

SIS 315704

Reg. 977

Inc. 114PF

977

Confecção de dosímetro TL de LiF (Mg) pela técnica de sinterização*

VOLNEI BORGES¹, ALWIN W. EIBERN² ^{ilhelm EL bern}

Resumo. Visando obter dosímetros de estado sólido, que fossem sensíveis, reproduzíveis, de fácil manuseio e que pudessem ser empregados na dosimetria pessoal, foi desenvolvida uma técnica de obtenção destes dosímetros no Brasil, utilizando-se pó de LiF. Diversos lotes de dosímetros compactados a frio e sinterizados foram investigados em função da concentração de material dopante e tempo de sinterização. Determinaram-se algumas características termoluminescentes, que foram comparadas com as dos dosímetros TLD-100 extrudados, usados como referência internacional. A metodologia experimental e os resultados com as respectivas análises são descritos neste artigo.

Abstract. *Manufacture of thermoluminescent dosimeter of LiF (Mg) by sinterization technique.* With the aim of developing solid state dosimeters, which were sensible, reproducible, easy to handle and with the possibility to be used in personal dosimetry, we worked on a technique to produce these dosimeters, in Brazil, using LiF powder. Many different baths of cold compacted and sinterized dosimeters were investigated as a function of the dopant concentration and the sinterization time. Some termoluminescent characteristics were measured, and compared to those of the extruded TLD-100 dosimeters, which are used as an international reference. The experimental methodology and the obtained results, with their respective analyses, are the subject of this paper.

INTRODUÇÃO

O LiF, como material básico constituinte de dosímetros, é um fósforo amplamente utilizado na dosimetria termoluminescente (TL), sendo empregado para medidas de doses em radioterapias, radiodiagnósticos, dosimetria pessoal, monitoração ambien-

tal, dosimetria de nêutrons e outras aplicações^(1, 2). Este apresenta um bom compromisso entre as diferentes qualidades exigidas de um dosímetro, tais como sensibilidade à radiação ionizante, baixa dependência com a energia da radiação, número atômico efetivo equivalente ao do tecido humano, resposta TL linear em um

amplo intervalo de doses e pequeno desvanecimento térmico à temperatura ambiente. Entre os dosímetros comerciais destacam-se os produzidos pela Harshaw (EUA), sendo que a sua utilização é dispendiosa pelo fato de serem produzidos fora do Brasil a um alto custo. Este fato influenciou para que fosse desenvolvida, em nosso país, a técnica de obtenção de dosímetros na forma sólida, compactando-se LiF a frio com posterior sinterização, técnica esta estudada por Niewiadomski^(3, 4).

Diversos lotes de dosímetros sinterizados foram produzidos e estudaram-se algumas de suas propriedades TL comparando-as com as propriedades dos TLD-100 extrudados, examinando a possibilidade de empregar os dosímetros na dosimetria pessoal⁽⁵⁾.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os equipamentos disponíveis que foram utilizados na confecção dos dosímetros e na determinação de suas características TL foram forno elétrico, bomba de vácuo, controladores de temperatura, prensa hidráulica, compactador, registrador X-Y e leitora TLD.

O LiF e o dopante, após serem cuidadosamente misturados, foram co-

* Trabalho realizado no Departamento de Engenharia Nuclear da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS.

