0,201 \pm 0,004$	0,9994
4	$0,03 \pm 0,05$	$0,191 \pm 0,004$	0,9986
5	1515 ± 60	4220 ± 46	0,9995
6	-3542 ± 803	63913 ± 612	0,9996
7	3743 ± 1212	36111 ± 1961	0,9941
8	3688 ± 1224	36016 ± 1918	0,9940
9	2351 ± 786	14045 ± 1273	0,9840
10	$0,8 \pm 0,1$	$4,3 \pm 0,2$	0,9966
11	$0,20 \pm 0,03$	$1,37 \pm 0,06$	0,9967
12	$0,12 \pm 0,02$	$0,72 \pm 0,04$	0,9946

Tabela IV

Teores de Nióbio e Zircônio Determinados pelos Métodos de Correção Aplicados à Técnica de Fluorescência de Raios-X e pelas Técnicas de Espectrografia de Emissão e Gravimetria

AMOSTRAS	FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X MÉTODO DE CORREÇÃO PARA O NIÓBIO						ESPECT. DE EMIÇÃO	GRAVIMETRIA	VALOR NOMINAL
	1	2	3	4	5	6			
84-1-A	1,54 ± 0,06	1,62 ± 0,05	1,67 ± 0,01	1,63 ± 0,07	1,60 ± 0,09	1,69 ± 0,02	1,7	-	1,64
84-2-A	3,01 ± 0,02	3,08 ± 0,03	3,22 ± 0,08	3,14 ± 0,05	3,21 ± 0,04	3,33 ± 0,09	3,4	-	3,13
84-3-A	5,01 ± 0,03	5,1 ± 0,2	5,23 ± 0,04	5,10 ± 0,05	5,32 ± 0,02	5,4 ± 0,1	5,3	-	5,12
A-1	2,59 ± 0,04	2,83 ± 0,04	2,85 ± 0,01	2,85 ± 0,05	2,60 ± 0,01	2,80 ± 0,05	2,8	3,11	3,0
A-2	2,42 ± 0,02	2,80 ± 0,05	2,89 ± 0,02	2,84 ± 0,06	2,49 ± 0,02	2,77 ± 0,05	2,4	2,89	3,0
MÉTODO DE CORREÇÃO PARA O ZIRCÔNIO									
	7	8	9	10	11	12			
A-3	2,02 ± 0,04	2,02 ± 0,04	2,00 ± 0,06	2,40 ± 0,03	2,46 ± 0,04	2,41 ± 0,04	3,0 ± 0,4	-	-

DISCUSSÃO E CONCLUSÃO

Foram propostos doze métodos de correção matemática, sendo seis para a determinação do nióbio e seis para a determinação do zircônio.

Para o nióbio, a precisão obtida para cada método, em termos de desvio padrão relativo, encontra-se na Tabela V, juntamente com o erro relativo para a exatidão, quando comparados com os valores nominais.

Tabela V

Valores Obtidos para a Precisão e Exatidão na Determinação do Nióbio em Ligas U-Nb

MÉTODO	AMOSTRA	PRECISÃO DESVIO PADRÃO RELATIVO (%)	EXATIDÃO ERRO (%)
1	84-1-A	3,9	- 6,1
	84-2-A	0,7	- 3,8
	84-3-A	0,6	- 2,1
2	84-1-A	3,1	- 1,2
	84-2-A	1,0	- 1,6
	84-3-A	3,9	- 0,4
3	84-1-A	0,6	+ 1,8
	84-2-A	2,5	+ 2,9
	84-3-A	0,8	+ 2,1
4	84-1-A	4,3	- 0,6
	84-2-A	1,6	+ 0,3
	84-3-A	1,0	- 0,4
5	84-1-A	5,6	- 2,4
	84-2-A	1,2	+ 2,6
	84-3-A	0,4	+ 3,9
6	84-1-A	1,2	+ 3,0
	84-2-A	2,7	+ 6,4
	84-3-A	1,9	+ 5,5

Os valores obtidos para a precisão, em termos de desvio padrão relativo, na determinação do zircônio, encontram-se na Tabela VI.

