

N.T. 99

S H I G U E O W A T A N A B E

SBI-IFUSP



305M810T0099

PROPRIEDADES DE TERMOLUMINESCÊNCIA DO LiF:Mg

Tese apresentada à Faculdade de  
Filosofia, Ciências e Letras da  
Universidade de São Paulo para  
obtenção do título de livre-do-  
cente.

Março de 1969



## PREFACIO

E' inútil querer convencer alguém da importância da Física Aplicada em nosso país, porque, não há quem não tenha consciência da mesma. Tem sentido, porém, insistir que, mais interesse e maior esforço sejam envidados para que, de fato ela seja posta em prática e número cada vez maior de físicos se especialize em algum ramo da Física Aplicada, porquanto, um reduzido número de pessoas a ela se dedica no momento.

A Física Aplicada é o elo entre a Física Básica e a Indústria, Medicina e outras atividades práticas. No mundo moderno em que vivemos, ela desempenha um importante papel de catalisador do progresso da Indústria, através das revoluções tecnológicas e renovações de produtos, bem como, através do desenvolvimento da tecnologia da astronáutica e tecnologia nuclear.

A Dosimetria da Radiação é, também, uma Física Aplicada, cujo avanço depende do conhecimento das propriedades físicas dos fenômenos em que se baseiam os métodos de medidas dosimétricas, bem como da necessidade e importância da dosimetria da radiação. Com o crescer do número de unidades radioterápicas, de reatores, de aceleradores de grande porte, dispensa-se qualquer comentário sobre essa importância e necessidade.

A dosimetria de termoluminescência é, das modalidades de medidas da radiação, a mais recente. O seu de

envolvimento e aperfeiçoamento dependem de desvendar as propriedades de termoluminescência dos fósforos, usados para êsse fim.

E' com a finalidade de contribuir com a obtenção de mais informações sôbre essas propriedades que, foi realizado êste trabalho.

O presente trabalho foi realizado com o auxílio concedido pelo Instituto de Energia Atômica.

Os nossos agradecimentos se estendem a tôdas as pessoas que, de alguma forma, estimularam para a realização desta tese. Em particular, lembramos os nomes dos srs. Profs. Rômulo Ribeiro Pieroni e Paulo Saraiva de Toledo, pelo encorajamento em iniciar os estudos da dosimetria, do pessoal científico da Texas Nuclear Corporation, em Austin, Texas, de quem recebí as primeiras noções sôbre a dosimetria de termoluminescência, do Dr. Peter R. Almond, pelas discussões sôbre uma parte do trabalho, do Dr. Robert J. Shalek, Diretor do Departamento de Física do M.D. Anderson Hospital e Tumor Institute da Universidade de Texas, em Houston, Texas, pela hospitalidade com que me recebeu, bem como por ter possibilitado o uso do material e laboratório para a pesquisa. Agradecemos, também, ao Departamento de Biologia Geral da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras, por ter possibilitado o uso da bomba de Césio, e ao Instituto de Energia Atômica pelo uso de material e equipamentos para a realização da parte final do trabalho.

## CAPITULO I

## INTRODUÇÃO

a. Considerações gerais

O uso de raios-X na clínica e terapêutica nos hospitais, a ocorrência de radiações nos reatores e nos laboratórios de Física e Química, o emprêgo de radiação nas pesquisas biológicas, médicas, oceanográficas, fisiológicas etc., e a aplicação da radiação na indústria e na agricultura, estão se tornando cada vêz maior e mais importante. Em todos êsses casos, tanto do ponto de vista da sua utilização controlada, como da proteção contra o perigo que a radiação apresenta, a dosimetria da radiação ocupa um lugar destacado.

Um progresso relativamente pequeno foi, porém, verificado no período inicial desde que o raio-X entrou em uso prático. Não havia instrumentos de medida adequados e nem unidades apropriadas. Por cêrca de 40 anos, os únicos medidores de radiação eram a câmara de ionização acoplada a um eletrômetro e as emulsões fotográficas. Qualquer progresso significativo em dosimetria teve lugar nos últimos 20 anos, incluindo a dosimetria química e a dosimetria baseada na interação da radiação com os sólidos, isto é, cristais, pós policristalinos, vidros, plásticos e líquidos solidificados.

A dosimetria do "estado sólido" baseia-se em um dos seguintes fenômenos:

- 1) coloração ou descoloração;
- 2) radiofotoluminescência;
- 3) termoluminescência;
- 4) degradação da luminescência;
- 5) outros (como a variação da condutividade, emissão exoeletrônica, variação dos sinais ESR, enegrecimento de chapas fotográficas e etc.).

A dosimetria termoluminescente e a dosimetria radiofotoluminescente, especialmente a primeira, estão se desenvolvendo rapidamente, devido a várias vantagens que elas apresentam sobre outros métodos existentes. A seguir, enumeramos algumas das vantagens da dosimetria termoluminescente (TLD):

A) a TLD cobre um intervalo grande de dose de exposição, indo desde mR até MR;

B) o dosímetro é de tamanho diminuto, possibilitando o seu uso em monitoração pessoal, em dosimetria in-vivo etc.;

C) ela pode ser usada na dosimetria de raios alfa, beta, partículas mesônicas carregadas, protons e em alguns casos de neutrons;

D) os dosímetros são de custo relativamente baixo.

O efeito da radiação ionizante na matéria é, claro, a ionização. A maior parte da energia absorvida

transforma-se em calor e uma pequena parte é usada para romper as ligações químicas. Em muitos cristais isolantes, uma fração pequena da energia absorvida da radiação é armazenada em estados metastáveis do cristal. Aquecendo o cristal, a energia armazenada pode ser libertada sob a forma de luz visível. O fenômeno da liberação de ftons por aquecimento recebe o nome de TERMOLUMINESCÊNCIA (TL).

(1) Esse fenômeno já havia sido observado em 1663 por Boyle em diamantes e em fluoritas (\*). O seu uso na dosimetria da radiação data, porém, de época recente. Essa possibilidade foi, pela primeira vez, sugerida por Daniels (2), em 1950. O seu grupo desenvolveu uma instrumentação para esse fim (3,4). Como uma das primeiras aplicações, Daniels e seus colaboradores mediram a radiação proveniente do teste de uma bomba. A TLD foi, também, utilizada por Daniels, em Oak Ridge, na dosimetria in-vivo, na medida da dose de radiação do iodo radioativo, ingerido por um paciente.

O trabalho de Daniels foi interrompido em 1956 para ser retomado em 1960 por Cameron que, num período de 7 a 8 anos, apresentou uma quantidade considerável de contribuições na pesquisa das propriedades de termoluminescência do LiF:Mg, no que se refere aos efeitos de recozimento térmico (annealing), à sensibilidade e sensibilização do LiF, e ao esclarecimento de alguns aspectos do mecanismo desse fenômeno.

---

(\*) - Uma bibliografia extensa sobre a história da termoluminescência pode ser encontrada na referência (1).

Nos fins da década de 1950, o grupo do Naval Research Laboratory, chefiado por Schulman, publicou um trabalho sobre o uso do fluoreto de cálcio artificial, contendo Mn como ativador, como um dosímetro termoluminescente<sup>(5)</sup>. Na mesma época, Schön, na Alemanha, estava tentando usar o mesmo material para o mesmo fim. Nesse período, os cientistas soviéticos Nosenko e outros e os alemães Houtermans e Atauffer estavam trabalhando em TLD. Na Bélgica, o grupo de MBLE (Manufacture Belge de Lampe et de Matériel Electronique) desenvolveu, em 1962, dosímetros de pessoal baseados no fluoreto de cálcio natural. Desde então, o interesse por TLD tem crescido muito, em vários países do mundo, observando-se um rápido progresso na pesquisa das propriedades de termoluminescência, bem como da sua aplicação à dosimetria da radiação e a consequente utilização na Medicina, Biologia, Agricultura, proteção radiológica e outros fins.

Uma bibliografia mais ou menos completa sobre o assunto pode ser encontrada nas referências (1) e (2).

#### b. Modelo simples da termoluminescência

Não existe, ainda, uma teoria física ou química da termoluminescência, mas, ela pode ser explicada qualitativamente em termos dos defeitos e impurezas nos cristais iônicos.

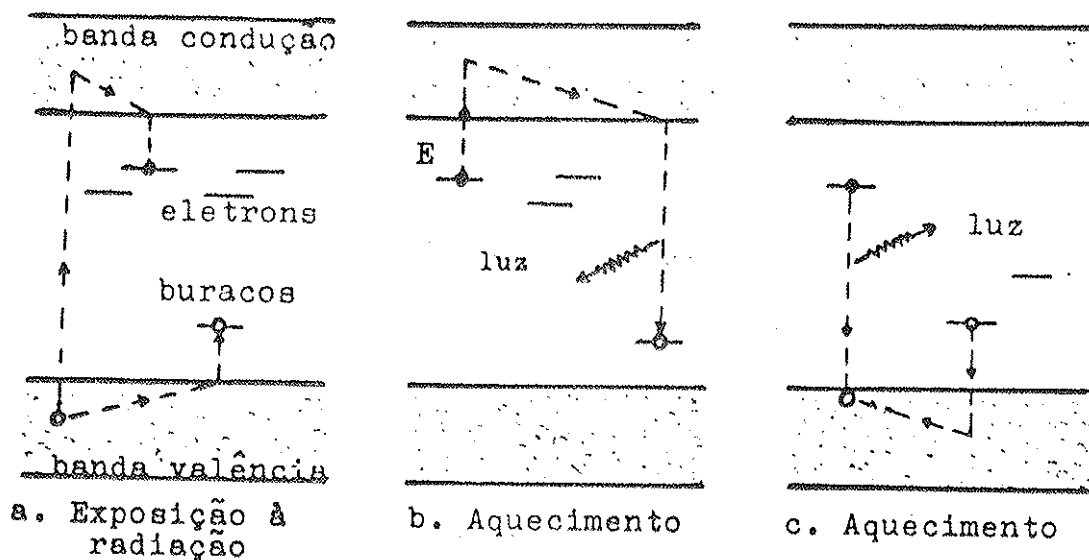


Fig. I-1

A Fig. I-1 mostra um diagrama de nível de energia de um cristal de halogeneto alcalino, contendo vacâncias e impurezas. Quando o cristal absorve uma radiação, alguns elétrons da banda de valência são libertados e atingem a banda de condução, deixando buracos na primeira banda. Nesse estado, tanto os elétrons como os buracos são livres e vagueiam pelo cristal até se recombinarem ou serem capturados em estados metastáveis, criados por vacâncias ou impurezas. Esses estados metastáveis, chamados ARMADILHAS, se localizam no intervalo proibido de energia, entre as bandas de valência e de condução. Quando o cristal é aquecido, ou o elétron, capturado na armadilha, recebe uma energia suficiente para ser libertado e se move através do cristal até encontrar um centro de recombinação, quando emite a luz, ou o mesmo acontece com um buraco capturado, se este for menos estável que o elétron capturado.



### c. Principais características da termoluminescência

#### c-1. Curva de emissão (glow curve)

O gráfico da TL em função da temperatura ou tempo recebe o nome de curva de emissão. Uma curva típica de emissão do LiF:Mg pode ser vista na Fig. I-2. A forma da curva depende do aquecimento por unidade de tempo, bem como do aparelho detetor da luz emitida. O ideal é ter um aquecimento linear em tempo. A curva de emissão é o que melhor caracteriza um fósforo termoluminescente. A área debaixo da curva é proporcional à TL total emitida pelo fósforo, por isso, ela é usada para a medida da TL. Cada pico na curva indica um tipo de armadilha, e a temperatura em que êle ocorre está diretamente ligada à profundidade da armadilha em energia, contada a partir da base da banda de condução. A altura do pico é, também, proporcional à TL.

#### c-2. Sensibilidade

A sensibilidade termoluminescente de um fósforo é medida pela quantidade de luz emitida por uma dada massa do mesmo e por unidade de dose de exposição a que foi exposto. O limite inferior da sensibilidade útil de um fósforo depende dêste e do aparelho de leitura. O limite superior depende só do fósforo e está relacionado à danificação radioativa.

#### c-3. Curva da resposta à dose de exposição

Se a quantidade de luz, emitida por um fósforo, for proporcional à dose de exposição a que foi exposto, a calibração do mesmo e o seu uso como dosímetro seriam simples.

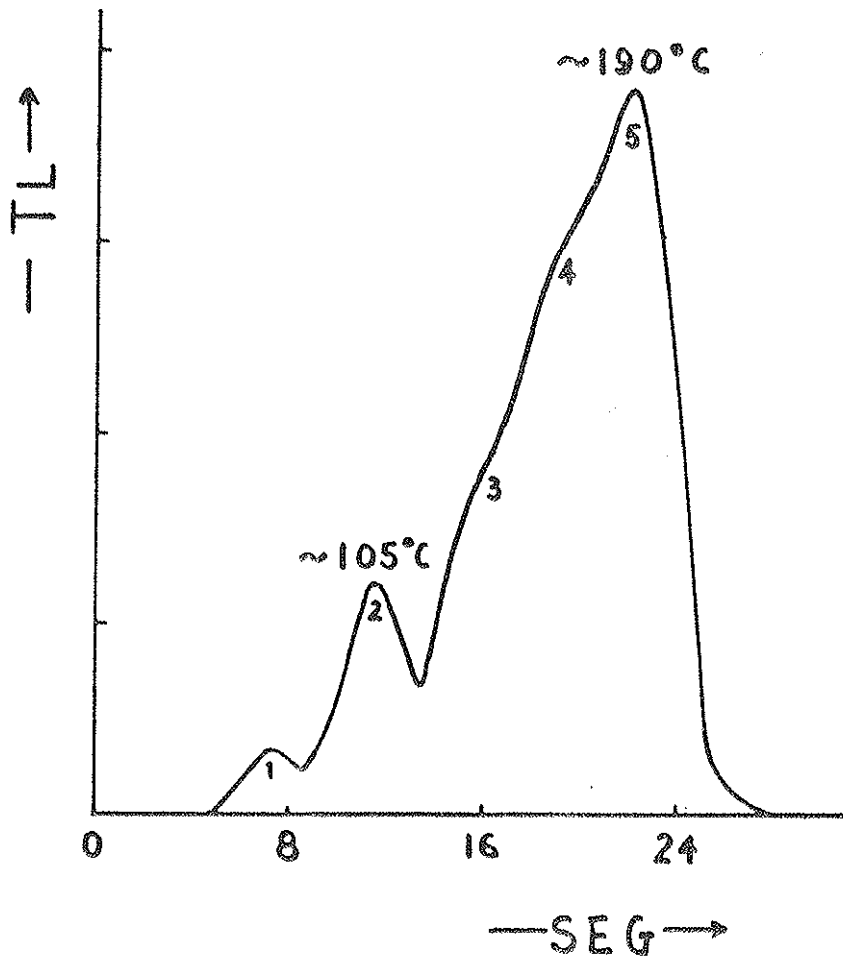


Fig. I-2 Curva de emissão do LiF recozido a  $400^{\circ}\text{C}$  por uma hora.

O fluoreto de lítio e o borato de lítio, dentre os fósforos TL conhecidos, são os que não respondem linearmente à dose de exposição. Para doses de exposição superiores a cerca de 700R a 900R no LiF, e a cerca de 150R no borato de lítio, a TL é maior do que o valor linear, porisso, êsse comportamento dêsses fósforos recebeu o nome de supralinearidade.

#### c-4. Dependência com a energia da radiação

A termoluminescência, para uma dada dose de exposição, depende da energia da radiação que a causa, quando essa energia fôr inferior à cerca de 150 kev. Isto é devido ao fato de que, o processo predominante de absorção a essas energias é o efeito fotoelétrico. Como êste é dependente do número atômico Z do absorvente, a quantidade de luz emitida por unidade de dose de exposição, para uma dada energia da radiação, é também, uma função de Z. Assim, se o fósforo tiver um Z efetivo muito maior que o do ar ( $\sim 7,64$ ), a dependência da TL com a energia da radiação é bem acentuada, e se fôr da ordem de 7,64, a TL tem uma fraca dependência com a energia.

#### c-5. Estabilidade à temperatura do ambiente

A emissão da TL pode se dar parcial ou totalmente à temperatura do ambiente, no decorrer do tempo. Para fins de dosimetria, é importante que a emissão espontânea não ocorra, ou que se dê muito lentamente, digamos, com uma meia vida de vários anos.

d. Fluoreto de lítio ativado com o Magnésio

d.1. Considerações gerais

O LiF:Mg é, atualmente, o fósforo termoluminescente mais amplamente usado na dosimetria TL, e isto se deve aos trabalhos de Daniels e Cameron. A Fig.I-2 mostra uma curva de emissão desse fósforo, quando este é recozido a 400°C por uma hora, antes de ser irradiado. A leitura da TL foi feita logo depois da irradiação. O primeiro pico ocorre a cerca de 55°C, o segundo a ~105°C, o terceiro a ~137°C, o quarto a ~169°C e o quinto a ~190°C. Como já mencionamos, a temperatura de um pico está relacionada à profundidade da armadilha e, portanto, à sua meia vida e à estabilidade. Assim, o pico 1 tem uma meia vida de aproximadamente 5 minutos, o pico 2 de cerca de 10 horas, o pico 3 de ~0,5 anos, o pico 4 de ~7 anos e o pico 5 de ~80 anos, conforme as determinações de Zimmerman et al.<sup>(6)</sup>. Os picos 4 e 5 são, por isso, os mais apropriados para a dosimetria.

d-2. Recozimento pré-irradiação (pré-cozimento)

Um estudo bem extenso dos efeitos de recozimento na TL do LiF foi conduzido por Zimmerman et al.<sup>(6)</sup> Esse fósforo é o que possui uma extraordinária riqueza,

quanto a propriedades que dependem de recozimento anterior ou posterior à irradiação. O LiF:Mg contendo o lítio em sua proporção isotópica natural (7,5% de  $^6\text{Li}$  e 92,5% de  $^7\text{Li}$ ), preparado pelo Harshaw Chemical. Co., U.S.A., é o mais usado na prática e recebeu o nome de TLD-100.

Uma quantidade suficiente de TLD-100, recozida a  $400^\circ\text{C}$  por uma hora, foi dividida em várias porções, que foram submetidas a novo recozimento isotérmico a diferentes temperaturas, por tempos que variaram entre 15 minutos e 48 horas. As amostras retiradas do forno foram, em todos os casos, esfriadas rapidamente, e depois irradiadas a uma dose teste de 100R. As curvas de emissão obtidas, após o tratamento acima descrito, se encontram na ref.(6). Segue abaixo o resumo do resultado.

A) O pré-cozimento a cerca de  $80^\circ\text{C}$  é caracterizado pelo fato dos picos 1,2 e 3 diminuírem de tamanho a medida que o tempo de recozimento aumenta, desaparecendo, quase que completamente, acima de 20 horas. Os picos 4 e 5 sofrem uma redução da ordem de 5%. Por essa razão, na dosimetria, o LiF é normalmente recozido a  $400^\circ\text{C}$  por uma hora, seguido de  $80^\circ\text{C}$  por 24 horas.

B) A medida que a temperatura de recozimento aumenta, os picos 4 e 5 decrescem com o tempo de recozimento, enquanto que os picos 2 e 3 tornam-se proeminentes. A uma temperatura de recozimento de  $\sim 125^{\circ}\text{C}$ , o pico 2 cresce na primeira hora. Depois de 4 horas o pico 1 atinge uma altura, que é metade da do pico 2. Em 7 horas o pico 5 é removido quase completamente (em 48 horas a  $110^{\circ}\text{C}$ ) e um novo pico, que foi chamado de 6 pelos autores da ref.(6), pode ser observado.

C) A  $175^{\circ}\text{C}$ , o pico 2 cresce rapidamente, atingindo uma altura máxima igual a cerca de 4 vezes a altura original, em 3 horas de recozimento. Os picos 4 e 5 desaparecem após este tempo, mas, o pico 6 não aparece.

D) O pré-cozimento a  $280^{\circ}\text{C}$  ou a  $400^{\circ}\text{C}$  por um tempo inferior a 24 horas, praticamente, não afeta a forma e o tamanho da curva de emissão. É interessante observar que, o recozimento a  $400^{\circ}\text{C}$  por uma hora recupera as condições originais da amostra, que porventura ha ja sofrido qualquer das modificações descritas em A), B) ou C).

#### d-3. Recozimento pós-irradiação (pós-recozimento)

Um dos efeitos de aquecimento do fósforo já irradiado é, claro, o de esvaziar parcial ou totalmente as armadilhas. Por exemplo, um pós-recozimento a

cêrca de 100°C por 10 minutos remove completamente os picos 1, 2 e 3 sem praticamente afetar os picos 4 e 5. Além dêsse efeito, o pós-recozimento produz outros, alguns dos quais foram observados e reportados por Zimmerman et al.

Após a remoção dos picos 1, 2 e 3, por aquecimento a 100°C por 10 minutos de alguns cristais de LiF, irradiados a raios gama de 100R, Zimmerman et al. submeteram os cristais a pós-recozimento a 132°C por períodos variáveis. Evidentemente, os picos 4 e 5 decaíram com o tempo, mas, o que há de notável é o aparecimento "gradual do pico 6" (v. Fig. 11 da ref. (6)). No Capítulo III veremos e discutiremos a respeito dêsse aparecimento "gradual do pico 6".

Um outro efeito de pós-recozimento será visto na próxima sub-seção, relacionado com a sensibilização do LiF.

#### d-4. Sensibilização do LiF

Na seção c. mencionamos que, para doses de exposição superiores a cêrca de 700R a 900R, a resposta TL do LiF deixa de ser linear. De cêrca de 900R a  $10^5$ R temos a região de supralinearidade. Acima de  $\sim 10^5$ R o fóforo começa a sentir o efeito do dano radioativo.

Com relação a supralinearidade, Cameron et al.<sup>(7)</sup> efetuaram o seguinte tipo de medidas. Uma certa quantidade de de TLD-100 em pó, recozido a 400°C por uma hora, foi

dividido em 2 grupos. O primeiro foi irradiado a 100R e a sua TL determinada em seguida, tomando a altura do pico 5 como medida da TL. Esse valor foi chamado de  $S_0$ . O segundo grupo foi subdividido em vários outros, que foram irradiados a diferentes doses de exposição, variando de  $10^2R$  a  $10^6R$ . Estes foram, então, recozidos a  $280^\circ C$  por uma hora, em seguida irradiados a dose teste de 100R e lidos (leitura S). A razão  $S/S_0$  em função da dose prévia de sensibilização (Fig.9 da ref.(7)), mostra que o material, previamente irradiado a cerca de  $10^5R$ , apresenta uma sensibilidade aumentada por um fator de 5 a 6. O limiar da dose de sensibilização é aproximadamente de  $10^3R$ ; para doses maiores do que  $10^5R$  há queda de sensibilidade devido ao dano radioativo.

d-5. Correlação com alguns dos outros fenômenos observados nos cristais de halogenetos alcalinos

Como foi visto na secção b., uma explicação qualitativa geral do fenômeno de termoluminescência pode ser dada em termos de armadilhas localizadas nos defeitos ou impurezas do cristal. Embora para o LiF puro, a natureza detalhada de muitos dos defeitos induzidos pela radiação já seja conhecida, a minúcia do mecanismo da termoluminescência não foi ainda desvendada. Graças, porém, aos trabalhos de Johnston<sup>(8)</sup>, Pilcher, Schinke e Friauf<sup>(9)</sup>, Christy, Johnson e Wilbarg<sup>(10)</sup>, Claffy<sup>(11)</sup> e Klick, Claffy, Gorbics, Attix, Schulman e



Allard<sup>(12)</sup>, sabemos que agrupamentos de  $Mg^{2+}$  e vacância de cation constituem centros de captura de buracos que, com o aquecimento do cristal, serão libertados e se recombinaem com os eletrons do centro F. Além disso, foi reconhecido que o pico de TL, que ocorre a  $105^{\circ}C$ , provem da mesma armadilha, que dá origem à banda de absorção a  $3800\text{Å}$ , o de  $210^{\circ}C$  (êste é o pico de  $190^{\circ}C$  no trabalho de Zimmerman et al.) está associado à banda de  $3400\text{Å}$  e o de  $280^{\circ}C$  à de  $3100\text{Å}$ . Sabe-se ainda que, o complexo responsável pelo pico 2 consiste do ion  $Mg^{2+}$  agregado à vacância de cation, no qual é capturado um buraco.