1. M. Sc. pelo Departamento de Engenharia Nuclear da UFRGS.

2. Ph. D., Professor Adjunto do Departamento de Engenharia Nuclear da UFRGS e PPGEEMM.

locados em um tubo de aço inoxidável revestido internamente por um cilindro oco de grafite e fundidos sob atmosfera de argônio, em um forno elétrico. Depois de obter-se uma fusão homogênea da mistura a uma temperatura de aproximadamente 1.000°C, durante três horas, o produto foi resfriado lentamente, pulverizado em tamanhos de grão menor que 0,074 mm e fundido novamente, sofrendo um tratamento térmico idêntico ao inicial. Após esse tratamento térmico, o produto foi pulverizado e os grãos graduados entre 0,177 mm a 0,074 mm. Esse pó resultante foi dividido em porções de 150 mg para ser compactado individualmente em um compactador especialmente construído para esse fim. Este permite produzir uma pastilha de 10 mm de diâmetro, aplicando-se uma pressão de aproximadamente 37.000 N/cm² durante um minuto. As pastilhas obtidas após a compactação foram sinterizadas a 800°C em um tubo de alumina com fluxo de argônio, por tempos variáveis, e após foram resfriadas lentamente. Depois de obterem-se diversas fornadas de pastilhas com diferentes concentrações de Mg e tempo de sinterização, estas foram colocadas dentro de embalagens de acrílico cujas paredes possuíam 5 mm de espessura e irradiadas com uma fonte de ⁶⁰Co, para estudo de suas propriedades TL em função da dose recebida.

A emissão TL foi medida utilizando-se um aparelho leitor da Victoreen, TLD READER, modelo 2800, acoplado a um registrador da ECB modelo RBI03 série 341 para registrar as curvas de emissão. O ciclo de temperaturas empregado na leitura dos dosímetros teve um pré-aquecimento da temperatura ambiente até 120°C, durante nove segundos. A partir de 120°C até 255°C, numa taxa de 10°C/s, o sinal TL emitido foi medido pelo método integral. O tempo total de aquecimento foi de 23 a 24 segundos. As leituras foram feitas com fluxo de nitrogênio na câmara de aquecimento para evitar sinais espú-

rios, e após cada ciclo de leituras, os dosímetros foram recozidos a 400°C durante uma hora.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra as curvas de emissão dos dosímetros de LiF sinterizados em tempos, respectivamente, de 1 h, 3 h e 6 h, sendo todas as amostras dopadas com 400 ppm de Mg e submetidas a exposição de 1R. Analisando as curvas de emissão dos TL, pode-se concluir que o tempo de sinterização não afeta a posição dos picos TL, visto que os mesmos não são deslocados, aparecendo em uma mesma temperatura para os diferentes tempos de sinterização. Concluindo-se que o tempo de sinterização não influi na temperatura de ocorrência dos máximos de emissão, ou seja, na profundidade das armadilhas e na criação de novas armadilhas com profundidades diferentes. O tempo de sinterização, porém, influi na sensibilidade do dosímetro. No intervalo de 1 h a 3 h a influência é considerável, sendo que para tempos superiores a 3 h praticamente o tempo de sinterização não possui grande importância. Disso resulta os dosímetros de LiF (Mg) não necessitam ser sinterizados por tempos superiores a 3 h, como pode-se ver na Figura 2. O aumento de sensibilidade deve-se, provavelmente, ao fato de o dosímetro tornar-se mais transparente à luz. Outro fator que influencia a sensibilidade TL é a concentração de Mg, conforme pode-se ver na Figura 3, onde um aumento na concentração de Mg acarreta um aumento na sensibilidade. Para concentrações superiores a 400 ppm de Mg possivelmente haverá saturação e a sensibilidade decrescerá devido à ini-

ciação por concentração, pois o Mg para ser um centro de emissão efetivo deve ter um espaço livre mínimo de rede cristalina ao seu redor sem que outro átomo de Mg esteja presente. Deste modo, quando a concentração de Mg no dosímetro aumenta, a luminescência inicialmente aumenta, atinge um máximo e então começa a diminuir para incrementos na concentração devido à interação entre os átomos de Mg.

Em uma análise preliminar dos gráficos de sinal TL em função do tempo de sinterização e da concentração de Mg observa-se que o lote de dosímetros que apresentou melhor sensibilidade foi o dopado com 400 ppm de Mg e sinterizado no intervalo de 3 h a 6 h. Diversos dosímetros provenientes desse lote e sinterizados durante 3 h foram estudados para verificação da linearidade do sinal em função da exposição gama, investigando-se a curva de resposta TL em função da irradiação com ⁶⁰Co. Também estudou-se, pela curva de emissão TL, a estabilidade à temperatura ambiente. Além disso, a uniformidade na produção, a resistência ao manuseio e a reutilização dos dosímetros foram investigadas.