Tabela VI

Valores Obtidos para a Precisão na Determinação do Zircônio
na Amostra A-3 da Liga U-Zr

MÉTODO	PRECISÃO DESVIO PADRÃO RELATIVO (%)
7	1,98
8	1,98
9	4,5
10	1,25
11	1,62
12	1,66

Na determinação do nióbio, quando utiliza-se a intensidade líquida da linha $NbK_{\beta}(NbK_{\beta} - Bg)$ para os dois cristais analisadores, verifica-se que o efeito de absorção por parte do urânio é mais pronunciada, obtendo-se assim teores sempre menores que o valor nominal da amostra.

Para a relação NbK_{β}/UL_{γ} (método 3 e 4) verifica-se que o efeito de absorção já é reduzido (Tabela V), conseguindo-se obter melhores resultados em relação ao erro relativo. Verifica-se também que com o cristal LiF (220) o erro relativo é menor (método), isto devido à uma maior separação dos picos.

Na relação $NbK_{\beta} = UL_{\gamma}/UL_{\beta_{1,3,5}}$ o efeito de absorção também é reduzido e assemelha-se ao método 3, cuja utilização é preferível, pois necessita-se de um número menor de medidas no espectrômetro, reduzindo-se assim a propagação de erros.

Para o caso onde usa-se uma igualdade matemática (Método de Correção 6) e determina-se a intensidade NbK_{α} , verifica-se que a intensidade da linha $UL_{\beta_{2,4}}$ não é totalmente corrigida, uma vez que os teores obtidos são sistematicamente maiores que os valores nominais.

Na determinação do zircônio para chegarmos a melhores conclusões seria necessário dispormos de amostra de referência. Verifica-se uma maior propagação do erro a medida que mais fatores de correção são introduzidos para tentar eliminar os efeitos da absorção (Método 9), propagação esta que se reflete no coeficiente de correlação da curva de calibração (0,9840).

Quando a intensidade ZrK_{α} total é normalizada por meio da radiação de fundo (Método 10), da linha UL_{γ} (Método 11) ou linha $UL_{\beta_{2,4}}$ (Método 12), verifica-se que a propagação de erro é menor e que o coeficiente de correlação das curvas é melhor. Quando é utilizada a relação das intensidades ZrK_{α}/UL_{β} os resultados parecem melhores, assim como o mesmo tipo de correlação aplicada para o nióbio apresentou também resultados melhores.

A linha ZrK_{β} não foi estudada devido à sua proximidade com a linha $UL_{\beta_{1,3,5}}$ que é muito mais intensa que a linha UL_{β_6} , cuja posição angular coincide com a linha ZrL_{α} . Com o cristal analisador LiF (220), a linha ZrK_{α} sofre um deslocamento não significativo em relação à linha UL_{β} , tornando-se um caso semelhante ao da linha NbK_{α} , com o cristal analisador LiF (200).

Todos os métodos de correção estudados na determinação do nióbio apresentaram bons resultados em relação à precisão (0,4 a 5,6%), ocorrendo o mesmo para a precisão do zircônio (1,15 a 4,5%). Para o zircônio a exatidão em termos de erro relativo não foi determinada pela indisponibilidade de amostras de referência.

De modo geral, verifica-se que o uso de muitos fatores de correção implica numa propagação de erro maior e que, quando utiliza-se a normalização com a linha UL_{γ} obtém-se melhores resultados devido, talvez, à maior separação entre essa linha e as linhas ZrK_{α} , NbK_{α} e NbK_{β} que as demais linhas do urânio estudadas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. QUILES, JR., O. Relatório nº 1 do projeto integração escola-empresa-governo. São Paulo, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Departamento de Metalurgia Nuclear, 1982.
2. PEED, W. F.; WRIGHT, W. B.; ROGOSA, G. L. *Application of X-ray fluorescence to analysis of Zr in U.* Oak Ridge Tnn., Oak Ridge National Lab., 1952. (ORNL-1419).
3. LONG, S. L. Direct determination of niobium in uranium niobium alloys. *Adv. X-ray Anal.*, 23:177-83, 1980.

4. MACGLLAVRY, C. H.; RIECK, G. D.; LONSDALE, K. eds. *Physical and chemical tables*. Birmingham London, Kynoch, 1962. (*International tables for X-ray crystallography*, v.3).
5. ATALLA, L. T. *Interpretação quantitativa de resultados experimentais*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, 1978. (IEA-60).