Na tentativa de obter informações adicionais ligadas à termoluminescência, Cameron e seus colaboradores<sup>(13)</sup> estão investigando o efeito de um campo elétrico na absorção ótica de alguns dos centros de côm, a condutividade elétrica dos eletrons de termoluminescência, e medidas da velocidade de difusão dos ions de lítio.

#### e. Objetivos do presente trabalho

Até o presente momento, os outros investigadores no assunto têm concentrado suas atenções nos picos 4 e 5, chamados dosimétricos ou principais, por serem êles os mais apropriados para a dosimetria prática. Tendo em vista a possibilidade de que, estudos dos picos de temperaturas baixas podem concorrer para a elucidação de uma fase do processo de termoluminescência, propuzemo-nos a executar essa tarefa.

A fim de eliminar a interferência dos picos 4 e 5, fizemos uso do recozimento a  $175^{\circ}\text{C}$  por um tempo superior a 3 horas, processo êsse que, como já vimos, remove os picos principais.

Tivemos, também, em mente, investigar mais amplamente os efeitos de recozimento pré ou pós-irradiação, com a esperança de obter maiores informações sôbre o mecanismo da termoluminescência, bem como melhorar as técnicas de do simetria.

Outrossim, foi examinada a ocorrência simultânea da supralinearidade de todos os picos, pois, tal estudo po de revelar a existência ou não da competição entre as diversas armadilhas, na captura de buracos.

Se é verdade que, pouca atenção foi dispensada aos picos de temperaturas baixas, é também verdade que, ain da menor atenção foi dada ao pico de  $280^{\circ}\text{C}$ . Além do trabalho já citado na ref. (12) em que, o pico de  $280^{\circ}\text{C}$  foi associado à banda de absorção a  $3100\text{Å}$ , o único outro que menciona algum estudo sôbre o pico de  $280^{\circ}\text{C}$  é o de Jones e Martin<sup>(14)</sup>. Aliás, como veremos depois, o pico de  $280^{\circ}\text{C}$  aparece, também, na curva de emissão, quando o LiF é irradiado com raios alfa, raios beta e neutrons. Jones e Martin observaram que a supralinearidade dêsse pico é bem mais pronunciada que a do pico 5, principalmente acima de 100 KR, e su geriram o seu uso na detecção de doses da ordem de MR.

Êsse fato nos sugere que, altas doses são capazes

de sensibilizar o pico de 280°C por um fator consideravelmente maior que o de outros picos. Investigamos, por isso, as propriedades do pico em questão, no que concerne a sua supralinearidade, bem como a possibilidade de utilizá-lo na dosimetria de baixas doses, da ordem de alguns mR, após a sua sensibilização.

## CAPITULO II

PROPRIEDADES DE TERMOLUMINESCÊNCIADOS PICOS 2 e 3a. Material e métodos experimentais

O fluoreto de lítio, usado na dosimetria termoluminescente, pode ser encontrado com diferente composição isotópica do lítio. Já tivemos a oportunidade de mencionar que, com o rótulo de TLD-100, o mais usado, o fluoreto de lítio encerra o lítio na sua abundância natural. A Tabela II-1 abaixo, dá as abundâncias isotópicas do lítio nos 3 tipos diferentes desse fósforo, que se encontram comercialmente.

Tabela II-1

Tipo de fósforo	${}^7\text{Li},\%$	${}^6\text{Li},\%$
TLD-100	92,5	7,5
TLD-600	4,38	95,62
TLD-700	99,99	0,01

TLD-600, devido à alta porcentagem de  ${}^6\text{Li}$  que contém, e devido a uma seção de choque extremamente alta para neutrons térmicos em  ${}^6\text{Li}$  (950 barns), é muito útil na dosimetria de neutrons térmicos. O TLD-700 interage muito fracamente com os neutrons térmicos, mas, no estudo dos efeitos de neutrons rápidos, este é preferível sobre aquele, ou mesmo sobre o TLD-100.

Na investigação de que se trata o presente capítulo, foram usados o TLD-700 em pó de Harshaw e dosímetros em miniatura - os mini-dosímetros - TL-23, que são de  ${}^7\text{LiF}$ , da fabricação de Edgerton, Germeshausen & Grier, Inc., U.S.A. (EG&G). Os mini-dosímetros consistem de um tubo cilíndrico de vidro pyrex de 1,4mm de diâmetro por 12mm de comprimento, contendo 10 mg de  ${}^7\text{LiF}$  em pó. Devido ao seu tamanho diminuto e a facilidade em esterilizá-los, êsses dosímetros são apropriados para medidas in-vivo das doses de radiação. O pó de TLD-700 foi encapsulado em cápsulas de polietileno ou teflon (de CON-RAD Laboratories, U.S.A.) de 5mm de diâmetro, 17mm de comprimento e 1mm de espessura da parede.

Os fósforos foram todos recozidos a  $400^\circ\text{C}$  por uma hora, e depois a  $175^\circ\text{C}$  por tempo que variou entre 9 e 17 horas, a fim de remover os picos principais.

Duas fontes de raios gama de  ${}^{137}\text{Cs}$  (\*), uma emitindo a radiação na razão de 50,5rad/min e a outra, na razão de 7600rad/min, foram utilizadas na irradiação dos fósforos.

Para medir a termoluminescência de uma amostra irradiada, necessitamos de um sistema de aquecimento, um

---

(\*) O material e equipamentos, usados nas medidas relatadas neste capítulo, pertencem ao M.D.Anderson Hospital and Tumor Institute da Universidade de Texas, Houston, Texas, U.S.A.

sistema de medida da luz, um integrador capaz de fornecer a quantidade total de luz emitida pelo fósforo e um registrador que traça a curva de emissão. A Fig.II-1 nos dá um diagrama em bloco de um sistema leitor de termoluminescência.

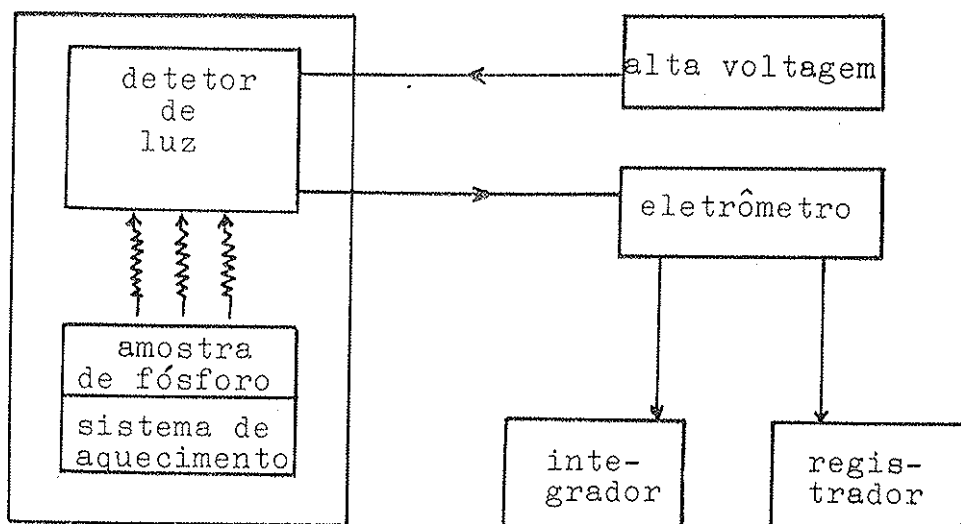


Fig. II-1 - Diagrama em bloco de um sistema leitor de TL.

A leitura da TL do TLD-700 foi efetuada no aparelho leitor de CON-RAD, que vem munido de um integrador, porém, desprovido de registrador. Um eletrômetro e um registrador foram adaptados para a obtenção das curvas de emissão. No leitor CON-RAD, a amostra a ser lida, cuja massa pode variar de ~10mg a ~50mg, é colocada numa plancheta de nichrome de alta resistividade, tendo uma dimensão de 29mm x 38mm, para o aquecimento.

A curva ideal de aquecimento é uma reta. No ca-

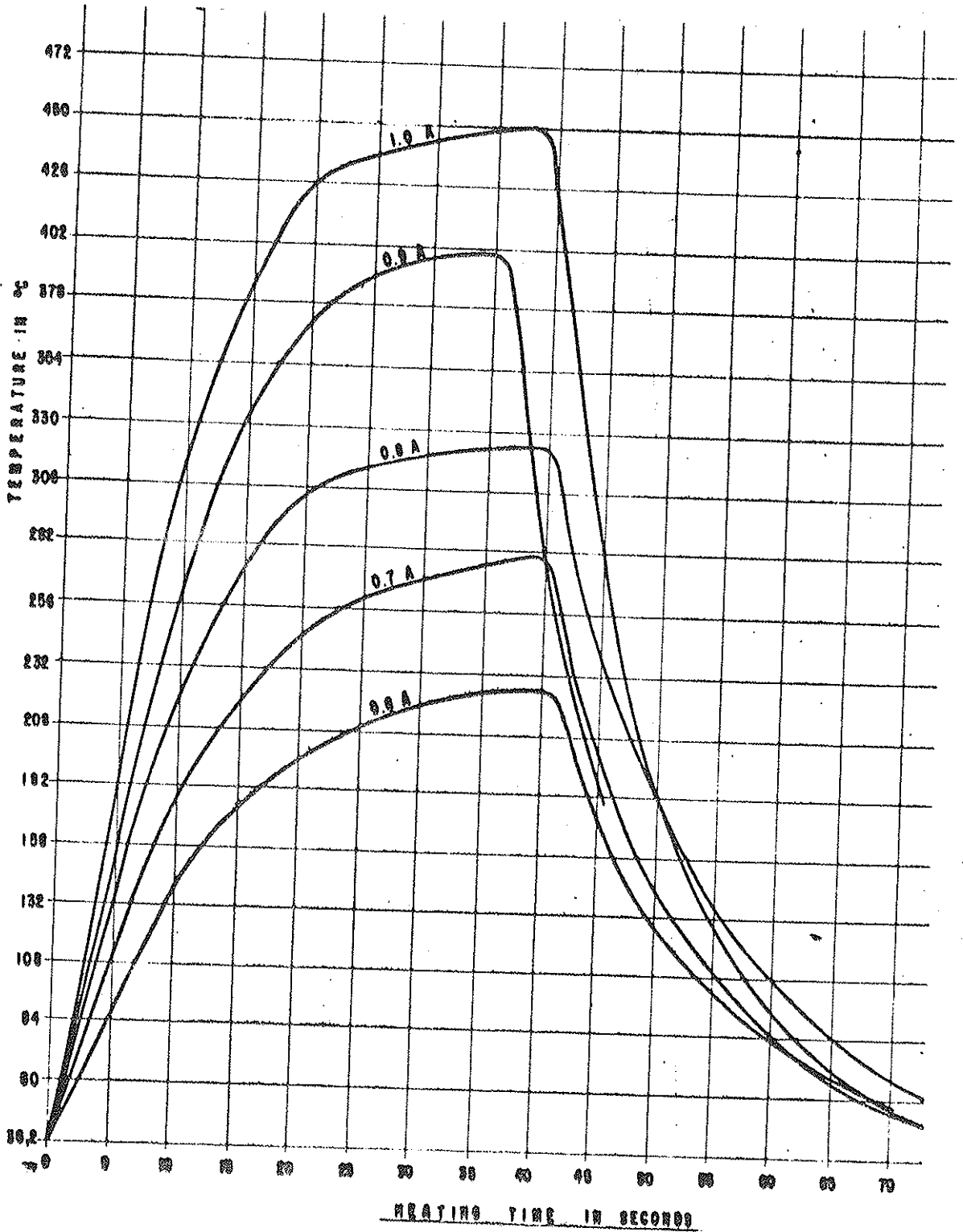


Fig. II-2 - Curvas de aquecimento da plancheta CON-RAD. 1,0A, 0,9A etc. indicam a corrente de aquecimento da plancheta.

so da plancheta CON-RAD, obtivemos as curvas apresentadas na Fig. II-2. As temperaturas em função do tempo foram medidas com um termo-par.

Para a leitura dos mini-dosímetros podem ser usadas planchetas especiais de CON-RAD com sulcos para receber os mini-dosímetros. Neste trabalho, porém, foi empregado o leitor modelo TL-3B de EG&G. Neste instrumento, no lugar de uma plancheta, usa-se um "read head adaptor", Fig. II-3. O mini-dosímetro é inserido no interior de um peque

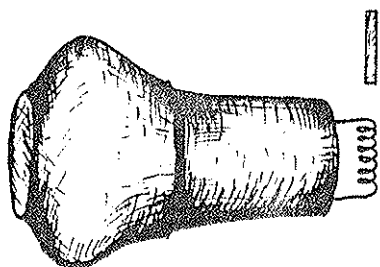


Fig. II-3 - Read Head Adaptor - EG&G.

no solenoide, para o aquecimento. Em contraste com o leitor CON-RAD, no qual a corrente de aquecimento pode ser variada desde cerca de 0,3A até 2A, no leitor EG&G a corrente de aquecimento é fixa para cada read head.

A Fig. II-4 mostra uma curva típica de emissão de TL-23, recozido a 400°C por uma hora e obtida no leitor EG&G. Nesse gráfico os picos ponte-agudos indicam apenas uma mudança de escala. Assim na curva da Fig. II-4, a primeira mudança de escala ocorre na passagem da escala de 50 mR, a segunda de 500 mR para 5 R. As escalas vão de 50 mR a 5000 R. Os picos arredondados são os picos de TL.

Na Fig. II-5, a curva a é a de emissão de um mini-dosímetro irradiado a 100rad, e b, a de um mini-dosímetro exposto a 500rad. Os dois mini-dosímetros foram re-



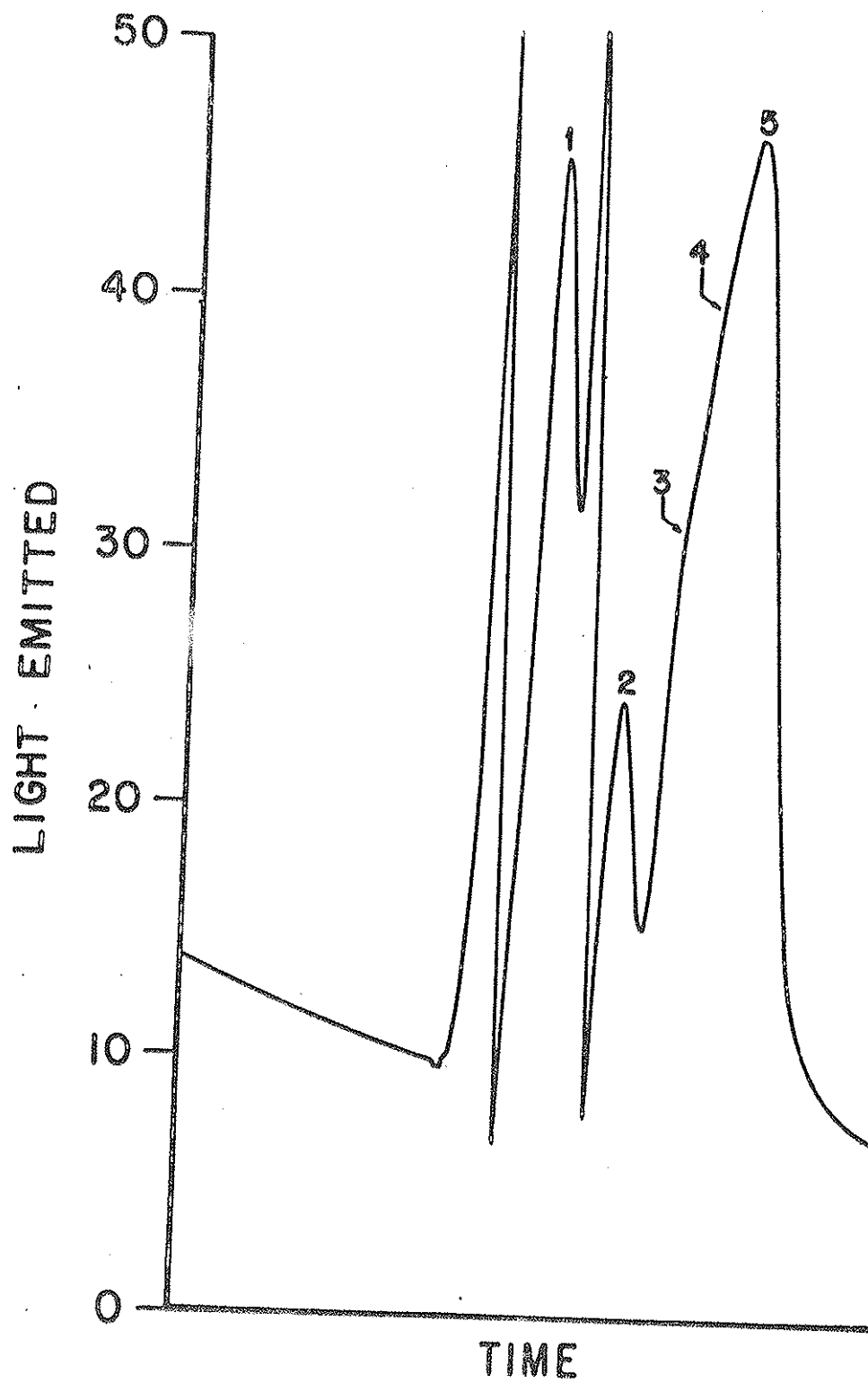


Fig. II-4 - Curva de emissão de um mini-dosímetro recozido a 400°C por uma hora e obtida no leitor EG&G.

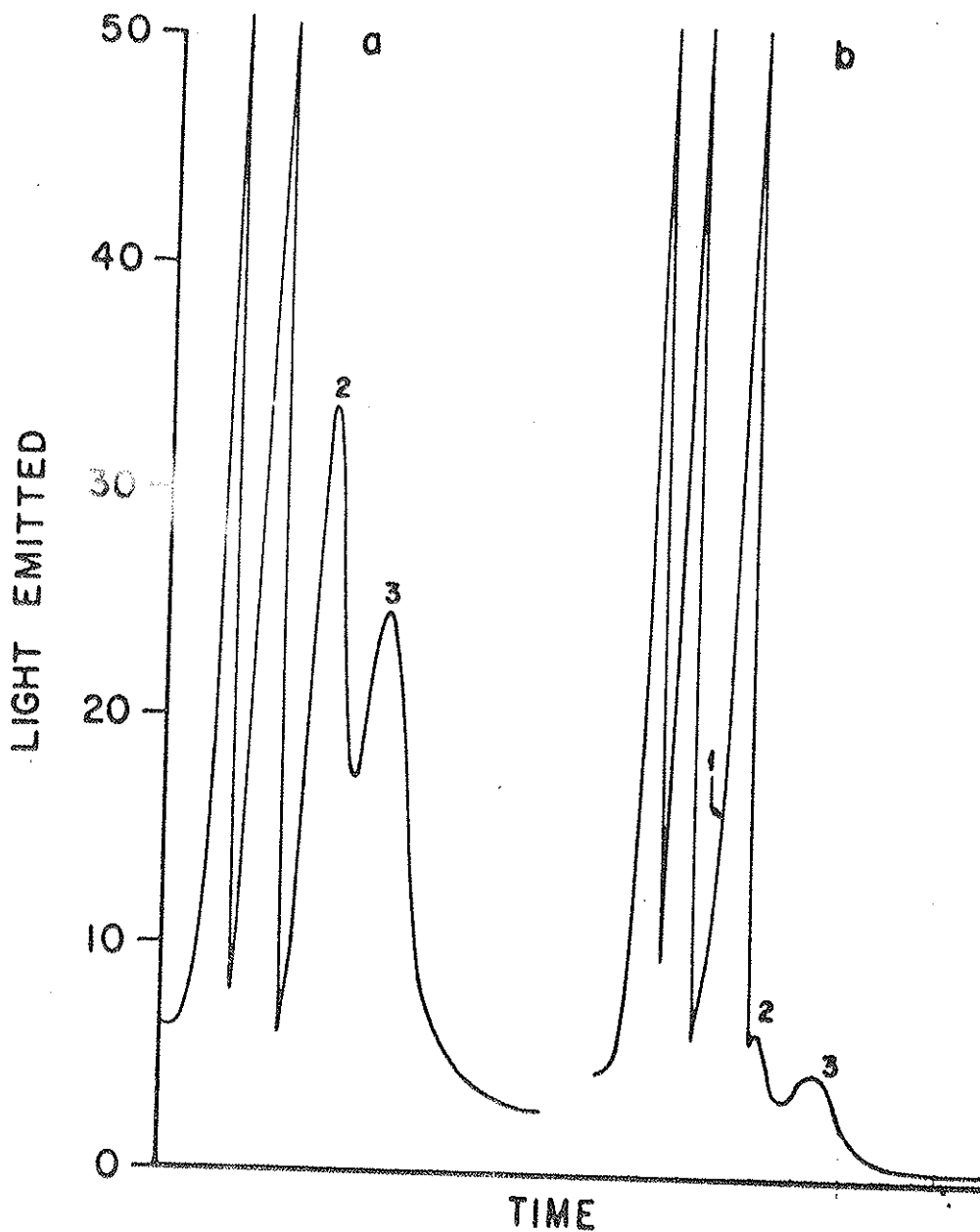


Fig. II-5- Curva a de emissão de um mini-dosímetro irradiado a 100 rad; curva b de emissão de um mini-dosímetro irradiado a 500 rad. Os dois dosímetros foram recozidos a 400°C por uma hora, seguido de 175°C por 16 horas.

cozidos a 175°C por 16 horas depois do recozimento a 400°C por uma hora. A ausência dos picos 4 e 5 é evidente.

b. Decaimento dos picos

Como nas medidas de TL dêste capítulo, a leitura foi feita 30 a 90 minutos depois da irradiação dos fósforos, foram estudadas as características de decaimento dos picos 1, 2 e 3. Várias amostras foram recozidas conforme foi mencionado em a., e foram irradiadas a 100rad e lidas em intervalos de tempo diferentes. As Figs. II-6 e II-7 apresentam a variação da TL dos mini-dosímetros individuais em função do tempo decorrido desde a irradiação até a leitura. Na Fig. II-8, cada ponto é uma média de 6 leituras.

Êsses resultados indicam que, exceto por uma flutuação intrínseca, o decaimento dos picos 2 e 3 é desprezível dentro de 120 minutos. O pico 1 decai rapidamente; após 30 minutos torna-se indistinguível.

c. Supralinearidade

20 cápsulas CON-RAD, cada uma contendo 174 mg de TLD-700, recozido conforme mencionamos em a., foram divididas em 10 grupos. Cada grupo foi irradiado com uma dose absorvida diferente, e depois foi dividida em 6 partes com 58 mg cada uma, para a leitura. Na curva de TL vs. rad, representada na Fig. II-9, cada ponto é, por-

tanto, uma média de 6 leituras.

Uma medida semelhante foi realizada com 54 mini-dosímetros, dividindo-os em 9 grupos de 6 cada um. Enquanto que no caso anterior, os picos 2 e 3 não foram resolvidos e usamos o valor integrado, no segundo, as alturas dos picos 2 e 3 foram consideradas. Em ambos os casos, uma supralinearidade semelhante àquela observada para os picos 4 e 5 foi, também, encontrada. A supralinearidade ocorre para doses absorvidas certamente superiores a 500 rad; a 1000 rad ela é perfeitamente visível. A supralinearidade do pico 3 é ligeiramente mais pronunciada que a do pico 2. Na Fig. II-10 temos as curvas de TL vs. rad do pico 2 (curva a) e do pico 3 (curva b).

#### d. Medidas de S e S/S<sub>0</sub>

Vários mini-dosímetros, recozidos apropriadamente, foram irradiados a diferentes níveis de dose variando de 10 rad a 400.000 rad. Para cada dose os mini-dosímetros foram divididos em três grupos. Um foi recozido a 280°C por meia hora, o segundo grupo, a 280°C por uma hora, e o terceiro, a 175°C por uma hora. Foram, então, expostos a uma dose teste de 100 rad e lidos 30 minutos depois.