Uma comparação entre as sensibilidades TL dos dosímetros sinterizados e dos TLD-100 extrudados foi feita, os resultados obtidos indicam que os TLD-100 apresentam sensibilidade da ordem de 30% maior, isto devido, principalmente, à presença de titânio (Ti) como material dopante além do Mg, pois o Ti é essencial na produção de altas sensibilidades TL⁽⁶⁾. Os valores encontrados para as sensibilidades estão tabulados na Tabela 1, onde a resposta TL foi normalizada para o dosímetro extrudado.

Tabela 1
SENSIBILIDADE RELATIVA DOS DOSÍMETROS SINTERIZADOS E DOS TLD-100 EXTRUDADOS.

Amostra	Peso (Mg)	Resposta TL (valor medido)	Resposta TL (valor medido/peso dosímetro)
1 — TLD-100 extrudado	30	30	1
2 — Dosímetros sinterizados	150	105	0,7

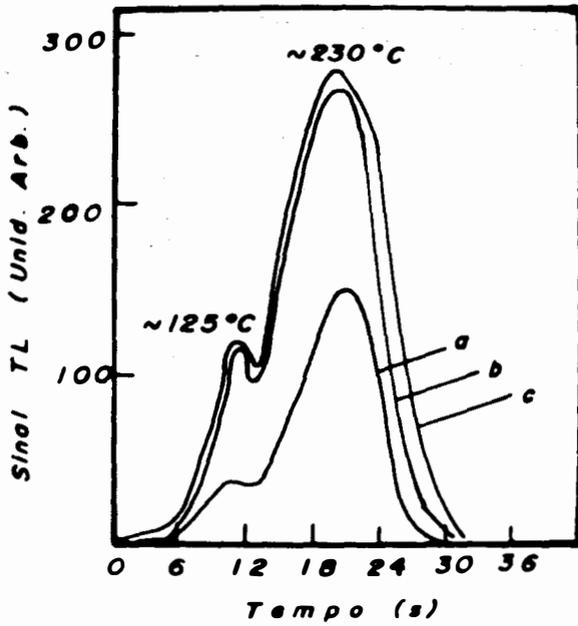


Figura 1 — Curva de emissão dos dosímetros de LiF dopado com 400 ppm de Mg e sinterizados em tempos diferentes: a) 1h, b) 3h e c) 6h. Exposição: 1R

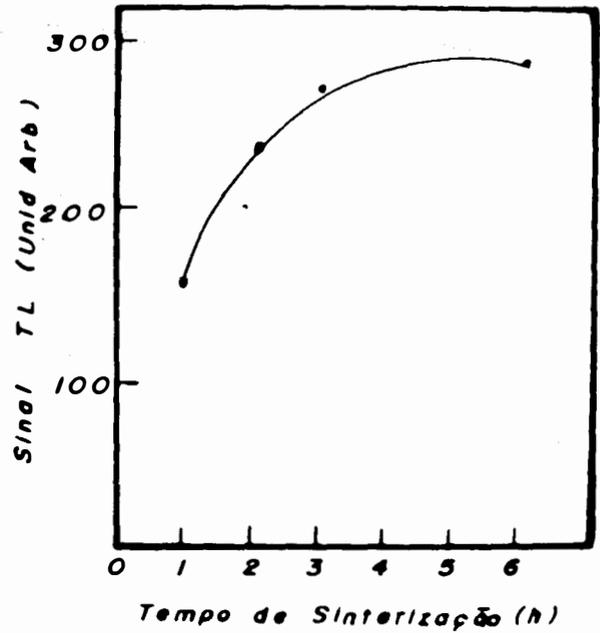


Figura 2 — Sensibilidade TL em função do tempo de sinterização para dosímetros de LiF dopado com 400 ppm de Mg e irradiados com 1R de radiação gama de uma fonte de cobalto-60.