As Figs. II-11, II-12 e II-13 mostram as curvas de S/S<sub>0</sub> em função da dose prévia para os três casos acima descritos. Novamente, cada ponto experimental é uma média de

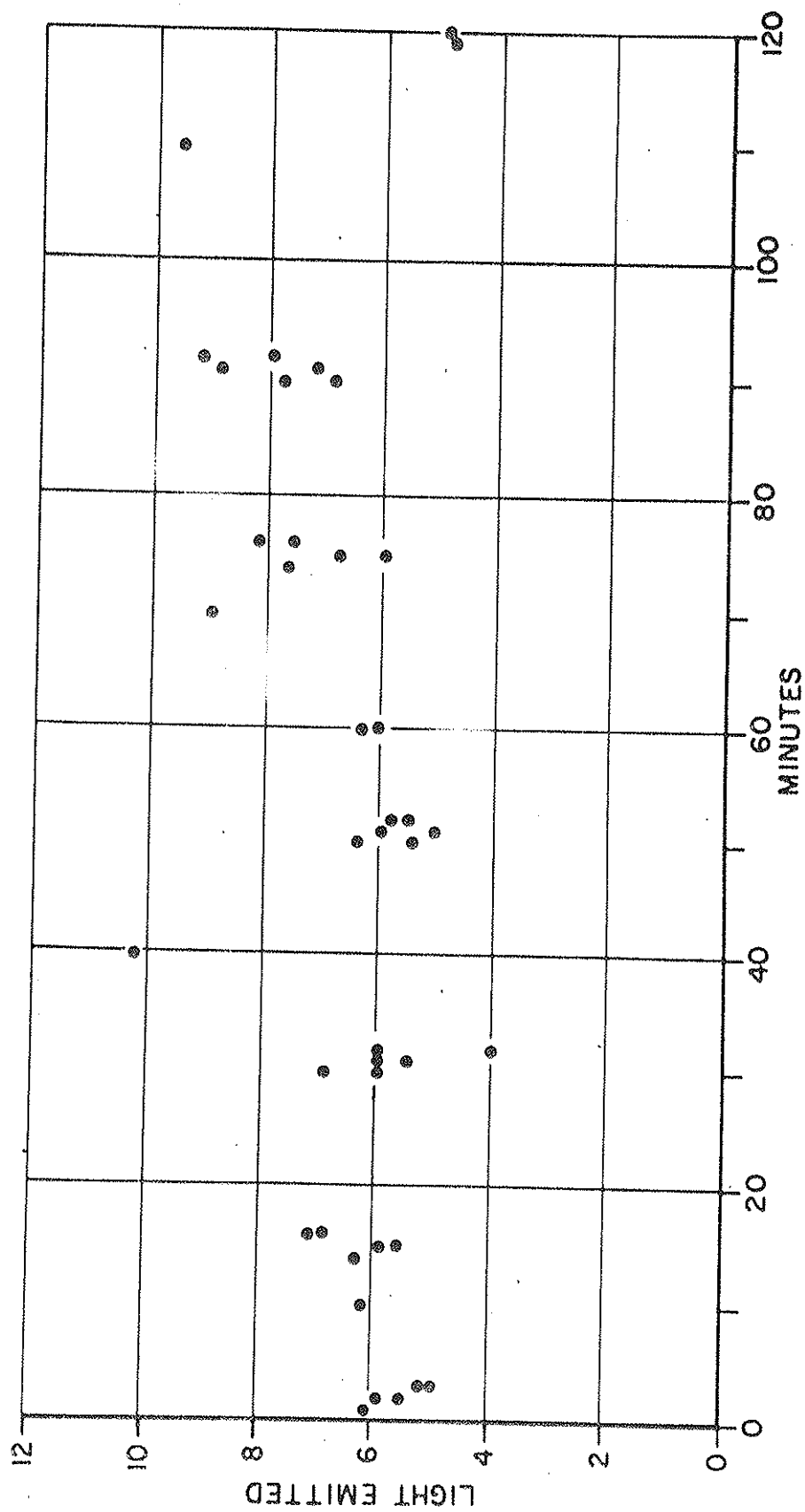


Fig. II-6 - Decaimento do pico 2 dentro de 2 horas em mini-dosímetros individuais.

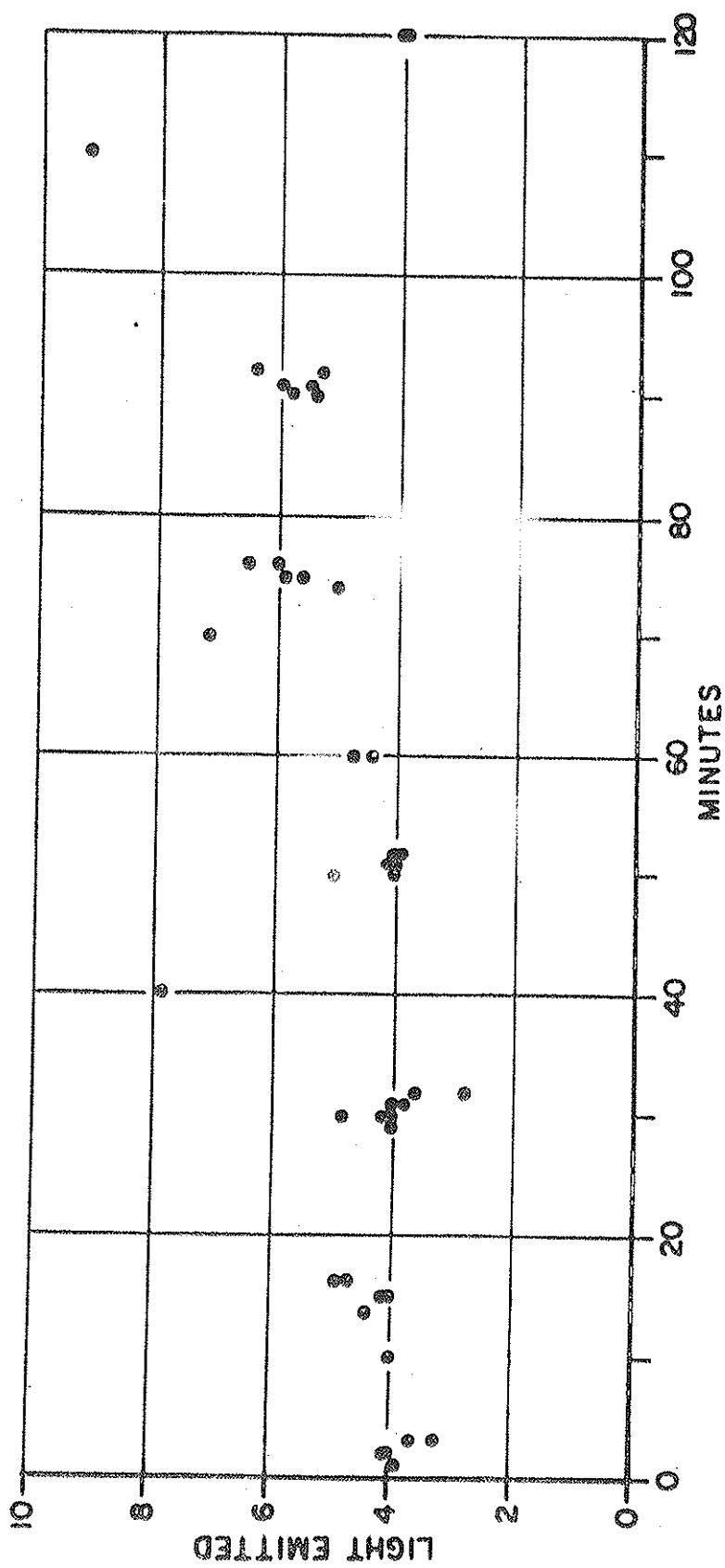


Fig. II-7 - Decaimento do pico 3 dentro de 2 horas em mini-dosímetros individuais.

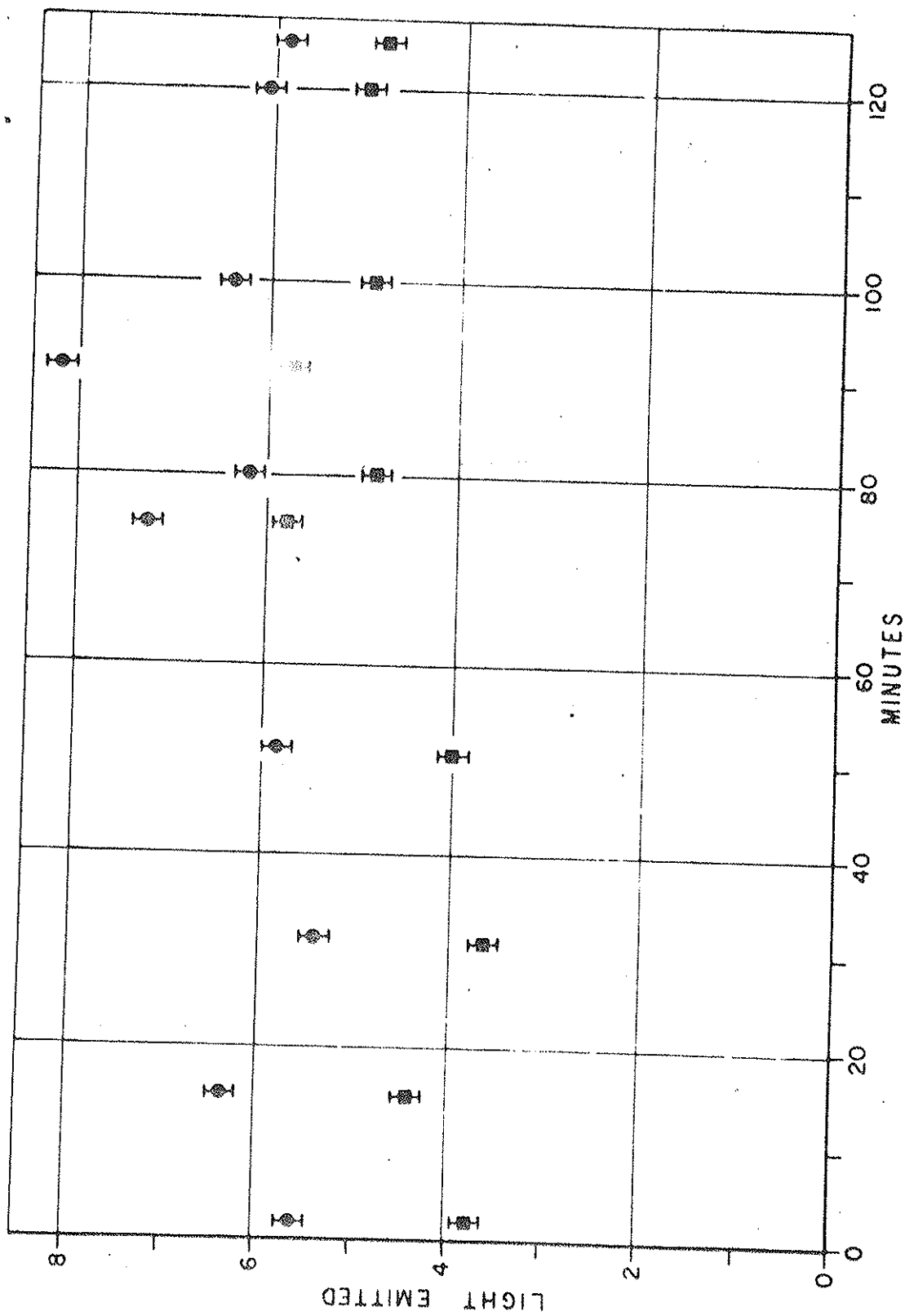


Fig. II-8 - Propriedade de decaimento dos picos 2 (■) e

3 (●). Cada ponto é uma média de 6 leituras.

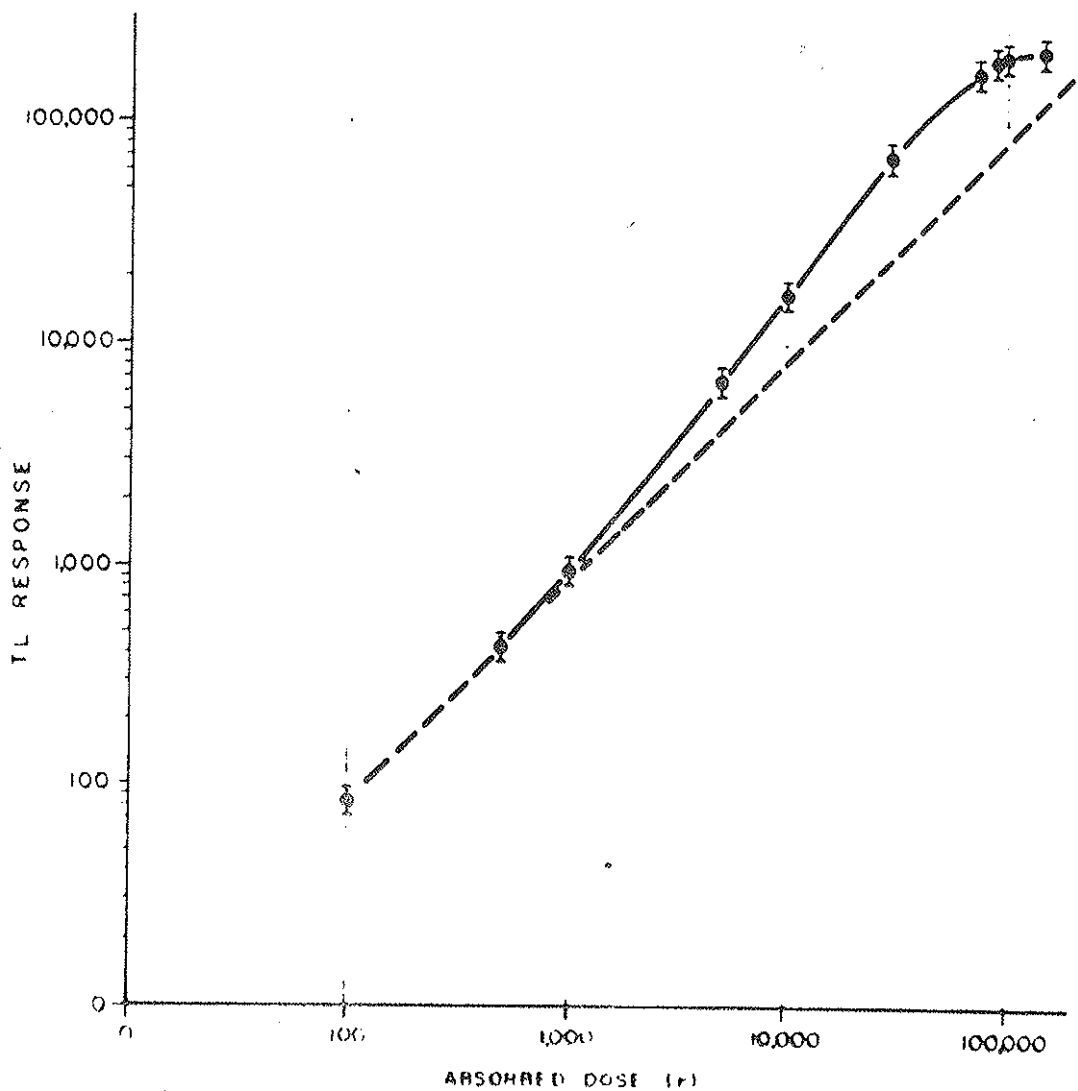


Fig. II-9 - Curva de TL vs. rad de pó de TLD-700. A luz total emitida é medida pela área de baixo da curva de emissão.



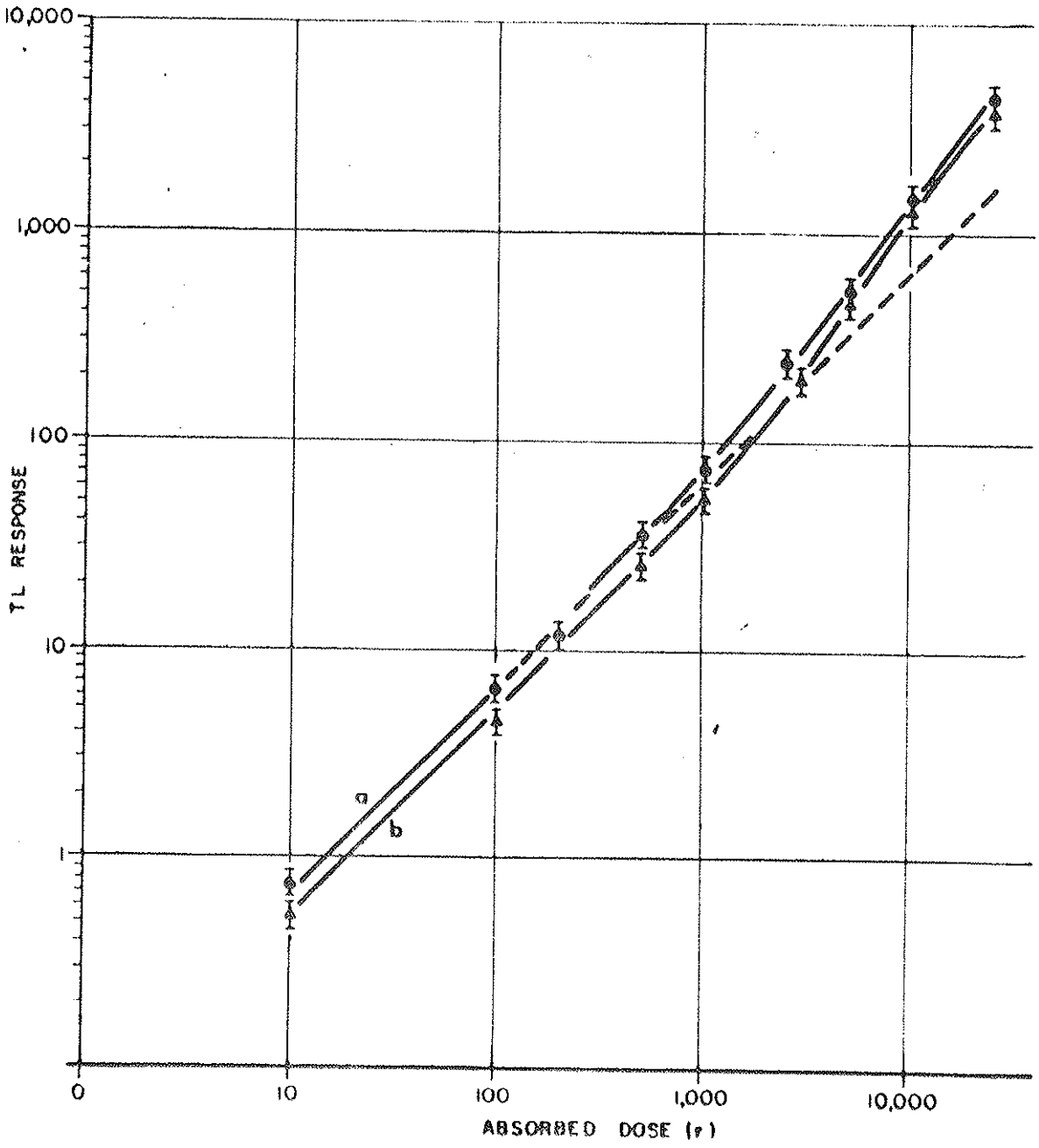


Fig. II-10 - Curvas de TL vs. rad de mini-dosímetros:  
Curva(a) do pico. 2 e curva(b) do pico 3.

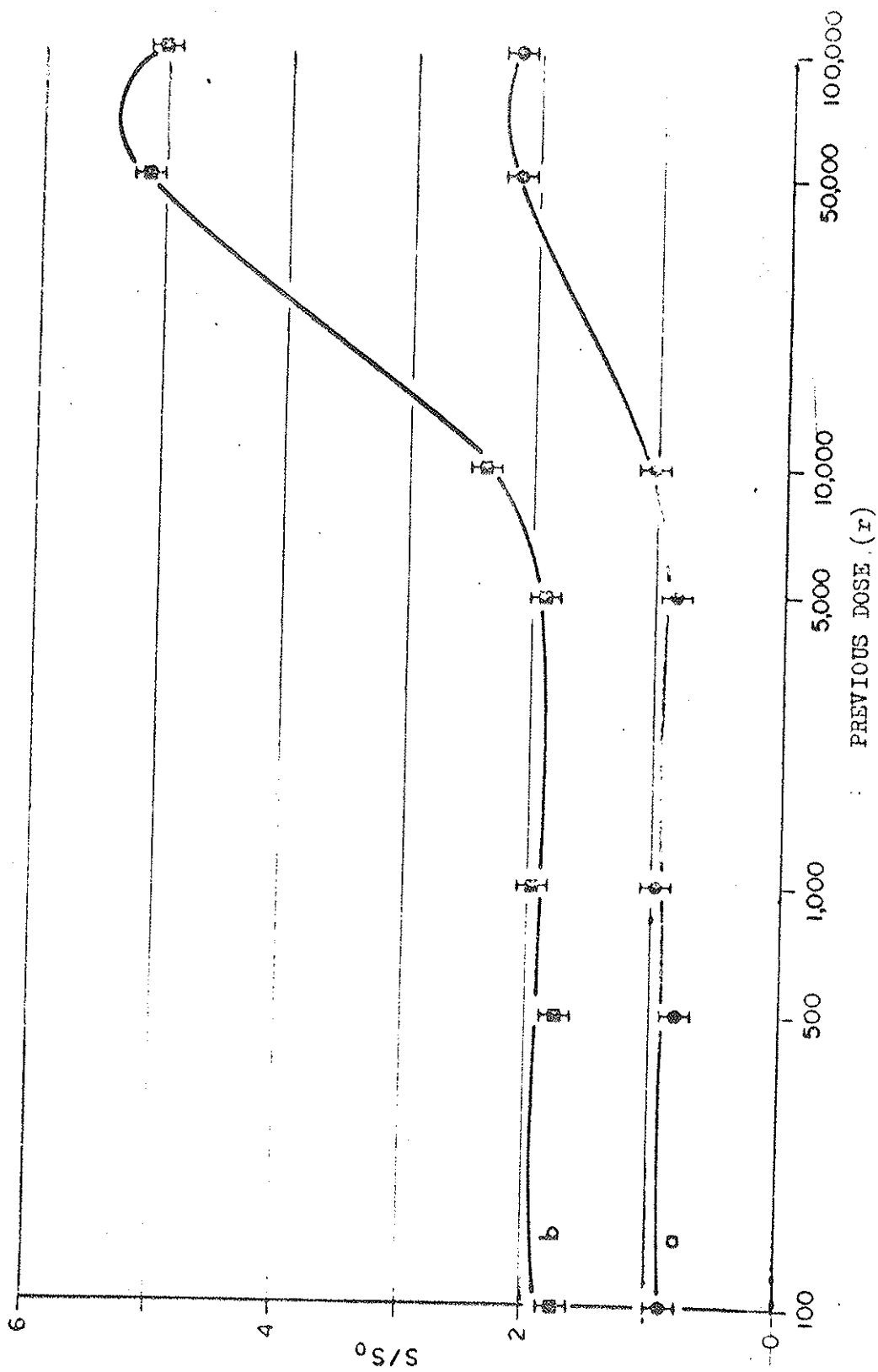


Fig. II-11 - Curvas de  $S/S_0$  vs. dose prévia de mini-dosímetros pós-recozidos a 280°C por 1/2 hora: curva (a) do pico 2, curva (b) do pico 3.

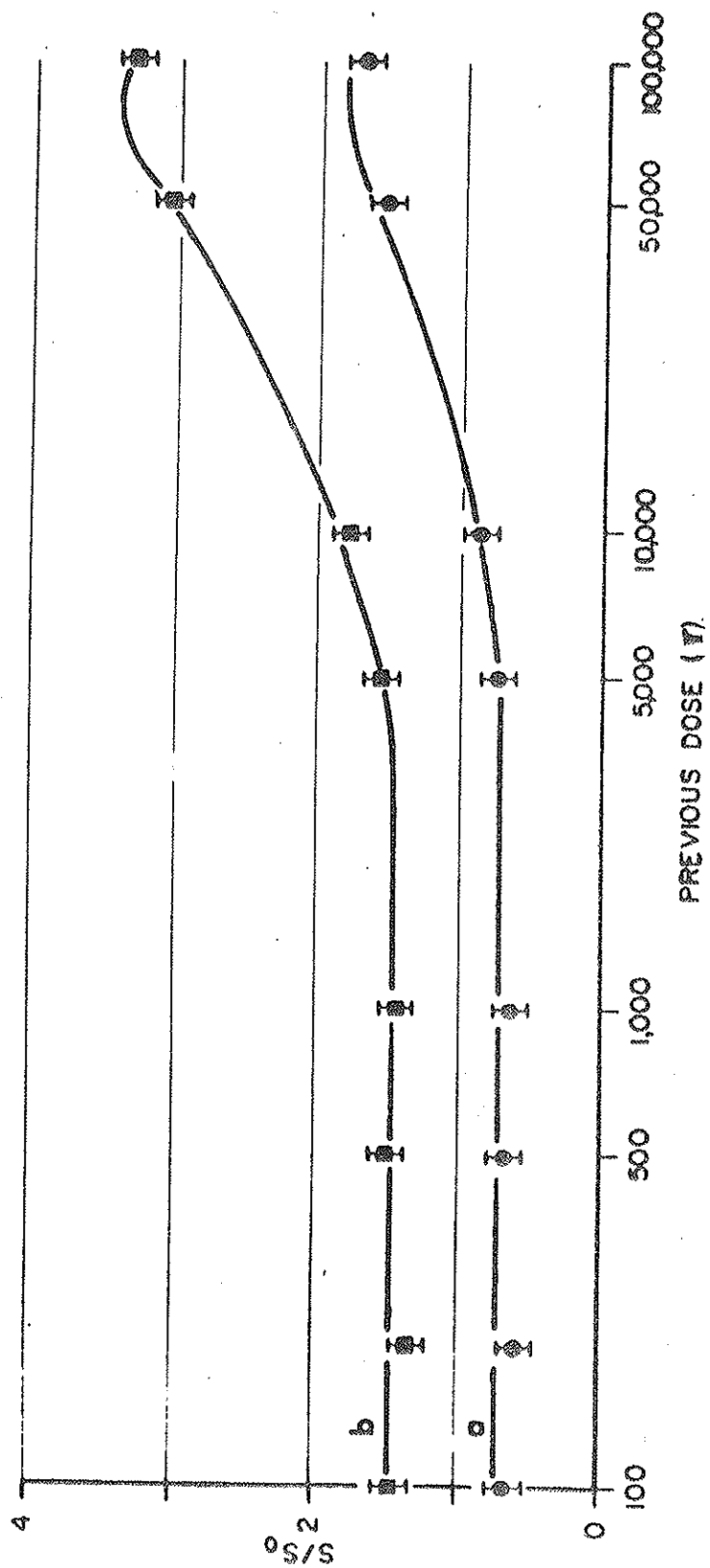


Fig. II-12 - Curvas de  $S/S_0$  vs. dose prévia de mini-dosímetros pré-recozidos a  $280^\circ\text{C}$  por uma hora: curva a do pico 2, curva b do pico 3.

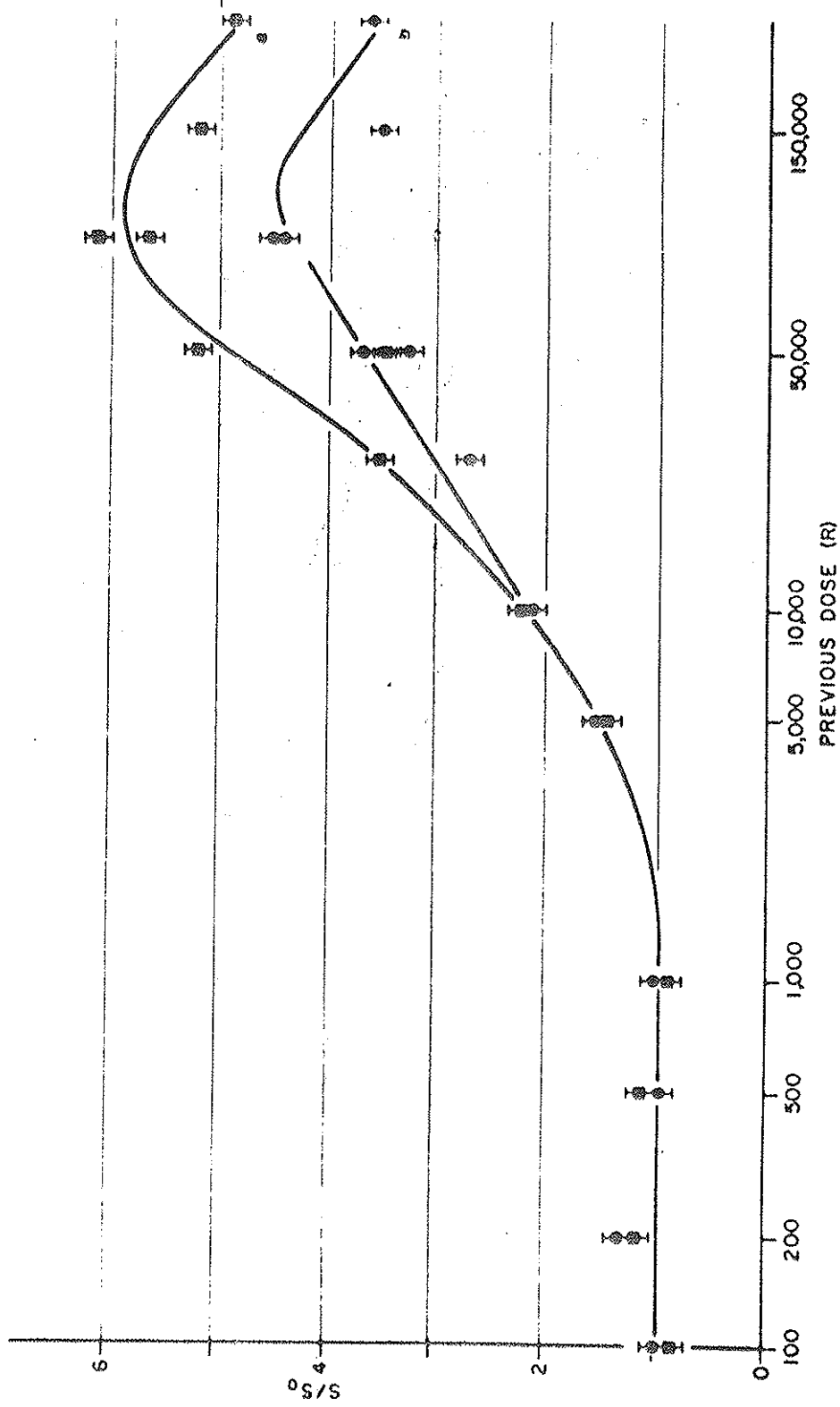


Fig. II-13 - Curvas de  $S/S_0$  vs. dose prévia de mini-dosímetros pós-recozidos a 175°C por uma hora: curva (a) do pico 2, curva (b) do pico 3.

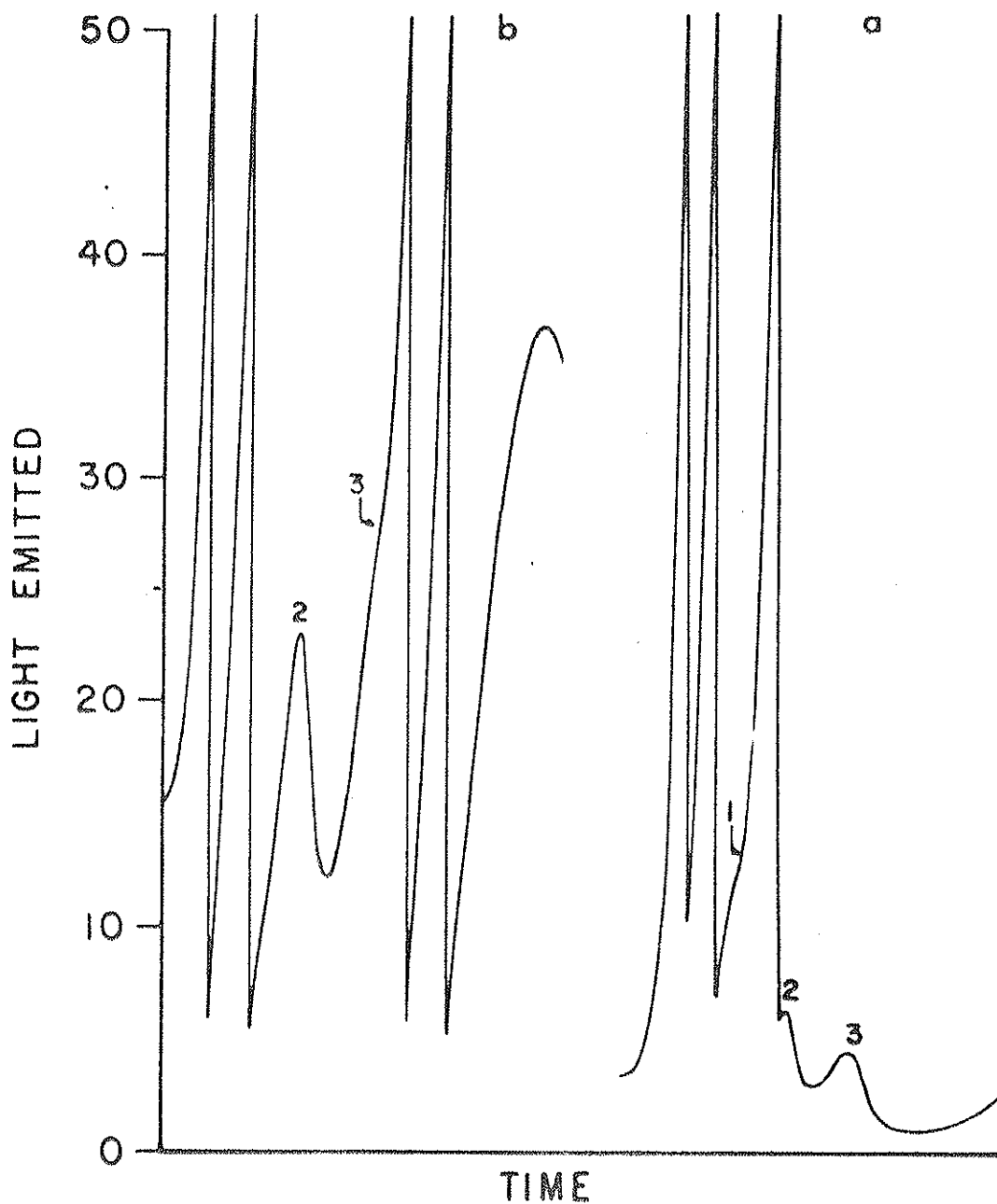


Fig. II-14 - Curvas de emissão de mini-dosímetros pós-recozidos a  $175^{\circ}\text{C}$  por uma hora: (a)- dose prévia de 1.000 rad, (b)- dose prévia de 400.000 rad.

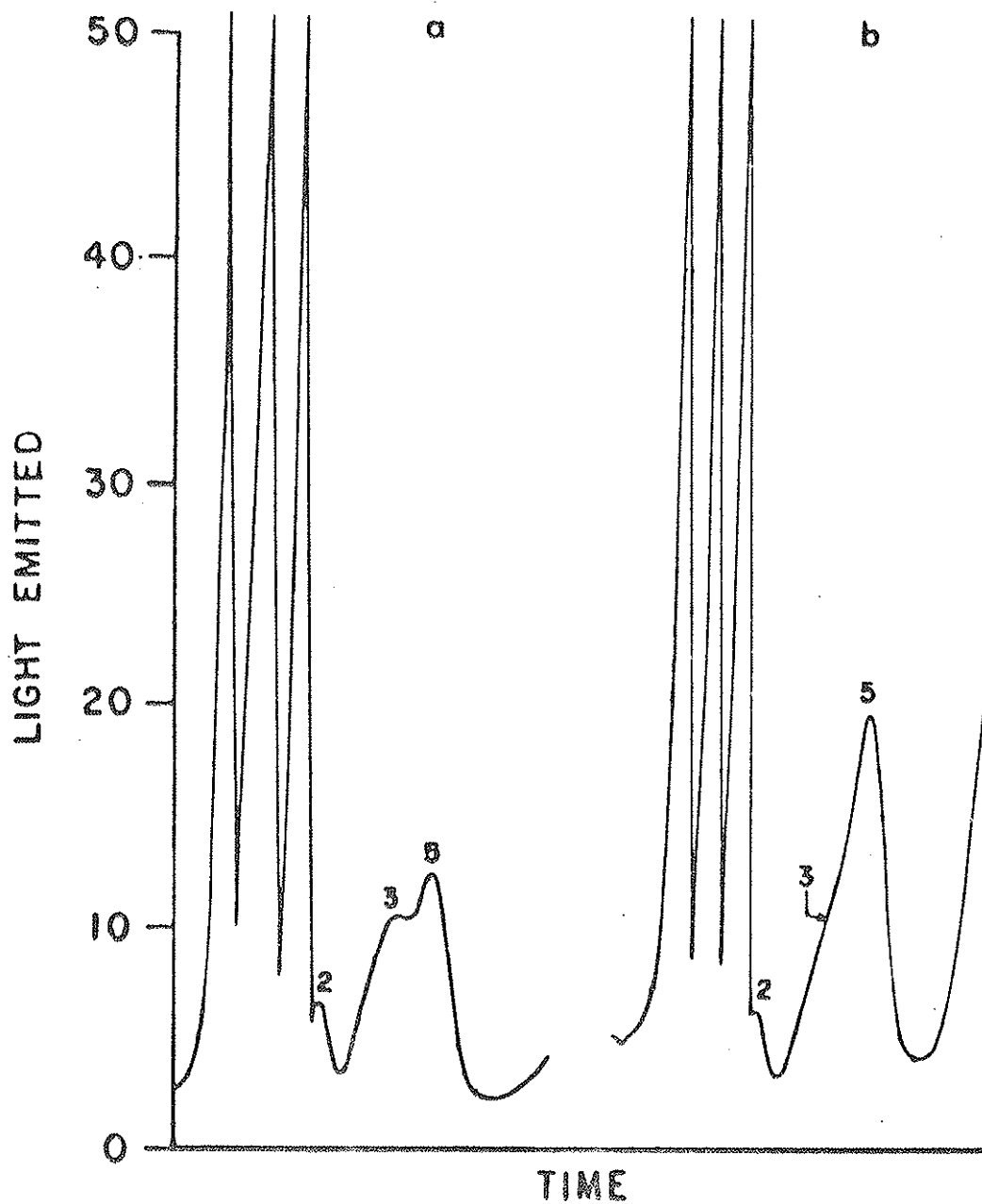


Fig. II-15 - Curvas de emissão de mini-dosímetros pós-recozidos, a  $280^{\circ}\text{C}$ ; (a) 1/2 hora de pós-recozimento após 1.000 rad de dose prévia, (b) 1 hora de pós-recozimento após 25.000 rad de dose prévia.

5 a 6 leituras.

É interessante notar que, o pico 3 é mais alto que o pico 2 em cada ponto com o pós-recozimento a 280°C, mas, ocorre o oposto com o pós-recozimento a 175°C.

Na Fig. II-14 vemos as curvas de emissão de mini-dosímetros recozidos a 175°C, depois de serem irradiados a 1000 rad (curva a) e 400.000 rad (curva b). Essa segunda curva apresenta um pico em temperatura mais alta do que a dos picos principais.

Na Fig. II-15 temos as curvas de emissão de mini-dosímetros, um recozido a 280°C por meia hora após a irradiação de 1000 rad (curva a), e outro a 280°C por uma hora após receber uma dose de 25.000 rad. Ambos os dosímetros foram irradiados a dose teste de 100 rad.

Em todos os casos de pós-recozimento a 280°C foi observada a restauração do pico 5. Em alguns casos há indicação da existência do novo pico.

Nas Fig. II-16 e II-17 foram representadas as curvas de S vs. dose prévia, já que a razão  $S/S_0$  não é definida para o pico 5.

e. Dependência de S com o tempo de pós-recozimento dos mini-dosímetros sensibilizados

Depois de serem expostos a radiação de dose 10.000 rad, vários mini-dosímetros foram separados em grupos e foram pós-recozidos a 280°C por 1/2, 1, 2, 5

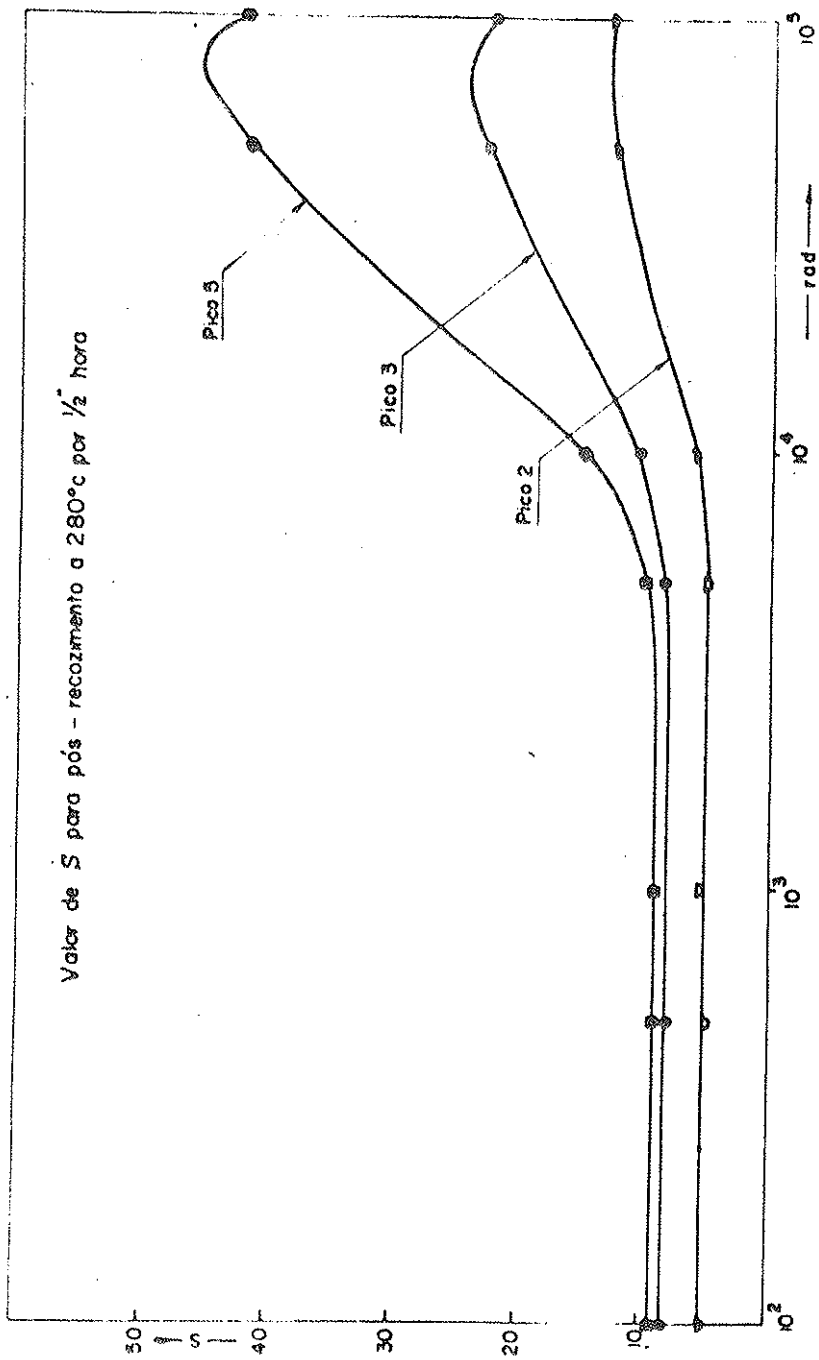


Fig. II-16 - Curvas de S vs. dose prévia com um pós-recozimento a 280°C por meia hora.



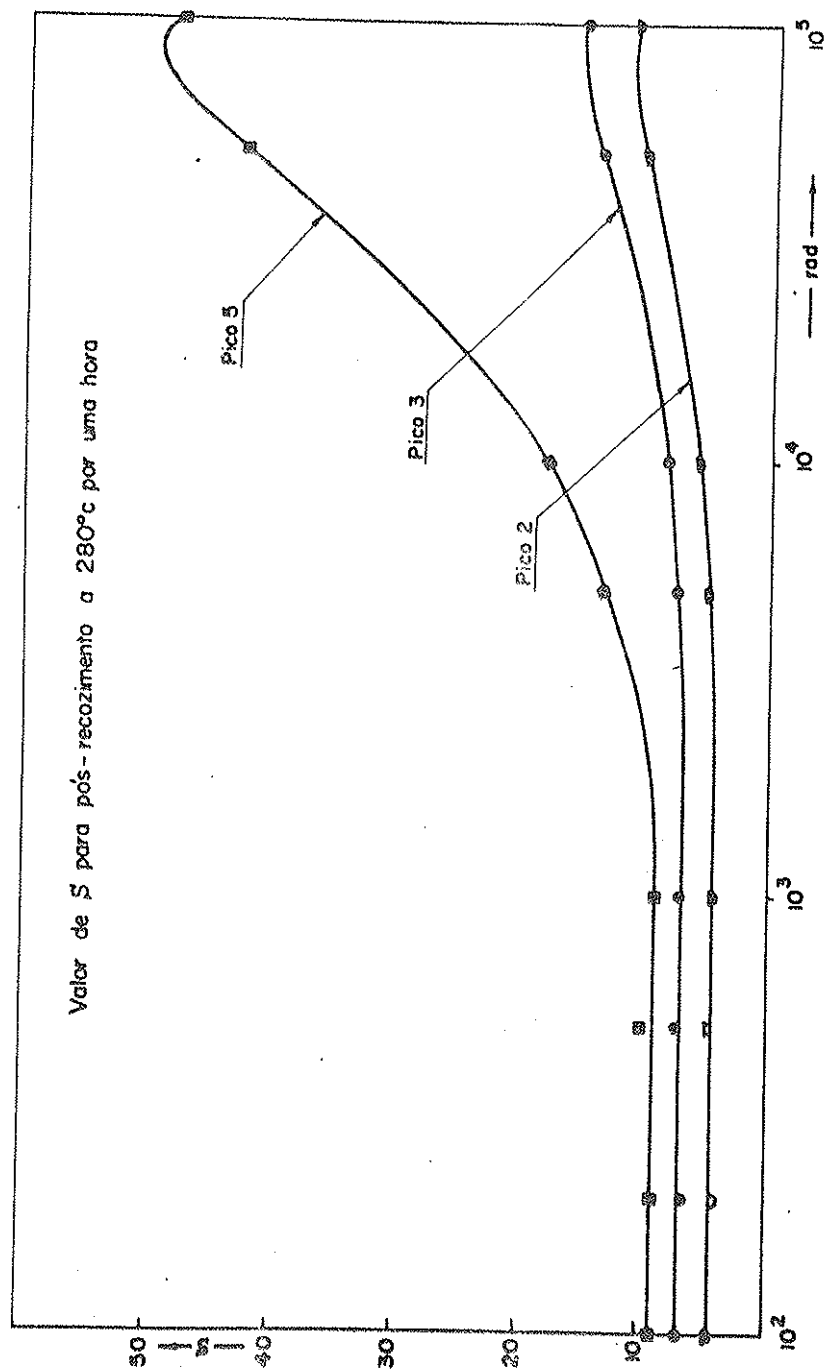


Fig. II-17 - Curvas de S vs. dose prévia com um pós-recozimento a 280°C por uma hora.

e 10 horas. Receberam, então, 100 rad e suas respostas S foram determinadas. Cada grupo consistiu de 5 ou 6 mini-dosímetros. Semelhante medida foi feita com o pós-recozimento a 175°C. As alturas dos picos 2 e 3 nessas medidas encontram-se na Tabela II-2.

Tabela II-2

TL de mini-dosímetros sensibilizados com 10.000 rad como função do tempo de pós-recozimento.

TEMPO pós.recoz.	pós-recoz. a 280°C			pós-recoz. a 175°C	
	Pico 2	Pico 3	Pico 5	Pico 2	Pico 3
0,5 hr	13,18	13,5	11,9		
0,5 hr	6,23	10,63	14,8		
1 hr				16,23	10,37
1 hr	5,77	8,46	18,2	14,11	10,28
1 hr	8,75	11,46	16,2		
2 hr	8,5	10,1	12,3	13,6	10,45
2 hr	8,08	9,88	17,2		
5 hr	7,67	9,07	9,7	13,12	9,94
5 hr	5,15	7,84	14,2		
10 hr	7,92	8,79	11,2		

Na Fig. II-18 temos S vs. o tempo de pós-recozimento a 280°C dos picos 2, 3 e 5.