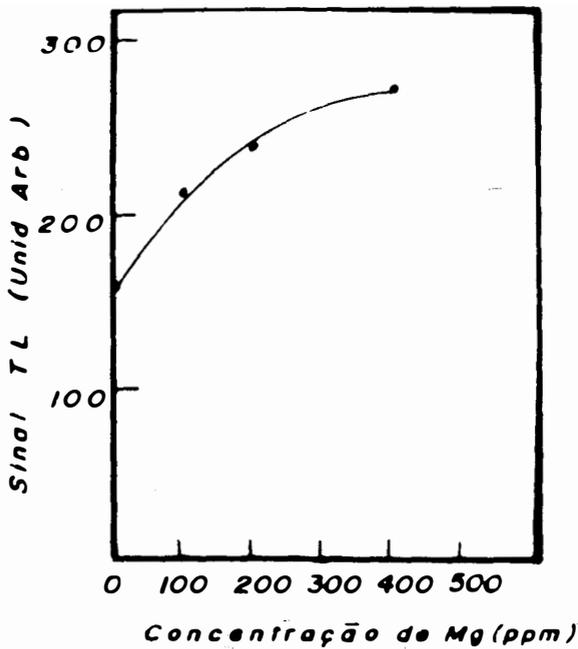


Figura 3 — Sensibilidade TL em função da concentração de Mg para dosímetros sinterizados durante 3h e expostos a 1R de radiação gama.

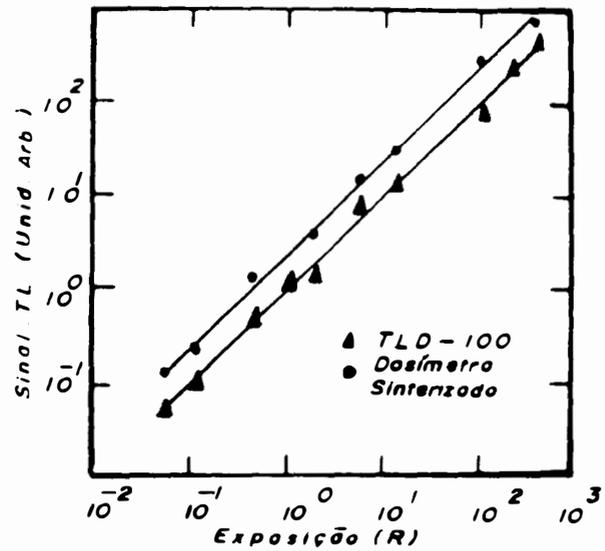


Figura 4 — Curva de resposta TL em função da exposição à radiação gama da fonte de cobalto-60 para o LiF (TLD-100 e dosímetro sinterizado).

A curva de resposta TL em função da irradiação apresentou linearidade no intervalo de 50 mR a 400 R, conforme se vê na Figura 4. Acredita-se que, para exposições inferiores a 50 mR, os dosímetros também apresentem resposta linear, pois estes possuem comportamento idêntico ao TLD-100 da Harshaw.

A curva de emissão obtida após expor os dosímetros a 1R de radiação gama, apresenta dois picos principais, um a baixa temperatura (125°C) e outro em uma temperatura mais elevada (230°C), sendo este último de maior intensidade.

A Figura 5 mostra a curva de emissão obtida para os dosímetros produzidos em nosso laboratório e para TLD-100. Analisando esta curva, em relação à temperatura do pico principal, pode-se concluir que o dosímetro sinterizado, assim como o TLD-100, apresentam boa estabilidade à temperatura ambiente, sendo desprezível o desvanecimento térmico desse pico, devido a sua alta temperatura.

No teste de uniformidade de produção, os dosímetros provenientes de diferentes fornadas, após serem irradiados e lidos, apresentaram um desvio padrão do valor médio menor que 10%, enquanto que para os TLD-100 o desvio foi de 14%. Isto mostra que a uniformidade de produção dos dosímetros foi boa em relação à dos TLD-100, de modo que o método utilizado proporciona a obtenção de dosímetros homogêneos provenientes de diferentes fornadas.

Os dosímetros, após compactados e sinterizados, apresentaram resistência ao manuseio equivalente aos TLD-100 extrudados, podendo ser manipulados sem qualquer problema de perda de pó.