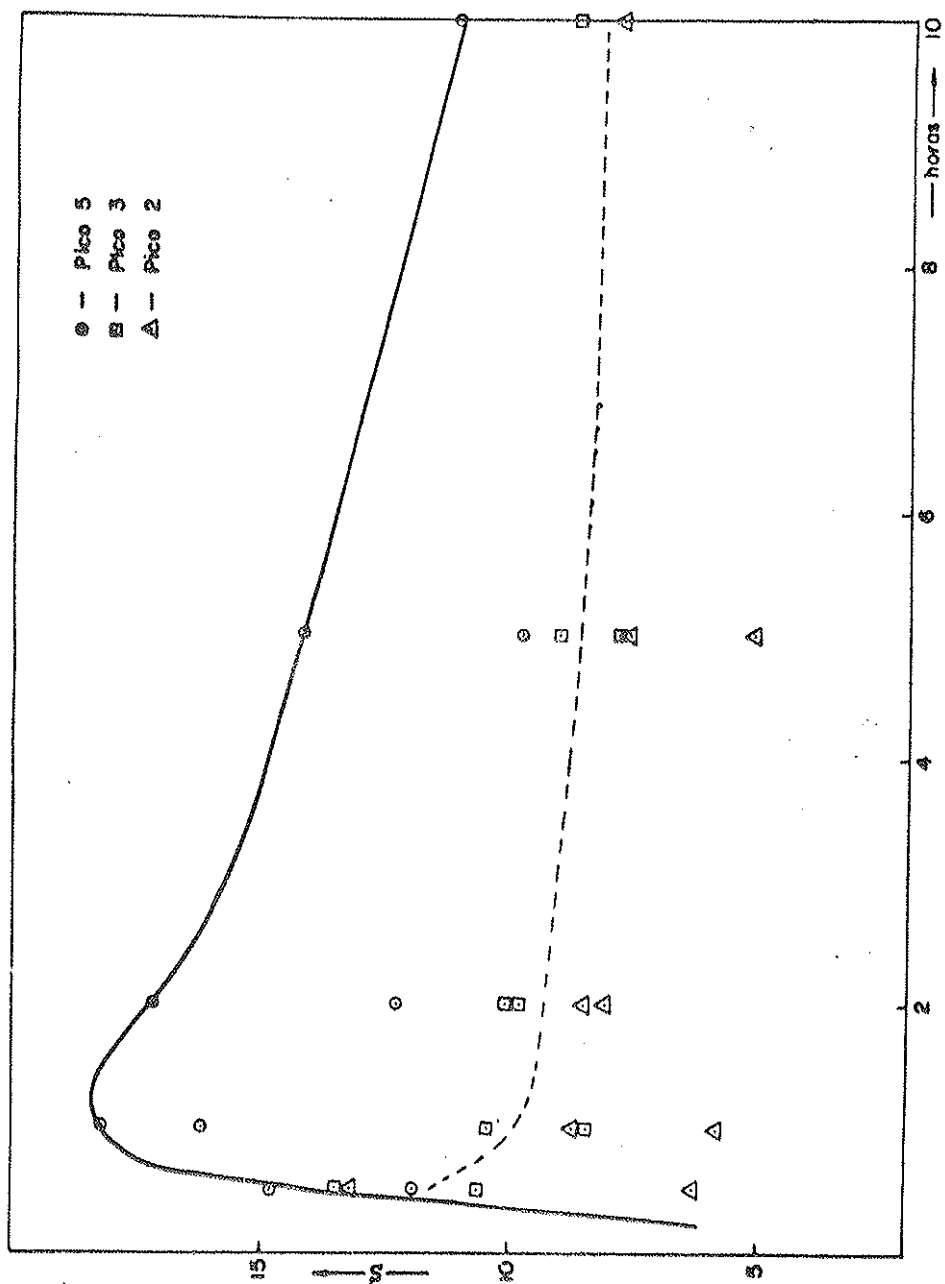


Fig. II-18 - S vs. tempo de pós-recozimento a 280°C. Dose prévia de 10.000 rad.

## f. Resultados

Os resultados da investigação descrita neste capítulo seguem enumerados abaixo.

I) Os picos 2 e 3 apresentam uma supralinearidade muito semelhante à dos picos principais. O pico 3 é ligeiramente mais supralinear do que o pico 2.

II) A curva de  $S/S_0$  vs. dose prévia tem uma forma semelhante à dos picos 4 e 5. Segundo a Fig. 9 da ref. (7), o fluoreto de lítio TLD-100, que foi previamente irradiado a  $10^5$  rad na bomba de  $^{137}\text{Cs}$ , e pós-recozido a  $280^\circ\text{C}$  por uma hora, aumenta a sua sensibilidade de cerca de 6,5 vezes comparado com a do material não tratado com a radiação gama de alta dose. O nosso resultado mostra que, com um recozimento a  $280^\circ\text{C}$  por meia hora, a sensibilidade do pico 3 aumenta de 5,4 vezes e a do pico 2, de 2,3. Com um recozimento a  $280^\circ\text{C}$  por uma hora, êsses fatores se reduzem a 3,3 e 1,8, respectivamente. Com o pós-recozimento a  $175^\circ\text{C}$ , por outro lado, a sensibilidade do pico 2 sofre um aumento de cerca de 6 vezes e a do pico 3 de 4,5 vezes, quando uma dose prévia de 60 a 70 mil rad é aplicada.

III) Para uma dada dose de sensibilização, digamos, 10.000 rad, o valor de S varia não só com a temperatura, mas também, com o tempo de pós-recozimento. Para o pico 2, devido a flutuações relativamente grandes de leitura, não se pode concluir com clareza a dependência de

S com t, onde t é o tempo de pós-recozimento. Tudo indica, porém que, S é uma função monotonicamente decrescente de t. Essa afirmação é certamente válida para o pico 3. O mod. (dS/dt) é pequeno em ambos os casos.

Da Fig. II-18 pode se deduzir que, a recuperação do pico 5 com o pós-recozimento a 280°C se faz rapidamente. Em pouco mais de uma hora o pico 5 é completamente recuperado; depois disso a sua sensibilidade começa a diminuir. O que há de notável é, porém, o fato de que, o pico 5 não é simplesmente restaurado, mas, recuperado com todas as características do pico 5 que sofreu uma sensibilização, isto é, durante o pós-recozimento a 280°C as armadilhas, que dão origem ao pico 5, se lembram que o cristal sofreu uma intensa irradiação.

Por outro lado o recozimento a 175°C, antes ou depois da irradiação, continua impedindo os picos principais de se exibirem.

IV) Com o pós-recozimento a 175°C observa-se nitidamente o aparecimento de um pico a uma temperatura mais alta do que 200°C. Por falta de informação sobre as características de aquecimento do leitor EG&G, não nos foi possível determinar essa temperatura. Presume-se que seja ~280°C, a respeito da qual falaremos no capítulo IV.

### g. Discussão dos resultados

Considerando os resultados relatados neste capítulo, juntamente com aqueles apresentados na ref.(6), podemos concluir que, o recozimento térmico é capaz de criar ou destruir centros de captura de elétrons ou buracos, além de, no caso de pós-recozimento, ter o papel de libertar os elétrons ou buracos de suas armadilhas. Como a natureza das armadilhas não é ainda conhecida, é difícil de saber o que um recozimento faz com as mesmas. Sabemos que uma impureza ou um defeito cristalino, tal como uma vacância de íon, ou o agregado dos mesmos, serve de centro de captura. É razoável, então, admitir que, a formação ou a dissociação desses agregados seja dependente de um recozimento, da temperatura e duração deste.

O fato de que, numa amostra pré-cozida a  $175^{\circ}\text{C}$  por um tempo suficiente, o pico 5 não aparece, qualquer que seja a dose de radiação fornecida, indica que a radiação não forma ou cria armadilhas correspondentes. Esta conclusão é, também, válida no caso do fósforo pré-cozido a  $80^{\circ}\text{C}$  por 24 horas, caso em que os picos de baixas temperaturas não aparecem, ainda que a dose absorvida pelo LiF seja muito alta.

Por outro lado, as medidas de  $S/S_0$  nos dizem que, radiações de doses altas aumentam a TL do LiF comparado com a do fósforo que não foi tratado com radiações de doses altas. Isto significa que, ou os buracos (ou elétrons) que dão origem a TL são produzidos em maior quantidade nos ma-

teriais sensibilizados, ou mais armadilhas da mesma espécie são produzidas pela radiação. De fato, se a dose teste de 100 rad deve produzir sempre um mesmo número de pares de íons, para que o material previamente irradiado a dose alta emita maior quantidade de luz, é necessário que os buracos (ou elétrons) encontrem maior número de armadilhas. Isso implica, porém, que a radiação deve criar armadilhas, em contradição com o argumento do parágrafo anterior.

Suntharalingam<sup>(15)</sup> e Suntharalingam e Cameron<sup>(16)</sup> propuzeram um modelo, em que se admite a existência de armadilhas profundas de competição, com uma secção de choque de captura grande comparada com as de outras armadilhas, mas, com uma concentração bem menor que as dessas. Quando o fósforo é irradiado com doses baixas, uma boa parte dos buracos é capturada pelas armadilhas profundas. Para doses superiores a ~700 rad a competição começa a diminuir, porque as armadilhas profundas vão se preenchendo, e os picos de 1 a 5 crescem mais do que linearmente, dando origem à supra-linearidade.

Até a presente data não se tem a notícia de que foi confirmada, experimentalmente, a existência de tais armadilhas profundas. O que dificulta a obtenção da curva de emissão dessas armadilhas, se realmente existirem, é o fato de que o pico ocorre a uma temperatura muito alta, tal que, um aquecimento a esta temperatura é capaz de afetar profundamente o próprio cristal.

O fato de que os picos 2 e 3 apresentam uma curva de TL vs. dose com as características muito próximas das dos picos 4 e 5, indica que a competição entre êles é muito pequena, se existir. Na realidade o pico 3 tem uma supralinearidade ligeiramente mais pronunciada que a dos outros, portanto, a sua secção de choque de captura é ligeiramente maior que a dos outros.

A supralinearidade parece começar na mesma dose para todos os picos. É razoável, portanto, admitir que o mecanismo de preenchimento das armadilhas é o mesmo para to dos os picos, de 1 a 5.

Que o pós-recozimento a 175°C e a 280°C produz efeitos diferentes pode ser visto nas curvas das Fig. II-14 e II-15. O material usado havia sido recozido a 175°C por um tempo suficiente para remover os picos principais. Como a radiação não cria armadilhas, segundo a hipótese de Suntharalingam e Cameron, o aparecimento dos picos principais num caso e não noutro, depende só do processo de pós-recozimento.

Note-se de passagem que, o pré ou o pós-recozimento a uma dada temperatura é capaz de dissociar complexos responsáveis por determinados picos, e que o recozimento a uma outra temperatura é capaz de reformar êsses complexos dissociados.

Os resultados apresentados nas Fig. II-16 e II-17 mostram em primeiro lugar que, o cristal mantém a memória da irradiação prévia, e em segundo lugar que, êsses



efeitos dependem da ação conjunta da radiação e recozimento, no que refere à mudança da natureza e número de armadilhas. De fato, o valor de S do pico 5, com o pós-recozimento a 280°C, depende da dose prévia, portanto o cristal, durante a restauração do pico 5 se lembra da dose de radiação que absorveu.

## CAPITULO III

OUTRAS PROPRIEDADES DE RECOZIMENTODO LiF:Mga. Transformação térmica da natureza das armadilhas

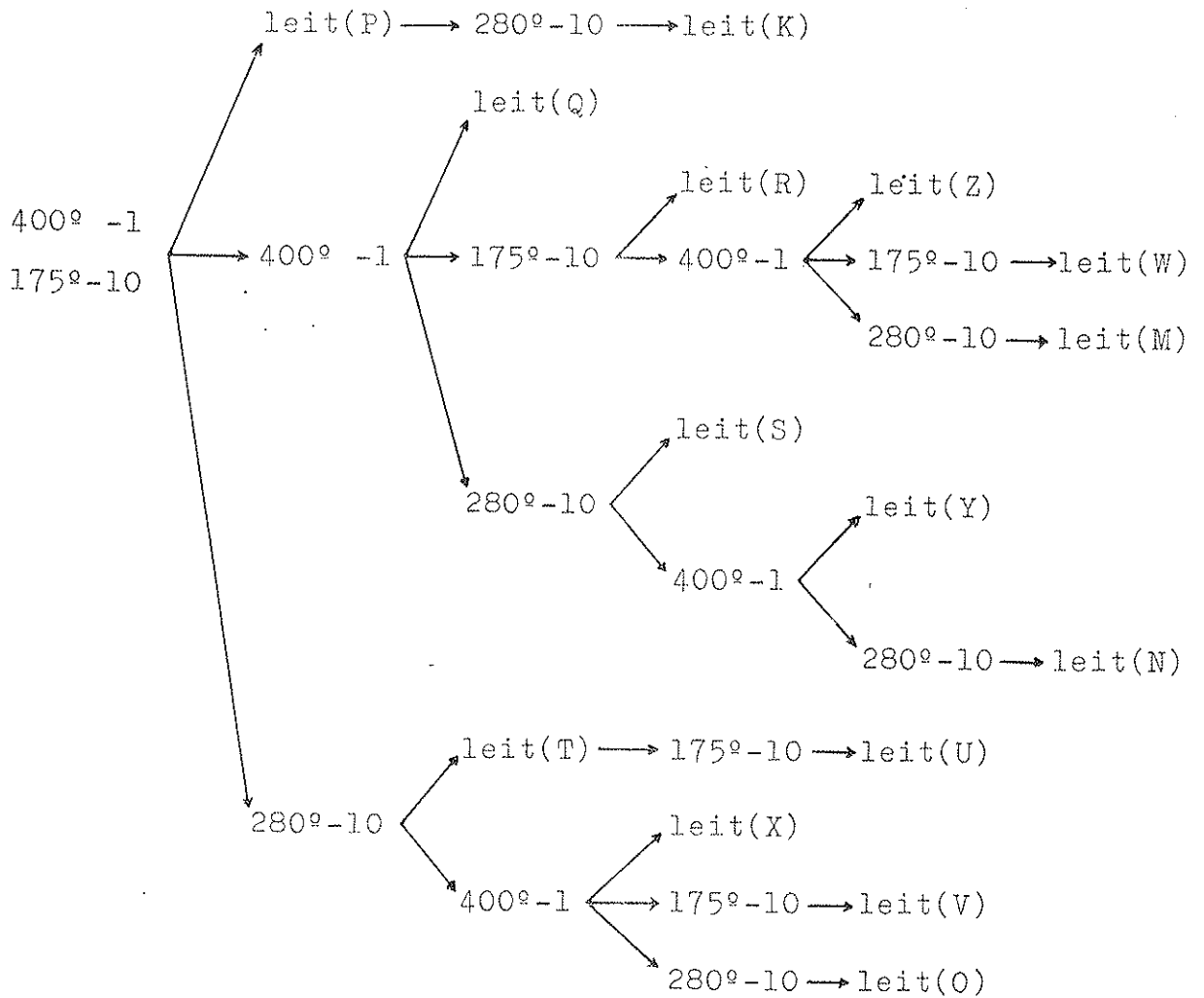
Como vimos no capítulo II, o recozimento térmico é um processo importante para, parcial ou totalmente, remover ou restaurar picos na curva de emissão de um fósforo, isto é, pelo aquecimento isotérmico a natureza e o número de armadilhas podem ser temporariamente alterados; sua recuperação sendo possível por recozimento a uma outra temperatura.

A fim de investigar até que ponto a criação ou a destruição das armadilhas é dependente só do recozimento e não da radiação ou da combinação dos dois, foi efetuada uma série de medidas abaixo descritas.

Nessa experiência, os mini-dosímetros TL-23 e o leitor modelo TL-3B, ambos de EG&G foram utilizados. A irradiação foi feita nas bombas de Césio a que nos referimos no capítulo II.

Vários mini-dosímetros foram pré-cozidos a 400°C por uma hora, seguido de pré-cozimento a 175°C por 10 horas. Eles foram, então, irradiados, recozidos e lidos conforme o esquema da Tabela III-1. As leituras foram realizadas 30 minutos depois da irradiação a 100 rad.

Tabela III-1

Esquema de recozimento, irradiações e leituras

Nessa tabela, as letras maiúsculas (P), (Q) etc. indicam um grupo de 5 a 6 mini-dosímetros, cujas leituras foram efetuadas nos estágios leit(P), leit(Q) etc. da tabela, após uma irradiação de 100 rad. 175°-10 significa um recozimento a 175°C por 10 horas. Assim, o grupo (Y) por exemplo, foi irradiado a 100 rad e lido após uma sucessão de recozimentos a 400°C por uma hora, a 175°C por 10 horas, 280°C por 10 horas e 400°C por uma hora, enquanto que o grupo (K) foi recozido a

400°C por uma hora, 175°C por 10 horas, irradiado a 100 rad e lido (grupo P), recozido a 280°C - 10 horas, irradiado a 100 rad e lido. A Fig. III-1 mostra as curvas de emissão correspondentes aos grupos (P), (R), (W), (V) e (U), todos êles tendo a mesma temperatura final de recozimento, no caso, de 175°C-10 horas. Os tratamentos intermediários que cada um recebeu são, porém, diferentes. Na Fig. III-2 temos as curvas de emissão dos grupos (Q), (X), (Z), e (Y) e na Fig. III-3, dos grupos (T), (K), (S), (O), (M), e (N). Olhando para a curva de emissão podemos, em geral, dizer qual foi o último tratamento que o dosímetro recebeu.

Na Fig. III-2 a aparente diferença na forma das curvas de emissão é devido à altura dos picos estar na vizinhança do fim de uma escala, no caso, de 5 R.

b. Dependência da TL com a temperatura de pré-cozimento para o tempo fixo de 10 horas.

Pode-se ver nas Fig. 3-6 da ref.(6) que, para um tempo fixo de recozimento, a resposta TL do fluoreto de lítio é uma função de temperatura de pré-cozimento. A fim de explicitar essa dependência, mini-dosímetros TL-23, pré-cozidos a 400°C por uma hora, foram recozidos durante 10 horas a 60°C, 80°C, 100°C, 105°C, 110°C, 115°C, 120°C, 130°C, 140°C, 150°C, 165°C, 190°C, 220°C, 240°C, 280°C, 315°C, 342°C e 360°C.



Abaixo de  $220^{\circ}\text{C}$ , as temperaturas do forno, em que os recozimentos foram efetuados, oscilaram de  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  no entorno da temperatura desejada. Acima de  $240^{\circ}\text{C}$ , o recozimento foi feito num outro forno, no qual a oscilação da temperatura foi de  $\pm 5^{\circ}\text{C}$ .

Na Fig. III-4, as alturas dos picos 2, 3 e 5 foram lançadas em função da temperatura de pré-recozimento. Cada ponto é uma média de 5 a 6 leituras. Na Fig. III-5 temos as curvas de emissão de alguns mini-dosímetros, cujas temperaturas de pré-recozimento vão de  $100^{\circ}\text{C}$  a  $165^{\circ}\text{C}$  de 5 em 5 graus centígrados.

c. Ausência de competição entre os picos de 1 a 5

No capítulo II vimos que, as curvas de TL vs. rad dos picos 2 e 3 apresentam praticamente as mesmas características das dos picos principais, isto é, a TL é linear com a dose absorvida até cerca de 700 rad a 900 rad, entrando na região de supralinearidade acima dessas doses. Isto é uma indicação de que as armadilhas correspondentes têm praticamente a mesma secção de choque para a captura de buracos. Nesta secção pretendemos examinar se de fato não há competição entre essas armadilhas, determinando simultaneamente as curvas de TL vs. rad dos 4 picos (o pico 4 é, em geral, indistinguível do pico 5, por isso êle não foi considerado), usando os mini-dosímetros TL-23, recozidos a  $400^{\circ}\text{C}$  por uma hora. Com o recozimento a  $400^{\circ}\text{C}$  a curva de emissão do LiF apresenta os 5 picos, quando determinada antes do pico 1 de-

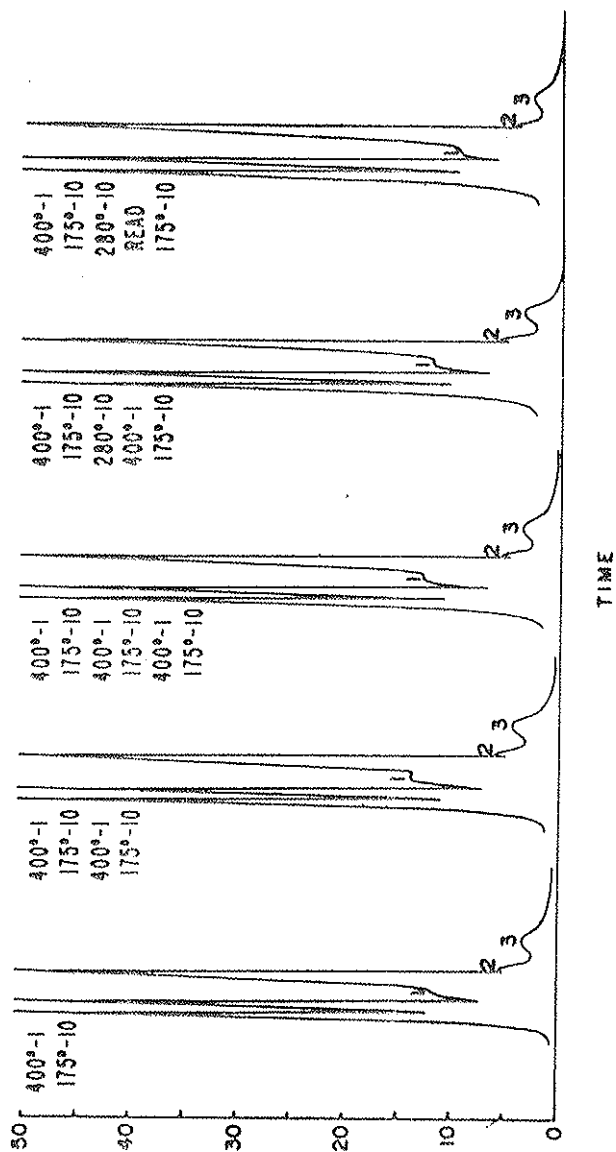


Fig. III-1 - Curvas de emissão dos grupos (P), (R), (W) e (V) caracterizando o último recozimento de 175°C por 10 horas.

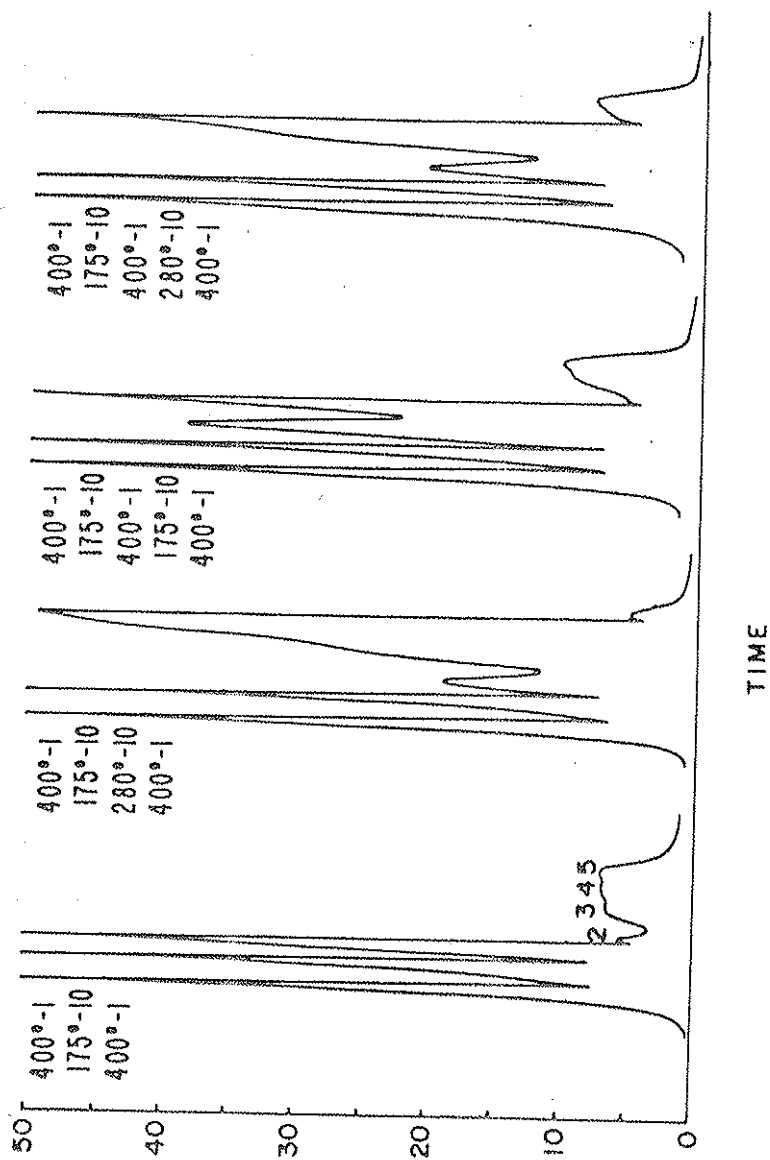


Fig. III-2 - Curvas de emissão dos grupos (Q), (X), (Z) e (Y) em que o último recozimento se deu a 400°C por uma hora.

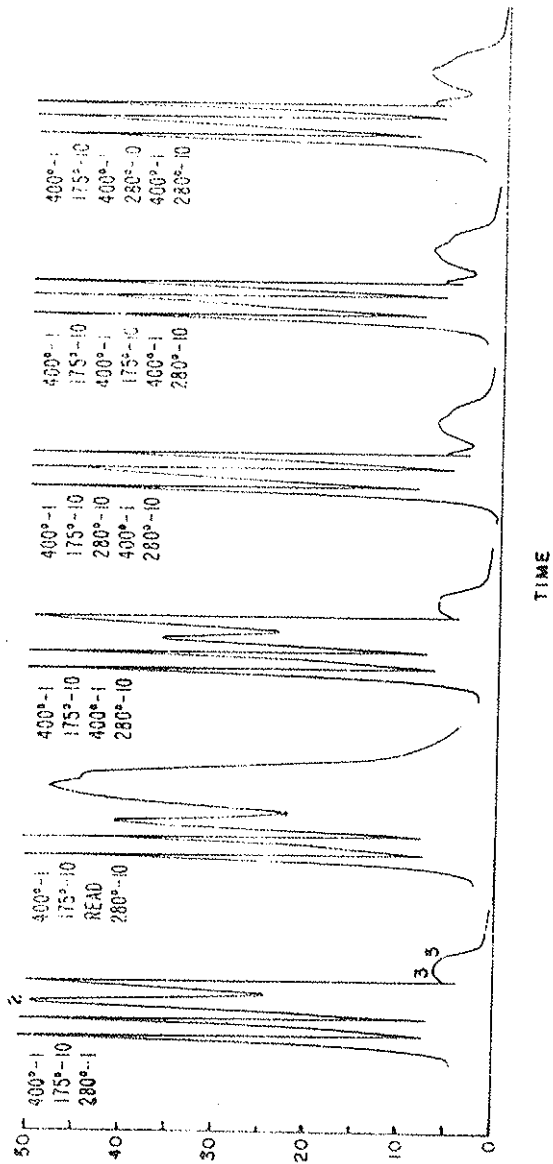


Fig. III-3 - Curvas de emissão dos grupos (T), (K), (S), (O), (M) e (N) com o recozimento final de 28)9C por 10 horas.



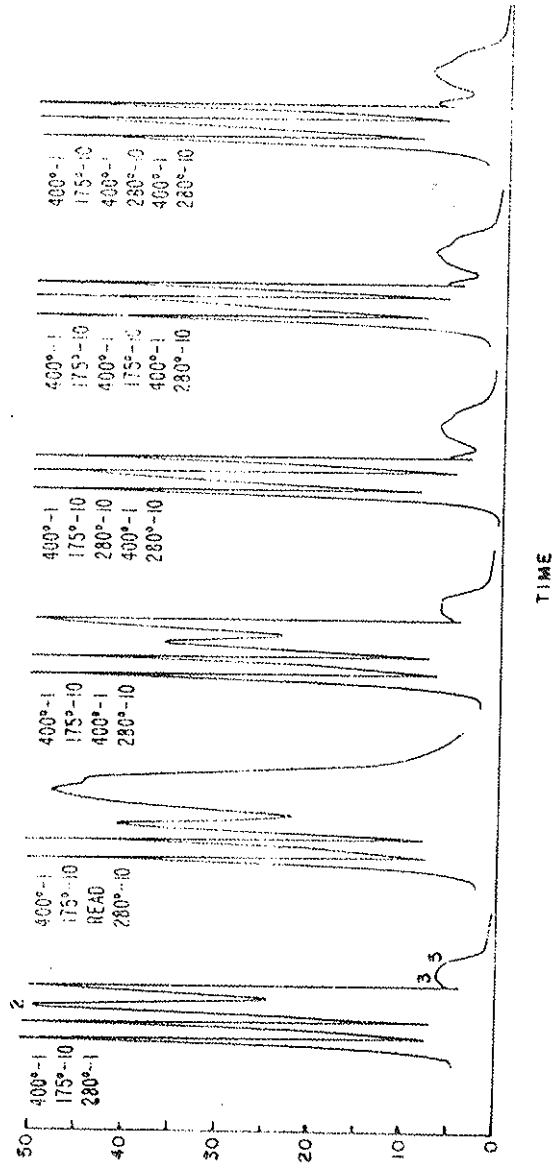


Fig. III-3 - Curvas de emissão dos grupos (T), (K), (S), (O), (M) e (N) com o recozimento final de 28)9C por 10 horas.

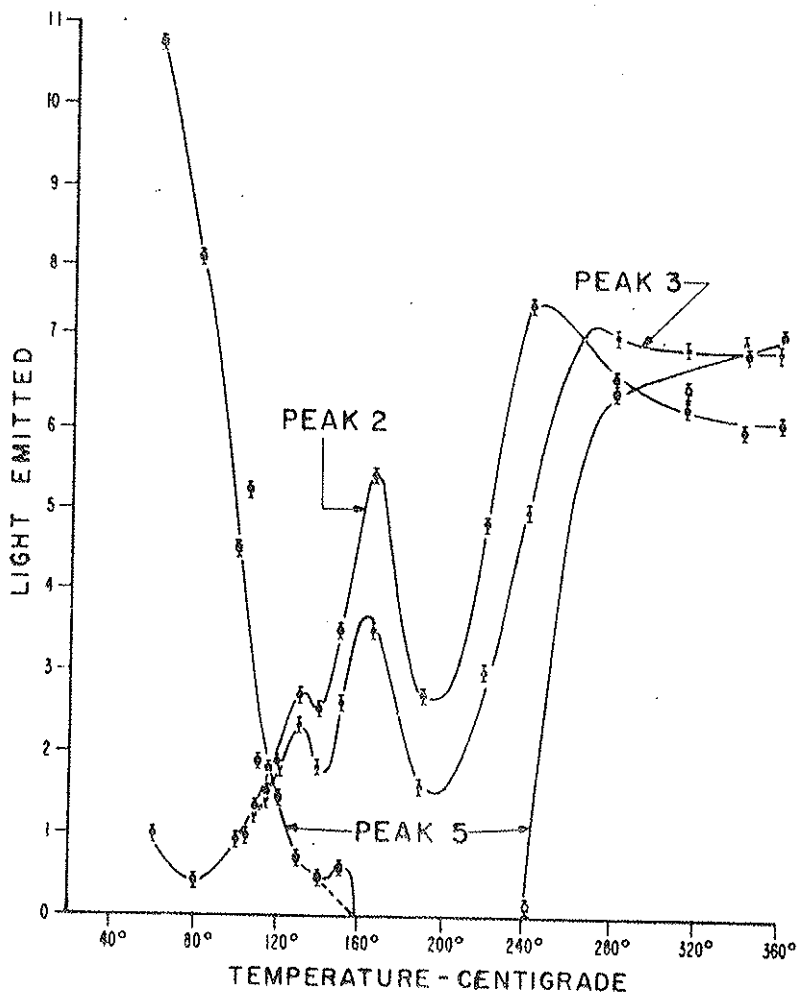


Fig. III-4 - Altura dos picos 2, 3 e 5 vs. temperatura de pré-recozimento, para 10 horas de tempo de recozimento.

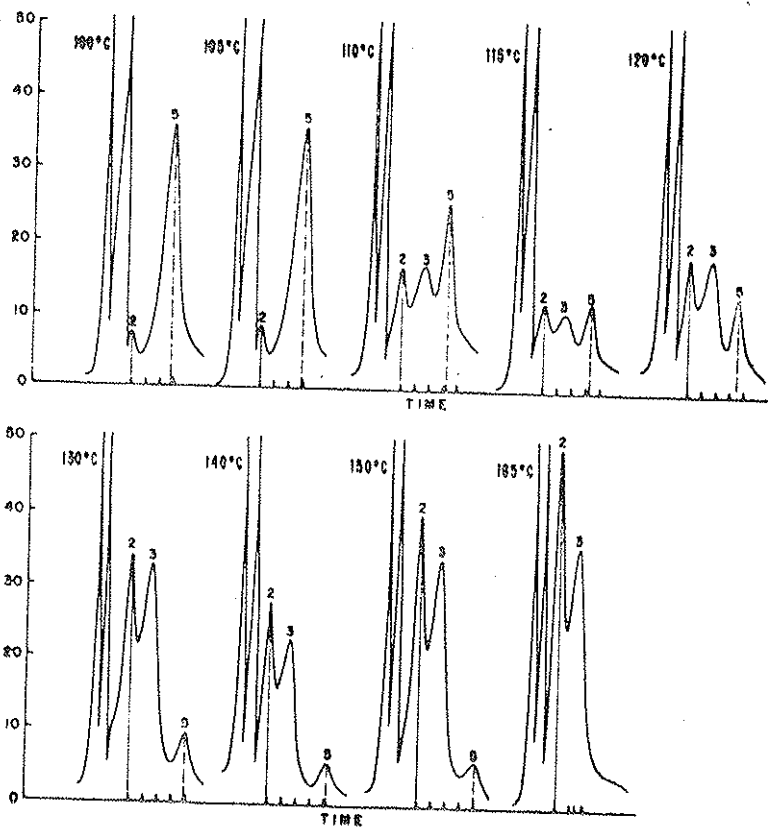


Fig. III-5 - Curvas de emissão de mini-dosí-  
metros pré-recozidos por 10 ho-  
ras a temperaturas indicadas  
na figura.

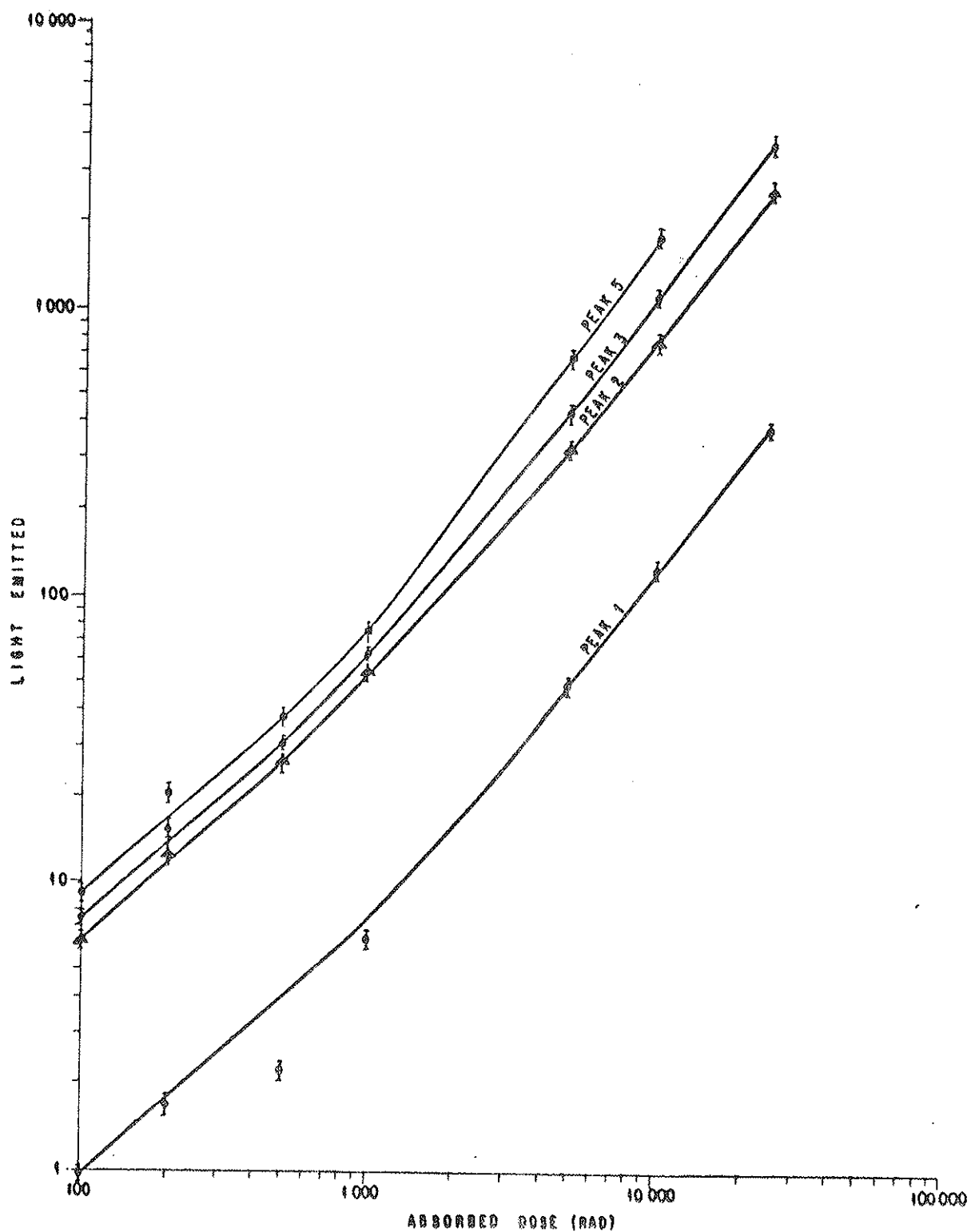


Fig. III-6 - Curvas de TL vs. dose dos picos 1,2,3 e 5, obtidas simultâneamente. Os mini-dosímetros haviam sido recozidos a 400°C por uma hora.

cair muito.

Na Fig. III-6 estão representadas as curvas de TL vs. rad dos picos 1, 2, 3 e 5, obtidas simultaneamente.

d. Pré-cozimento a temperaturas abaixo de 0°C

Há defeitos nos cristais, como os de Frenkel e os de Schottky, cuja concentração  $n$  é uma propriedade do cristal em equilíbrio térmico<sup>(16)</sup>. O seu valor é dado por:

$$n = \sqrt{NN'} \exp(-W/2kT) \quad ; \text{ defeitos de Frenkel}$$

$$N(1 + \exp(W_S/kT))^{-1} ; \text{ defeitos de Schottky}$$

onde  $N$  é o número total de átomos,  $N'$  o número total possível de posições intersticiais,  $W$ , o trabalho necessário para deslocar um átomo da sua posição normal a uma posição intersticial, e  $W_S$ , o trabalho gasto para criar um defeito Schottky.

A concentração de centros de côm, particularmente de centros F, quando induzidos por radiação, é uma função da temperatura do material, antes e durante a irradiação.

Se houver alguma correlação entre uma classe de armadilhas de termoluminescência, digamos a que dá lugar ao pico 5, e um determinado tipo de centro de côm, então, deve haver também, uma correlação entre a dependência do número de centro de côm com a temperatura do cristal e a dependência da resposta TL com a temperatura do mesmo cristal.

Os dados experimentais no primeiro caso se referem em geral, a temperaturas abaixo de  $0^{\circ}\text{C}$ , de modo que, efetuamos no presente trabalho, medidas a  $-30^{\circ}\text{C}$  e a  $-57^{\circ}\text{C}$ .

Vários mini-dosímetros pré-cozidos a  $400^{\circ}\text{C}$  por uma hora foram divididos em 2 grupos. Um com 15 mini-dosímetros foi mantido à temperatura de  $-57^{\circ}\text{C}$  por 22 horas, e outro, também com 15 mini-dosímetros, a uma temperatura de  $-30^{\circ}\text{C}$  por 22 horas.

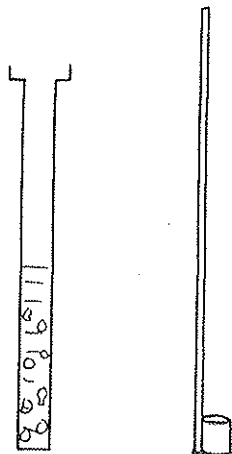


Fig. III-7 - Arranjo para irradiação a temperaturas abaixo de  $0^{\circ}\text{C}$ .

Os dosímetros a serem irradiados são colocados numa concha de matéria plástica ilustrada na Fig. III-7, a qual é introduzida dentro do Dewar, que é por sua vez colocado dentro do irradiador de  $^{137}\text{Cs}$  capaz de emitir  $7.600 \text{ rad/min}$  de raios gama. Os mini-dosímetros foram irradiados por um minuto, tempo durante o qual, a temperatura da mistura mantém-se

Para irradiar êsses materiais na mesma temperatura em que foram recozidos, foi preparado um Dewar de polietileno, de cêrca de 35 cm de comprimento e 2,5 cm de diâmetro, no qual se coloca uma mistura de álcool metílico e pedaços de gelo sêco, numa proporção que dê a temperatura desejada. Um termómetro de álcool é mergulhado na mistura para indicar a temperatura desta durante a irradiação.

praticamente constante.

Na Fig. III-8 vemos as curvas representativas de emissão de mini-dosímetros que foram irradiados, um a 7600 rad após um pré-cozimento a temperatura ambiente, ou tro a  $-30^{\circ}\text{C}$  e o terceiro a temperatura de  $-57^{\circ}\text{C}$ .

#### e. Outros efeitos de pós-recozimento

No capítulo II foram examinados alguns efeitos de pós-recozimento a  $175^{\circ}\text{C}$  e  $280^{\circ}\text{C}$  sôbre a TL do  ${}^7\text{LiF:Mg}$ , que havia sido irradiado com raios gama de  ${}^{137}\text{Cs}$  de diferentes doses. Êsses efeitos foram estudados por Cameron et al.<sup>(7)</sup> para o pico 5, com pós-recozimentos a  $250^{\circ}\text{C}$ ,  $280^{\circ}\text{C}$ ,  $310^{\circ}\text{C}$ ,  $334^{\circ}\text{C}$ ,  $360^{\circ}\text{C}$  e  $400^{\circ}\text{C}$  (v.Fig.4 da ref.(7)). Essas investigações mostram que as propriedades de pós-recozimento são tão variadas quanto as de pré-cozimento.

Nessa secção vamos descrever as medidas de TL dos mini-dosímetros, sensibilizados com raios gama de Césio de 10.000 rad, e depois recozidos ou a  $175^{\circ}\text{C}$  por uma hora, seguido de  $80^{\circ}\text{C}$  por uma hora, ou a  $80^{\circ}\text{C}$  por meia, uma, duas, ou três horas, para então serem irradiados a dose teste de 100 rad e lidos. Todos os mini-dosímetros haviam sido pré-cozidos a  $400^{\circ}\text{C}$  por uma hora e em seguida a  $175^{\circ}\text{C}$  por 10 horas.

Na Fig. III-9 temos as curvas de emissão dos mini-dosímetros pós-recozidos a  $175^{\circ}\text{C}$  por uma hora, seguido de  $80^{\circ}\text{C}$  por uma hora. A curva (a) é a do dosímetro

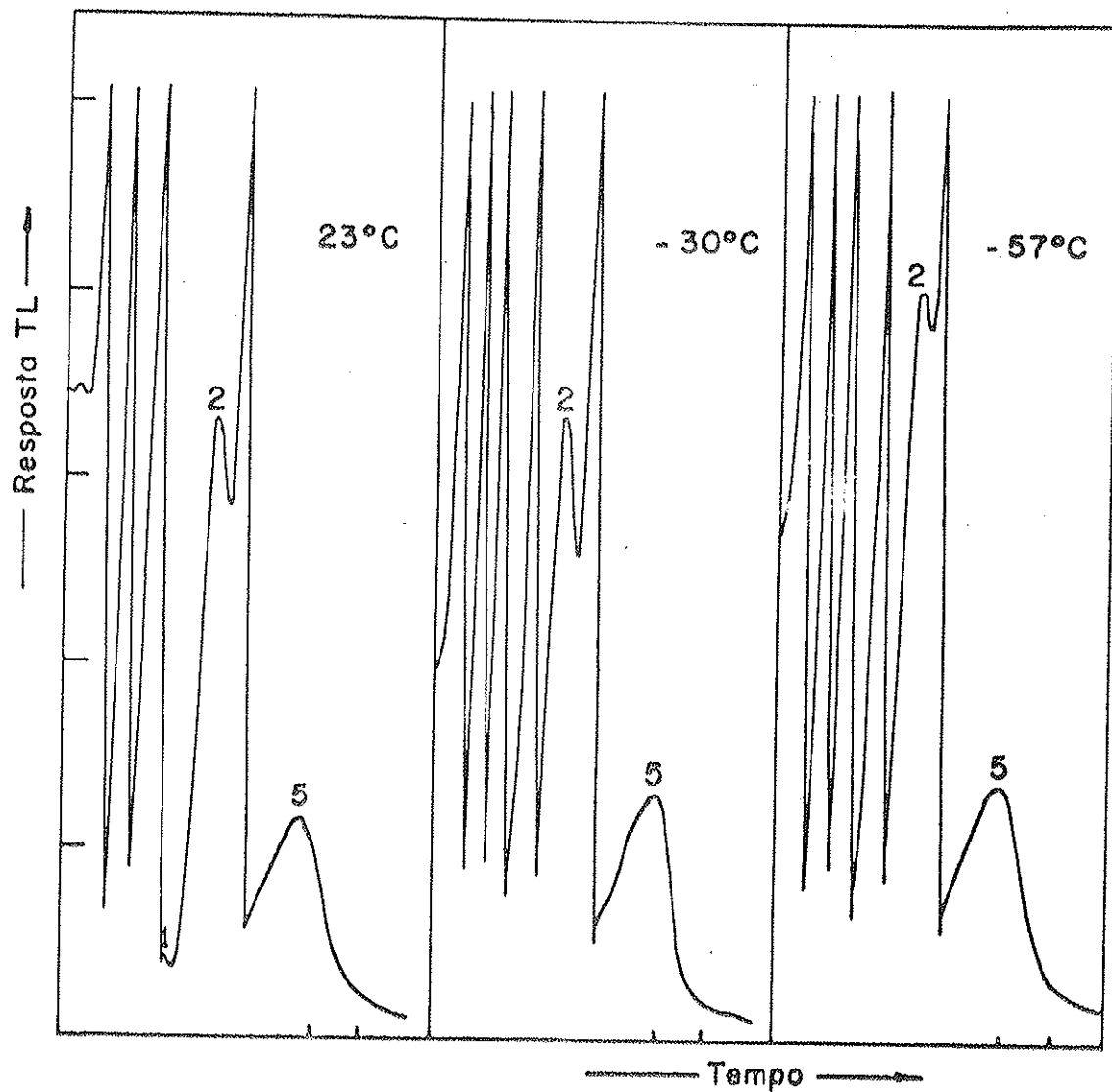


Fig. III-8 - Curvas de emissão de mini-dosímetros irradiados a 7.600 rad, após um pré-recozimento a temperaturas indicadas, por 22 horas.