Quanto à reutilização dos dosímetros sinterizados, estes, após serem submetidos a ciclos de irradiação-leitura-recozimento, cuja exposição variou de 1R a 10R para cada ciclo, nenhuma mudança na sensibilidade foi observada para dez ciclos repetidos. Conclui-se, então, que os dosímetros podem ser reutilizáveis por no mínimo dez vezes sem necessidade de recalibração. Para os TLD-100 é recomendada uma recalibração do sistema após 50 ciclos⁽⁷⁾. Na prática, os dosímetros termoluminescentes são reutilizáveis infinitas vezes, bastando para isso uma recalibração do sistema de leitura.

CONCLUSÃO

Este estudo mostrou que a sensibilidade TL dos dosímetros descritos é determinada essencialmente pelo teor de Mg e pelo tempo de sinterização. Mostrou também que os dosímetros sinterizados de LiF são baratos, praticamente tão sensíveis à radiação ionizante quanto os TLD-100 e fáceis de serem produzidos no país. Por essas características, temos certeza que os mesmos se qualificam para serem empregados, não somente na dosimetria pessoal, mas também em outras aplicações, podendo substituir, no Brasil, os TLD-100.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. CAMERON, J.R.; SUNTHARALINGAN, N. & KENNEY, G.N. — *Thermoluminescent Dosimetry*. The University of Wisconsin Press, 1968.
2. OBERHOFFER, M. & SCHARMANN, A. — *Applied Thermoluminescence Dosimetry*. Published for the Commission of the European Communities, EUR 6990 EN, 1981.

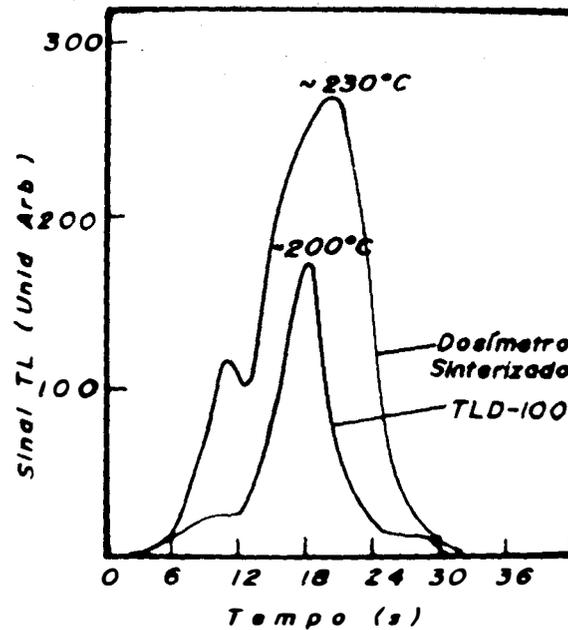


Figura 5 — Curva de emissão obtida para o TLD-100 e o dosímetro sinterizado, irradiados com 1R de radiação gama.

3. NIEWIADOMSKI, T. e col. — Sinterized TL Dosimeters. Proceeding of the Third International Conference on Luminescence Dosimetry, Riso Report n° 249, 1971.
4. NIEWIADOMSKI, T. — Pressure deformation and recovery of thermoluminescence in LiF. *Health Phys.* 31: 373, 1976.
5. BORGES, V. — Confecção de dosímetros termoluminescentes de LiF sinterizado. Rio Grande do Sul, Universidade Federal, 1983. Dissertação.
6. STOEBE, T.G. & WATANABE, S. — Thermoluminescence and lattice defect in LiF. *Phys. Stat. Sol. (a)* 29: 11, 1975.
7. WALD, J.; DEERD, L.A. & STOEBE, T.G. — Long term recycling characteristics of LiF (TLD-100) dosimeter material. *Health Phys.* 33: 303, 1977.

RADIOLOGIA BRASILEIRA

Volume 17, Número 3

Setembro/Dezembro, 1984

Órgão Científico do Colégio Brasileiro de Radiologia

325 P. 16
013 7566