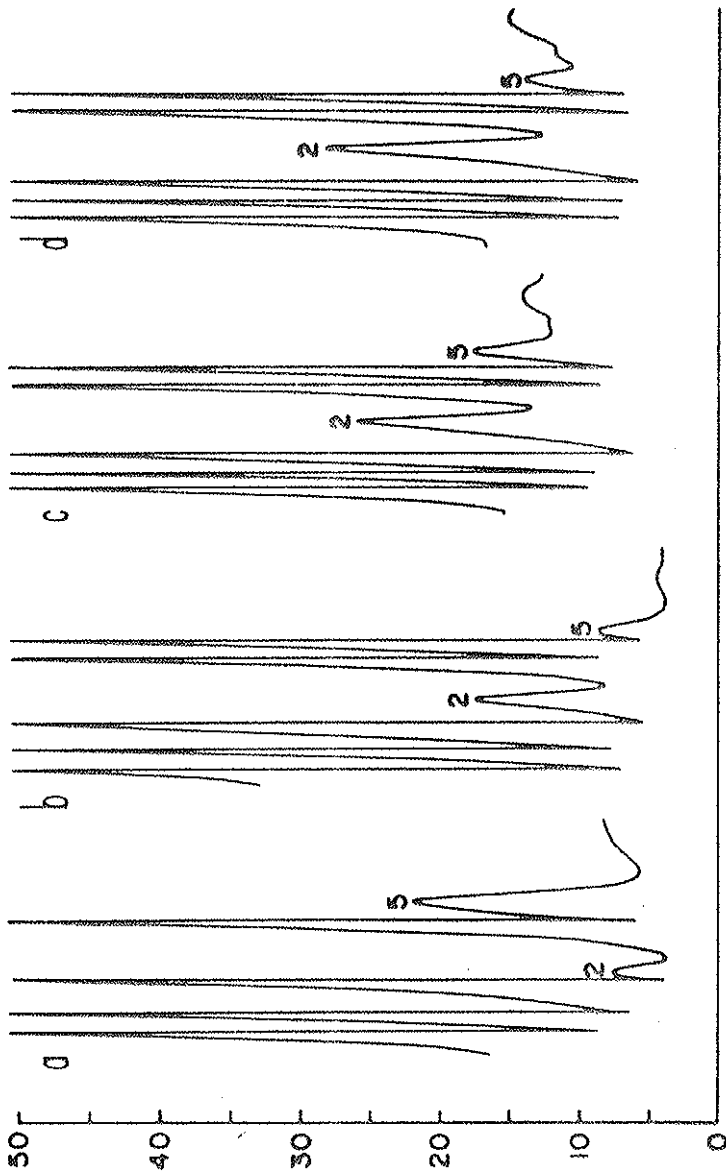


Fig. III-9 - Curvas de emissão de mini-dosímetros pós-recôzidos a 175°C por 1 hora, seguido de 80°C por 1 hora: (a) dose prévia de 10.000 rad; (b) dose prévia de 50.000 rad; (c) e (d) dose prévia de 100.000 rad. Dose teste de 100 rad.

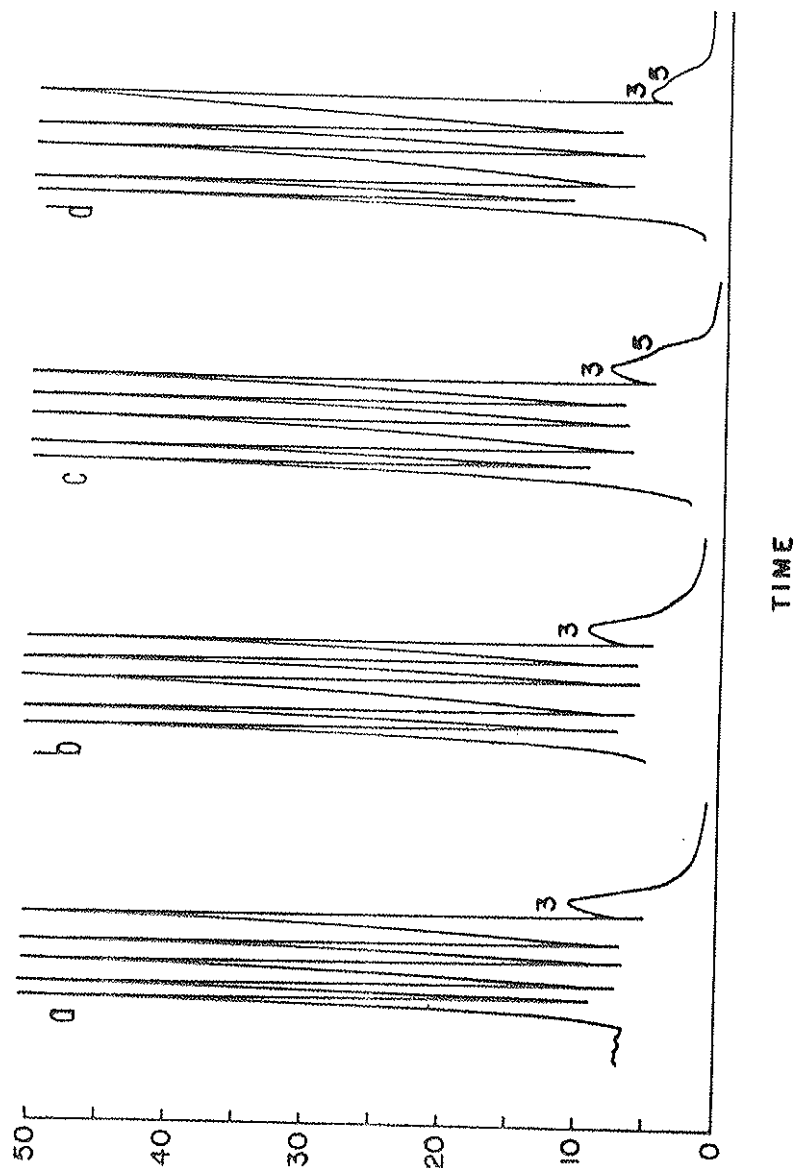


Fig. III-10 - curvas de emissão de mini-ôsimetros irradiados a 10.000 rad e pós-recozidos a 8)9C por: (a) 1/2 hora, (b) uma hora, (c) 2 horas, (d) 5 horas. Dose teste de 100 rad.

préviamente irradiado a 10.000 rad, a curva (b) a 50.000 rad e (c) e (d) a 100.000 rad. Na Fig. III-10, as curvas de emissão no caso de pós-recozimento a 80°C foram representadas, a primeira por meia hora, a segunda por uma, a terceira por duas e a quarta por três horas.

#### f. Resultados e discussão

Os resultados da secção a. estão representados nas Figs. III-1, III-2 e III-3. A forma da curva de emissão e as alturas dos picos dependem, somente, do último tratamento térmico e não dos intermediários, desde que aquêle seja feito durante um tempo superior a certo valor. Esse resultado independe, também, da irradiação intermediária, desde que a sua dose seja inferior àquela capaz de sensibilizar o dosímetro.

O resultado acima vem confirmar a nossa asserção de que, o recozimento isotérmico por um período prolongado muda a natureza molecular dos centros de captura de buracos ou eletrons. Além do mais, se a dose absorvida fôr inferior à cerca de 500 rad, a irradiação a que o LiF tenha sido submetido antes do recozimento final, não interfere com êste.

A curva da Fig. III-4 mostra as temperaturas de pré-recozimento em que, o pico 5 desaparece completamen-

te, quando o recozimento tiver uma duração de 10 horas. E', também, interessante observar as curvas dos picos 2 e 3. Como a altura dos picos é proporcional ao número de armadilhas, a variação daquela com a temperatura de pré-recozimento, implica na variação do número de armadilhas com essa temperatura, de mesma natureza, isto é, aquela indicada na Fig. III-4.

Se uma armadilha está localizada num agregado de  $Mg^{2+}$  e uma vacância positiva, numa forma simples ou complicada, como é proposto nas refs. (10) e (12), e se êsse agregado se compõe ou se dissocia conforme o tratamento térmico que recebe, o resultado acima indica que, há para um tempo suficientemente longo de pré-recozimento, temperaturas ótimas em que êsses agregados se dissociam ou se recompõem. Porquê? é uma questão a ser ainda respondida.

Os picos 2 e 3 parecem provir de um mesmo complexo, pois, êles são inseparáveis, o mesmo acontecendo com os picos 4 e 5.

Na Fig. III-5, observa-se um deslocamento contínuo do pico 5 para a região de temperaturas mais altas, a medida que a temperatura de pré-cozimento aumenta, o que indica que, o pico denominado 6 na ref.(6) não passa do pico 5 deslocando-se da sua posição normal. Um deslocamento contínuo dessa natureza sugere, ou uma mudança gradativa do caráter do centro de captura com a temperatura de pré-cozimento, ou que as armadilhas têm uma distribuição de níveis de energia, ao invés de um só nível. Um caso semelhante a êste último,

já foi observado por Schulman, Kirk e West<sup>(17)</sup> no primeiro pico do borato de lítio ativado pelo manganês.

Segundo o resultado apresentado na Fig. III-6, não existe competição entre as armadilhas que dão origem aos picos de 1 a 5. Podemos, portanto, concluir que, elas têm, praticamente, a mesma secção de choque para captura de buracos, bem como um mesmo mecanismo de preenchimento.

As curvas de emissão da Fig. III-8 mostram que, o pré-cozimento a essas temperaturas por um tempo tão longo quanto 22 horas, não afeta a termoluminescência do LiF. Esse comportamento parece ser diferente daquele observado nos centros de côm, cuja formação induzida por radiação a uma temperatura  $t < 0^\circ\text{C}$ , é uma função de  $t$ <sup>(18)</sup>. Se o papel de um pré ou pós-recozimento é o de agregar ou decompor impurezas e vacâncias, é de se esperar que, a temperaturas a baixo de  $0^\circ\text{C}$ , o congelamento dêesses complexos, já teve lugar e nenhuma modificação lhes ocorra. Aliás, esse tipo de congelamento se verifica a temperatura do ambiente, no caso de centros de termoluminescência.

É interessante comparar a Fig. II-14 e a Fig. III-9. A diferença no tratamento que os fósforos nesses dois casos receberam, está, de um lado no pós-recozimento e de outro, nas irradiações. Na experiência descrita no capítulo II, secção d., a irradiação a 10.000 rad, 50.000 rad e 100.000 rad foi incluída, e o resultado é qualitativamente igual aos da Fig. II-14, a saber, somente os picos 2 e 3 são observados, com possível aparecimento de um de

temperatura alta. Portanto, o aparecimento do pico 5 e a remoção do pico 3 se devem ao processo de pós-recozimento adicional de 80°C por uma hora. O aparecimento de 2 picos de temperatura superior a 200°C e não um só, para a dose prévia de 100.000 rad é, também, devido a êsse pós-recozimento adicional de 80°C. É curioso notar ainda que, com êsse tratamento pós-irradiação, tenha resultado um pico 5 com uma altura relativamente grande. Êste fato é semelhante ao que foi encontrado no caso de pós-recozimento a 280°C, que foi visto no capítulo II.

Com o pós-recozimento a 80°C e 10.000 rad de dose prévia, o resultado é, também, interessante, pois, embora a leitura da TL tenha sido feita bem antes do pico 2 decair, êste não foi observado nas curvas de emissão da Fig. III-10. Em compensação o pico 5 foi parcialmente restaurado, sendo maior esta recuperação quanto mais longo fôr o tempo de recozimento. Segundo a ref.(6), o pré-recozimento a 80°C por um tempo inferior a 3 horas não é capaz de eliminar nenhum dos picos de temperaturas baixas. Porquê o pós-recozimento em condições semelhantes eliminou o pico 2, poupando o pico 3, é difícil de compreender, principalmente à luz do resultado da secção b. dêste capítulo, onde vimos que os picos 2 e 3 são normalmente inseparáveis.

CAPÍTULO IVPROPRIEDADES DO PICO DE 280°Ca. Considerações gerais

Poucas observações são reportadas e limitada atenção tem sido dispensada ao pico, que tem lugar a cerca de 280°C na curva de emissão dos TLD-100, TLD-600 e TLD-700. Fora os trabalhos já mencionados sobre êsse assunto, podemos citar aqueles relacionados com a dosimetria de termoluminescência das partículas alfa, beta ou de neutrons<sup>(19,20,21)</sup>. O caso de neutron se reduz ao de alfa, pois, a termoluminescência no LiF é causada pela partícula alfa da reação nuclear (n, alfa) do neutron termalizado no <sup>6</sup>Li. Convem notar que, nas referências (19) e (20), os autores não se interessaram pelo estudo das propriedades do pico de 280°C, limitando-se à observação do seu aparecimento na curva de emissão.

Segundo Jones e Martin<sup>(14)</sup> e Aitken, Tite e Fleming<sup>(21)</sup>, o pico de 280°C possui uma propriedade diferente da dos outros picos, no que se refere à resposta à dose. A razão, (altura do pico de 280°C)/(altura do pico 5), é uma função crescente da dose. Isto indica que, as armadilhas responsáveis pelo pico de 280°C têm uma secção de choque para captura de buracos maior que a das outras, se o mecanismo de seu preenchimento fôr o mesmo dos outros picos.

Nêste capítulo serão estudadas as propriedades do pico de 280°C, bem como a sua relação com os outros picos. A sua possível aplicação à dosimetria de radiação da ordem de mR será examinada.

b. Material e Instrumentação

Nessa investigação foram usados:

- A. TLD-100 de Harshaw Chemical Company;
- B. o aparelho leitor CON-RAD;
- C. a fonte de raios gama de Césio<sup>(\*)</sup>

O leitor CON-RAD do Instituto de Energia Atômica é desprovido de registrador da curva de emissão, motivo pelo qual foram adaptados um "micro-microammeter" modelo 414 de Keithley Instruments, e um registrador Bristol's. A bomba de Césio do Departamento de Biologia Geral emite radiação gama na razão de 17,14 R/min a uma distância de 10 cm da fonte. A calibração da dose foi feita com o "Condenser R-meter" de Victoreen, modelo 553, apropriado para raios gama de energia superior a cerca de 200 Kev.

---

(\*) - O material e equipamento, utilizados nas medidas de TL relatadas nêste capítulo, pertencem ao Instituto de Energia Atômica, com exceção da fonte de raios gama de  $^{137}\text{Cs}$ , que pertence ao Departamento de Biologia Geral da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras da Universidade de São Paulo. Essa fonte de Césio foi doada àquele Departamento pela Fundação Rockefeller.



c. Sensibilização do pico de 280°C em TLD-100

Cêrca de 16 cápsulas de TLD-100, cada uma contendo aproximadamente 80 mg de pó, foram divididas em dois grupos, que chamaremos de A e B. O grupo A foi pré-cozido a 400°C por uma hora e em seguida a 175°C por 10 horas, enquanto que o outro foi recozido a 400°C por uma hora, seguido de 80°C por 24 horas. Como veremos adiante, a altura do pico de 280°C somente começa a tomar um valor considerável (~10% da do pico 5) para uma dose superior a  $10^4$  R. Assim sendo, a observação simultânea do pico 5 e o de 280°C, para doses inferiores ou da ordem de  $10^4$  R torna-se difícil. Em alguns casos, durante a leitura, foi efetuada um abaixamento da escala no eletrômetro, no momento em que cêrca de 3/4 do pico 5 era lido. Essa operação destaca melhor o pico de 280°C, possibilitando a sua leitura com maior precisão. Em conexão com essa leitura, podemos antecipar que, se com o pré-cozimento de 175°C por 10 horas eliminarmos o pico 5, devido ao fato do pico 3 estar mais distanciado do pico de 280°C, e também, devido ao fato da altura do pico 3 ser, em geral, menor que a do pico 5, a observação e a leitura do pico de 280°C torna-se iam mais fáceis.

As amostras encapsuladas de TLD-100 foram, então, irradiadas a diferentes doses, variando de 100 R a 65.000 R.

Na Fig. IV-1 a curva (a) é a de emissão do TLD-100 pré-cozido a 175°C por 10 horas e irradiado a 65.000 R; a curva (b), a do TLD-100 pré-cozido a 80°C por 24 horas e irradiado a 60.000 R.

O material lido foi, sem qualquer outro recozimento,

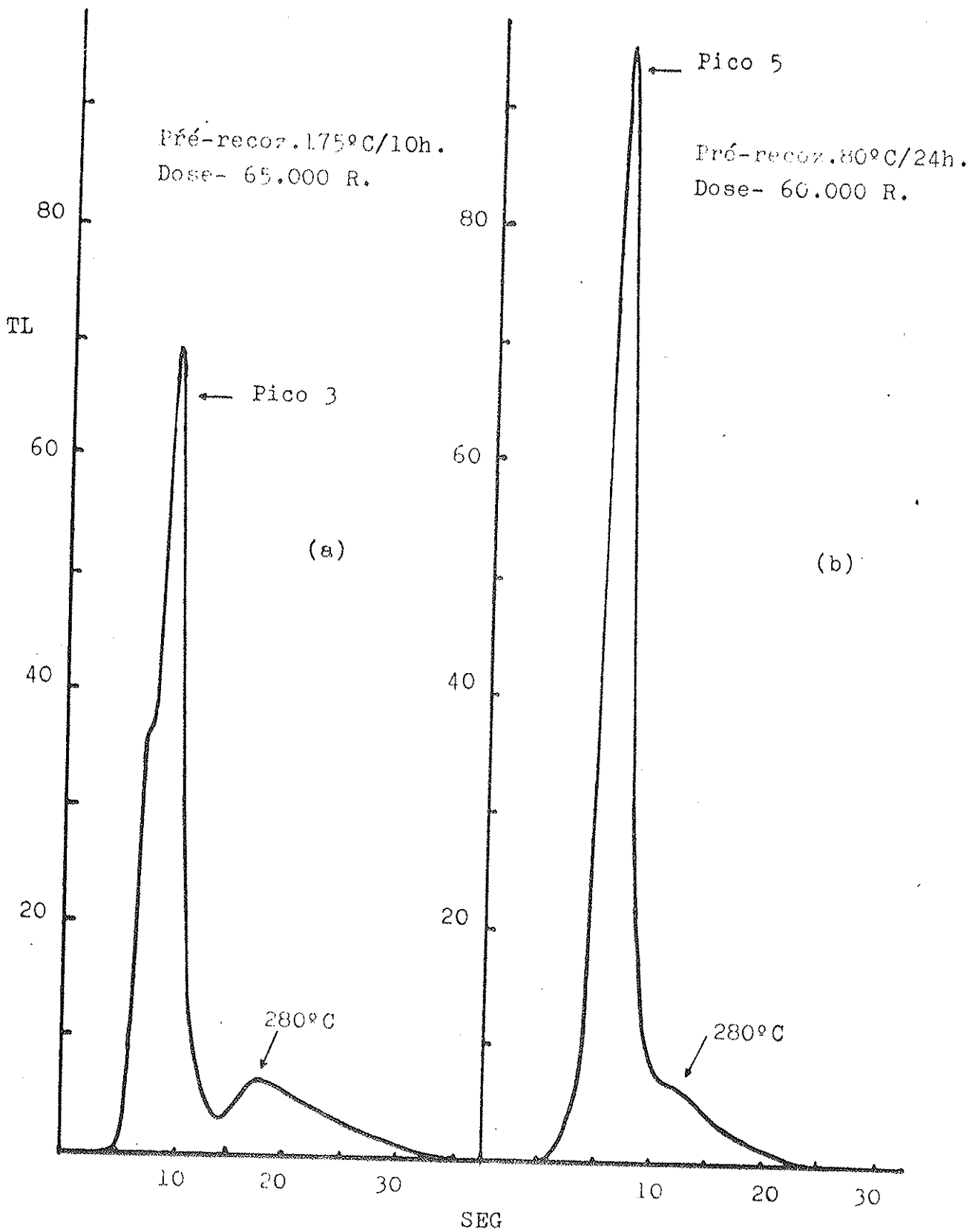


Fig. IV-1 - Curva de emissão de TLD-100: (a) pré-cozido a 175°C por 10 horas e irradiado a 65.000 R; (b) pré-cozido a 80°C por 24 horas e irradiado a 60.000 R.

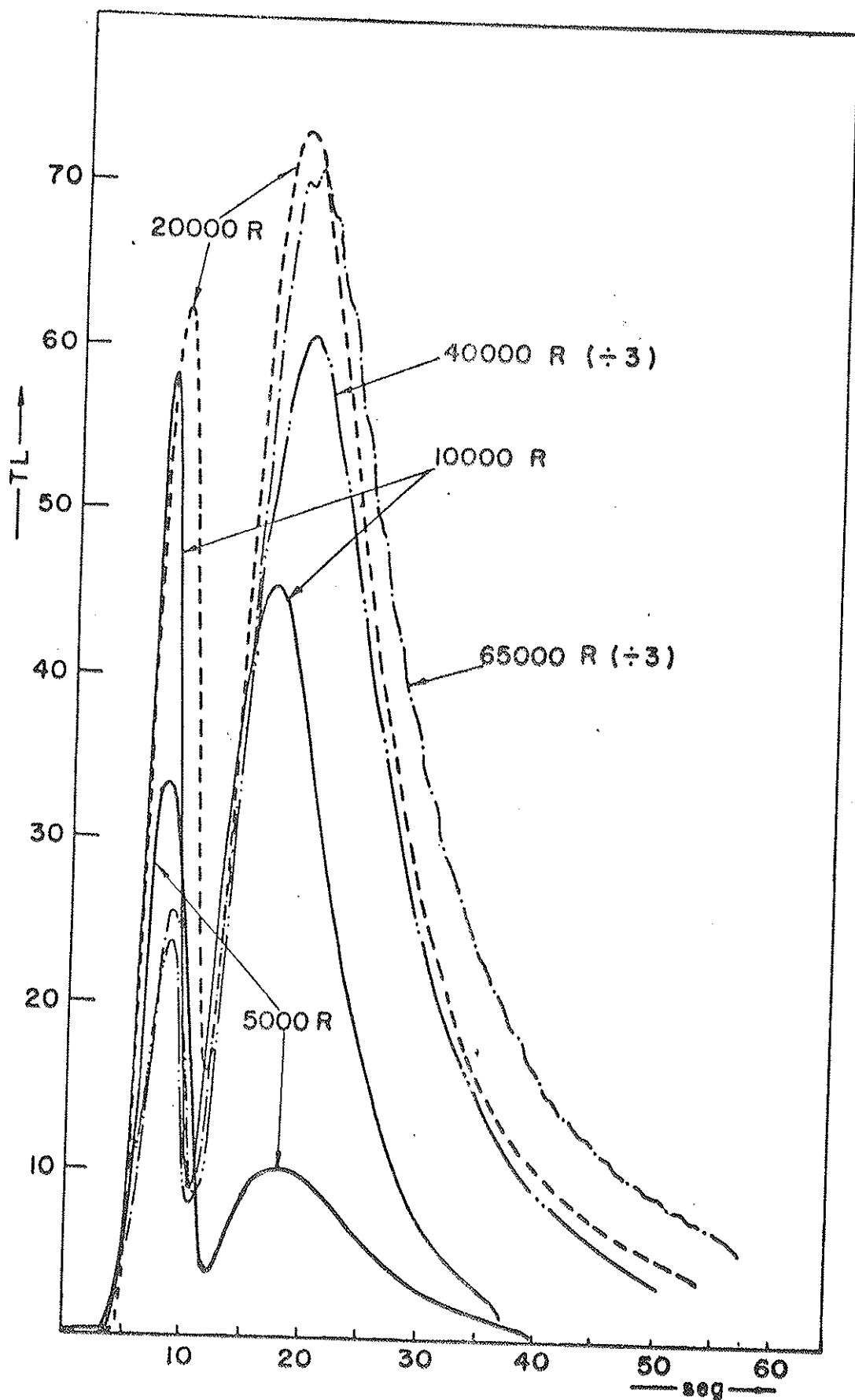


Fig. IV-2 - Curvas de emissão de TLD-100 previamente irradiado a doses indicadas na figura.

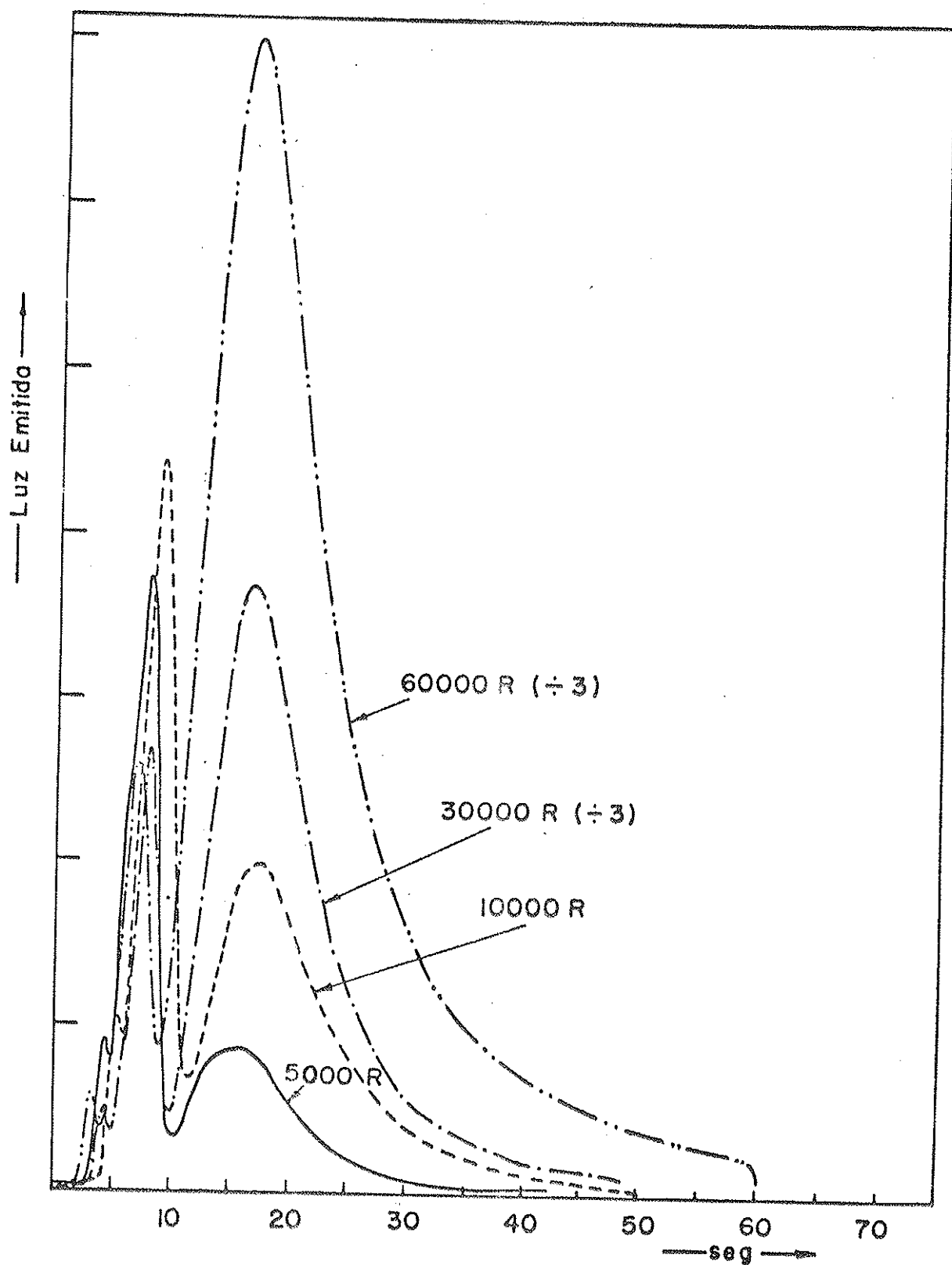


Fig. IV-3 - Curvas de emissão de TLD-100 prèviamente irradiado a doses indicadas na figura. Pós-recozimento a 400°C por 5 minutos; dose teste de 100R. Pré-recoz.-80°C/24h.

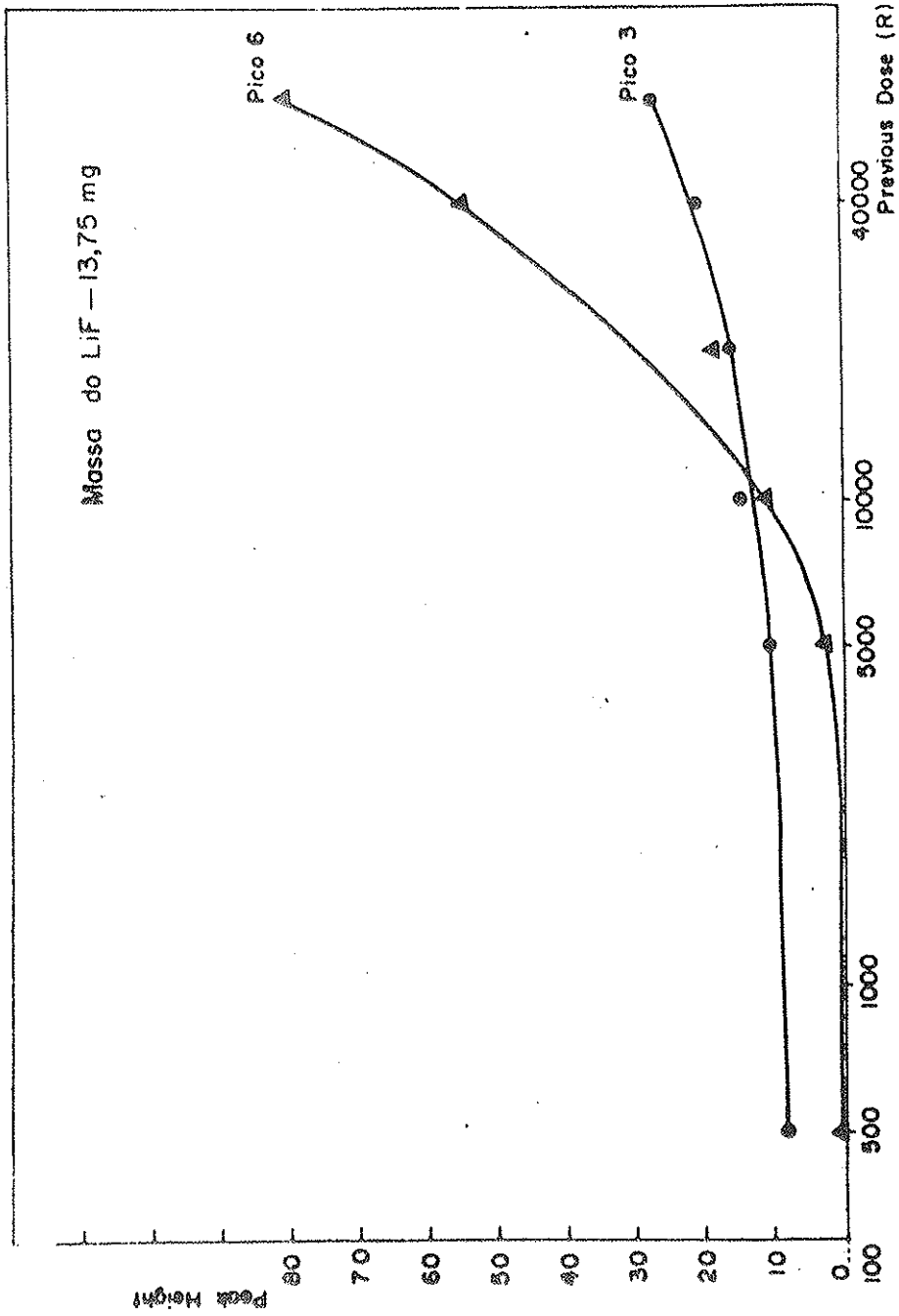


Fig. IV-4 - Curvas de S vs. dose prévia do pico 3 e de 280°C (altura dos picos).  
Dose teste de 100 R.

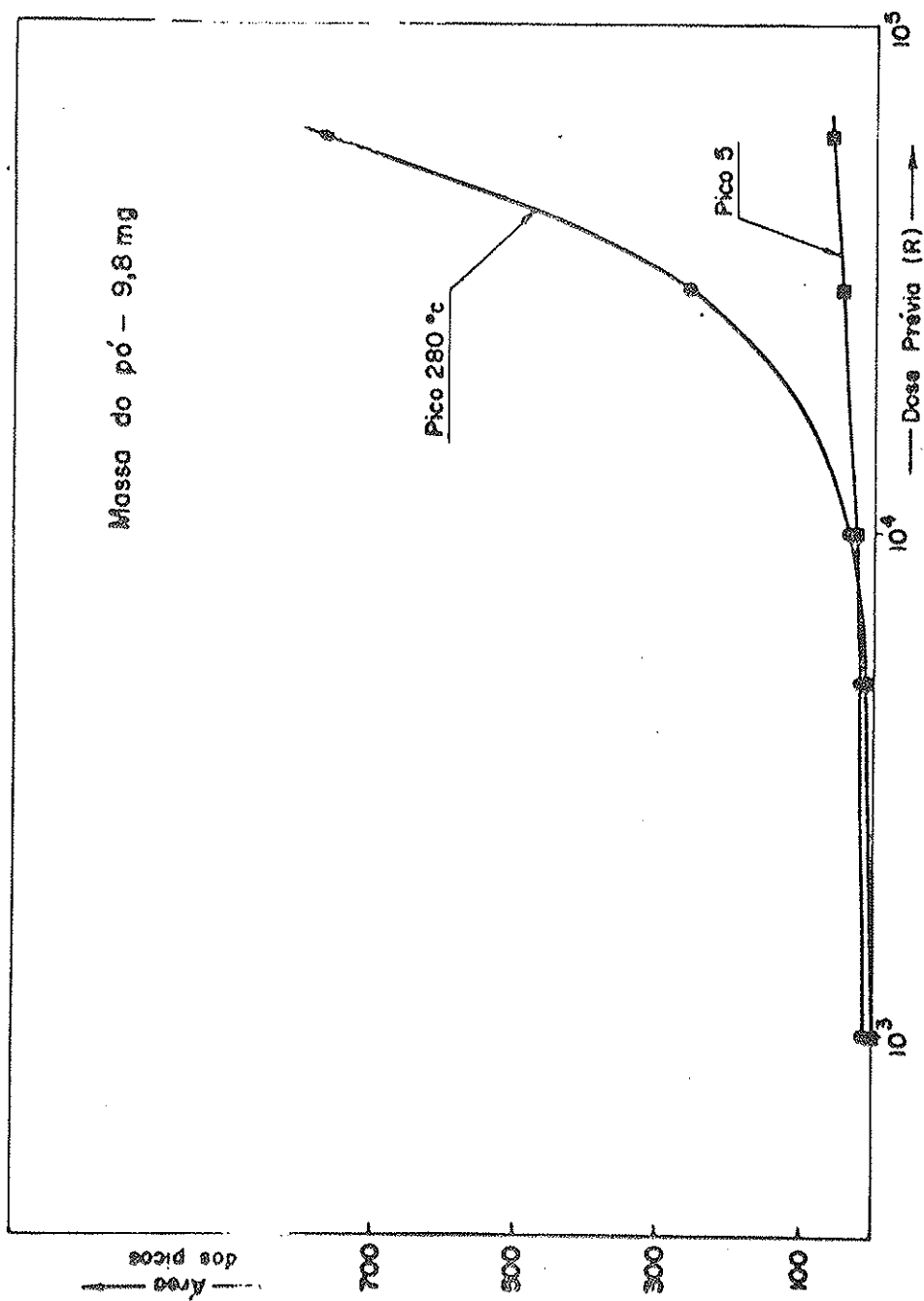


Fig. IV-5 - Curvas de S vs. dose prévia do pico 5 e de 280°C (área de baixo dos picos). Dose teste de 100R.

irradiado a dose teste de 100 R. Com a primeira leitura as armadilhas ficaram vazias.

As modificações que sofrem as curvas de emissão, quando o fluoreto de lítio é irradiado a doses de sensibilização, podem ser vistas nas Fig. IV-2 e IV-3. Na primeira, os fósforos foram pré-cozidos a 400°C por uma hora, seguido de 175°C por 10 horas, irradiados a doses indicadas na figura, lidos, irradiados a uma dose teste de 100 R e lidos. Na segunda, os fósforos foram recozidos a 80°C por 24 horas e irradiados a doses indicadas na figura, etc.

Na Fig. IV-4, as curvas de S vs. dose prévia do pico 3 e do pico de 280°C, do grupo A, são mostradas, enquanto que, na Fig. IV-5 temos as do grupo B. Na Fig. IV-4, S é medido pela altura dos picos e na Fig. IV-5, S é dado pela área debaixo dos picos.

d. Irradiação a doses baixas do material sensibilizado.

Cerca de 375 mg de TLD-100, pré-recozidos a 400°C por uma hora, divididos em 5 cápsulas CON-RAD, foram expostos a raios gama de  $^{137}\text{Cs}$ , com uma dose de ~70.000 R. O fósforo foi, antes da irradiação, lido no aparelho leitor e certificado que as suas armadilhas estavam vazias. Após a irradiação, o fluoreto de lítio foi lido e depois, recozido a 400°C por 5 minutos para remover qualquer resíduo. A experiência nos mostra que, na prática não é possível eliminar completamente a termoluminescência residual, restando algo equivalente ao e-

feito de 5 a 25 mR, no mínimo. Recolocado em 5 cápsulas, foi êle novamente submetido à irradiação de raios gama do Césio, desta vez a 0,04 R, 0,052 R, 0,26 R, 0,523 R e 1,046 R, juntamente com 5 cápsulas de LiF não sensibilizado e 5 cápsulas de fluorita, tipo 80 ppm(êstes pré-recozidos a 400°C por uma hora). Na Tabela IV-1 apresentamos o resultado dessas medidas.

Tabela IV-1 - Altura dos picos

Dose	Fluorita 80ppm			LiF não sensibil.		LiF sensibil.	
	Pico 1	Pico 2	Pico 3	Pico 5	Pico de 280°C	Pico 5	Pico de 280°C
0,04R	?	?	27,3	?	13,8	520	111
0,052R	?	?	19,7	?	12,0	5700	560
0,26R	3,6	1,7	15,6	5,6	13,2	277	122
0,523	10,4	2,6	33,0	12,5	11,0	1290	134
1,046	20,0	5,8	22,5	28,0	22,0	2410	255

#### e. Resultados e discussão

Pode-se ver na curva (a) da Fig. IV-1 que, quando o pico 5 é removido pelo processo de pré-recozimento a 175°C, pelo motivo exposto na secção b. dêste capítulo, o pico de 280°C torna-se mais destacado, facilitando a sua observação e a leitura.

Nas Fig. IV-2 e IV-3 pode ser visto o aumento da sensibilidade dos picos 3 e 5, respectivamente, e também,



do pico de 280°C com a dose prévia a que o fósforo foi submetido. Em particular pode-se notar o crescimento mais rápido do pico de 280°C, comparado com o dos picos 3 e 5. As curvas das Fig. IV-4 e IV-5 mostram êsse resultado de modo mais evidente.

Jones e Martin sugeriram que a razão  $x = (\text{altura do pico de } 200^\circ\text{C}) / (\text{altura do pico de } 280^\circ\text{C})$  do LiF não sensibilizado, sendo uma função da dose com valores maiores do que 0,1 na região de doses superiores a  $10^4$  R, fôsse usada na medida da radiação da ordem de MR. Essa medida pode ser feita com maior precisão, se usarmos a razão  $y = S (\text{pico } 5 \text{ ou } 3) / S (\text{pico de } 280^\circ\text{C})$ , pois, como se vê pelas curvas de emissão das Fig. IV-2 ou IV-3, a leitura do pico de 280°C, nêstes casos, pode ser feita sem ambiguidade, a menos do êrro experimental.

Êsse aumento colossal da sensibilidade do pico de 280°C, quando tratado com uma dose  $\sim 10^5$  R, sugere a sua utilização na medida de doses baixas. A importância dessa possibilidade reside nos seguintes dois pontos:

1. As doses de radiação a serem lidas na monitoração de pessoal no serviço de proteção radiológica nos reatores, laboratórios de Física, hospitais etc., dificilmente ultrapassam algumas centenas de mR, salvo casos especiais de acidentes.

2. As leituras de TL, fornecidas por aparelhos leitores comerciais, não são muito precisas para doses baixas, quando se usa o LiF não sensibilizado, devido ao background proveniente de, 1) radiação do corpo negro do fósfo

ro e plancheta, 2) "dark current" do tubo fotomultiplicador e 3) eventual quimiluminescência devido a reações entre o material termoluminescente e o ar atmosférico.

Os resultados apresentados na tabela IV-1 mostram que, o LiF sensibilizado com uma dose prévia de 70.000 R responde cêrca de 100 vêzes mais do que o fósforo não tratado, através do pico 5, e cêrca de 10 vêzes mais através do pico de 280°C. Semelhante resultado foi encontrado usando uma dose sensibilizante de 100.000 R. Não é claro o motivo porque, na medida acima mencionada, o pico de 280°C tem variação de sensibilidade menor que a do pico 5, quando o contrário era de se esperar, segundo o resultado contido na Fig. IV-5.

De qualquer modo parece ser certo que:

- a) O pico 5 e o pico de 280°C respondem 10 a 100 vêzes mais, quando o fósforo é sensibilizado;
- b) Nos três fósforos usados, o pico de temperatura baixa cresce aproximadamente proporcional à dose, enquanto que o de temperatura mais alta não parece sofrer uma variação proporcional à dose, no intervalo de ~0,01 R a ~1 R, devido ao background a que já nos referimos.

Ao concluir esta secção, não podemos deixar de comentar sôbre o comportamento diferente do pico de 280°C, comparado com o dos outros. Segundo Aitken, Tite e Fleming<sup>(21)</sup>, aquele pico responde supralinearmente à dose a partir de cêrca de 10 R, embora a sua resposta se mantenha sempre inferior à do pico 5. E' evidente então que, o mecanismo de preenchimento das armadilhas responsáveis pelo pico de 280°C, é diferente do dos outros, isto é, se a hipótese de armadilhas profundas de competição, proposta por Cameron e Suntharalingam,

fôr válida, aquelas não tomam parte nessa competição. É possível mesmo que, sejam os eletrons os capturados pelas armadilhas do pico de 280°C, e não os buracos.

Um programa de estudos para esclarecer êstes pontos, já está sendo executado.

CONCLUSÕES FINAIS E SUGESTÕES PARA  
TRABALHOS FUTUROS

Embora a termoluminescência seja um fenômeno conhecido de há muito tempo, e embora seja ela uma propriedade de irmã dos centros de côm, nos cristais iônicos, relativamente pouco estudo tem sido feito a seu respeito, comparado com a atenção que os centros de côm têm recebido. Dados mais variados, tanto quantitativos como qualitativos, são necessários a fim de podermos entender o mecanismo desse fenômeno, no que diz respeito a natureza das armadilhas, o efeito de recozimento pré e pós-irradiação na sua associação ou dissociação, o efeito da radiação de alta dose no aumento da sensibilidade do fósforo, a dependência da resposta TL à dose absorvida, e em particular, no caso do LiF, o comportamento peculiar do pico de 280°C.

Assim, são as seguintes, as nossas sugestões para futuras investigações:

1. continuar outros estudos dos efeitos de pré e pós-recozimentos para colher mais informações;
2. examinar as condições para que o pico de 280°C, sensibilizado, possa ser utilizado na medida prática de exposições de cerca de 10 mR a 10 R;
3. estender as medidas de absorção ótica para estabelecer a relação entre os centros de côm com os centros de termoluminescência, em particular, usar os processos de eliminação de alguns dos picos por pré-recozimentos específicos, e correlacionar sem ambiguidade, os picos de TL às

bandas de absorção;

4. medir a fotocondutividade de monocristal pré-recozido e irradiado, e investigar a correlação entre a corrente medida e a curva de emissão;

5. estudar o efeito de raios alfa na provocação da termoluminescência do LiF:Mg;

6. investigar a termoluminescência do LiF:Mn, visando o exame do efeito de Mn como impureza (êste material nos foi ofertado pelo Dr. Milton F. de Souza, do Departamento de Física da Escola de Engenharia de São Carlos, a quem agradecemos por esta gentileza);

7. estudar a termoluminescência de outros materiais pouco ou nada investigados.

BIBLIOGRAFIA

- (1) Spurný, Z., Atomic Energy Review 3, 61 (1965)
- (2) Cameron, J.R., Suntharalingam, N. and Kenney, G.N., Thermoluminescent Dosimetry, The University of Wisconsin Press, Madison (1968).
- (3) Daniels, F. and Hecklesberg, L., Final Report to the U.S.A.E.C., Contract No. AT-(11-1) - 27 (1951).
- (4) Daniels, F., Boyd, C. A. and Saunders, D.F., Science 117, 343 (1953).
- (5) Ginther, R.J. and Kirk, R.D., J. Electrochem. Soc. 271, 243 (1963).
- (6) Zimmerman, D.W., Rhyner, C.R. and Cameron, J.R., Health Physics 12, 525 (1966).
- (7) Cameron, J.R., DeWerd, L., Wagner, J., Wilson, C., Doppke K. and Zimmerman, D.W., Proceedings of the Conference on Solid State and Chemical Radiation Dosimetry in Medicine and Biology, pag. 77, IAEA, Vienna (1967).
- (8) Johnston, W.G., J. Appl. Phys. 33, 2050 (1962).
- (9) Pilcher, P., Schinke, D. and Friauf, R. J., J. Phys. Chem. Solids 24, 1687 (1963).
- (10) Christy, R. W., Johnson, N. M. and Wilburg, R. R., J. Appl. Phys. 38, 2099 (1967).
- (11) Claffy, E. W., Proc. International Conference on Luminescence Dosimetry, pag. 74, U.S.A.E.C. Report, CONF-650637 (1965).
- (12) Klick, C. C., Claffy, E. W., Gorbics, S. G., Attix, F. H., Schulman, J. H. and Allard, J. G., J. Appl. Phys. 38, 3867 (1967).

- (13) Cameron, J.R., Progress Report on A.E.C. contract AT-11-1) - 1105 (1967).
- (14) Jones, J. L. and Martin, J. A., Health Physics 14, 521 (1968).
- (15) Suntharalingam, N., Tese de doutoramento, Universidade de Wisconsin (1967).
- (16) Mott, N. F. e Gurney, R. W., Electronic Processes in ionic crystals, Oxford University Press, London (1946).
- (17) Schulman, J. H., Kirk, R. D., and West, E. J., Proc. International Conference on Luminescence Dosimetry, pag. 113, U.S.A.E.C. Report, CONF-650637 (1965).
- (18) Markham, J. J., F-centers in Alkali Halides, Supplement 8 to Solid State Physics, Academic Press, (1966).
- (19) Wingate, C. L., Tochilin, E. and Goldstein, N., Proc. International Conference on Luminescence Dosimetry, pag. 421, U.S.A.E.C. Report, CONF-650637 (1965).
- (20) Simpsons, R. E., Proc. International Conference on Luminescence Dosimetry, pag. 444, U.S.A.E.C. Report, CONF-650637 (1965).
- (21) Aitken, M. J., Tite, M. S. and Fleming, S. J., Proc. International Conference on Luminescence Dosimetry, pag. 490, U.S.A.E.C. Report, CONF-650637 (1965).

INDICE

	Pag.
Prefácio .....	I

CAPÍTULO I

## Introdução

a. Considerações gerais .....	1
b. Modelo simples de termoluminescência .....	4
c. Principais características da termoluminescência..	6
d. Fluoreto de Lítio ativado com o Magnésio .....	9
e. Objetivo do presente trabalho .....	14

CAPÍTULO II

## Propriedades de termoluminescência dos picos 2 e 3

a. Material e métodos experimentais .....	17
b. Decaimento dos picos .....	24
c. Supralinearidade .....	24
d. Medidas de S e S/So .....	25
e. Dependência de S com o tempo de pós-recozimento dos mini-dosímetros sensibilizados .....	36
f. Resultados .....	41
g. Discussão dos resultados .....	43

CAPÍTULO III

## Outras propriedades de recozimento do LiF:Mg

a. Transformação térmica da natureza das armadilhas..	47
b. Dependência da TL com a temperatura de pré-cozi- mento para o tempo fixo de 10 horas .....	49



c. Ausência de competição entre os picos de 1 a 5 .....	50
d. Pré-cozimento à temperaturas abaixo de 0°C .....	57
e. Outros efeitos de pós-recozimento .....	59
f. Resultados e discussão .....	63

#### CAPITULO IV

##### Propriedades do pico de 280°C

a. Considerações gerais .....	67
b. Material e Instrumentação .....	68
c. Sensibilização do pico de 280°C em TLD-100 .....	69
d. Irradiação à doses baixas do material sensibilizado, .....	75
e. Resultados e discussão .....	76

CONCLUSÕES FINAIS E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS...	80
---------------------------------------------------------	----

BIBLIOGRAFIA .....	82
--------------------	----

INDICE .....	84
--------------	----