

RENATA DOS SANTOS MELO

**ESTUDO DO EFEITO DA INTERAÇÃO DE  
RADIAÇÕES IONIZANTES COM O SISTEMA  
VÍTREO LBA ( $LiO_2 - B_2O_3 - Al_2O_3$ )  
NANOESTRUTURADO COM  
NANOCRISTAIS de  $CaF_2$  E DOPADO COM  
 $TiO_2$  E  $Ag$**

UBERLÂNDIA

2019



RENATA DOS SANTOS MELO

**ESTUDO DO EFEITO DA INTERAÇÃO DE  
RADIAÇÕES IONIZANTES COM O SISTEMA VÍTREO  
LBA ( $LiO_2 - B_2O_3 - Al_2O_3$ ) NANOESTRUTURADO  
COM NANOCRISTAIS de  $CaF_2$  E DOPADO COM  $TiO_2$   
E  $Ag$**

Trabalho de conclusão de curso apresentado  
ao curso de Física Licenciatura da Universi-  
dade Federal de Uberlândia, como requisito  
parcial para conclusão do curso.

Universidade Federal de Uberlândia – UFU

Instituto de Física

Orientador: ADEMIR CAVALHEIRO

Coorientador: NOELIO OLIVEIRA DANTAS

UBERLÂNDIA

2019

RENATA DOS SANTOS MELO

ESTUDO DO EFEITO DA INTERAÇÃO DE RADIAÇÕES IONIZANTES COM O SISTEMA VÍTREO LBA ( $LiO_2 - B_2O_3 - Al_2O_3$ ) NANOESTRUTURADO COM NANOCRISTAIS DE  $CaF_2$  E DOPADO COM  $TiO_2$  E  $Ag$ / RENATA DOS SANTOS MELO. – UBERLÂNDIA, 2019-

52p. : il. (algumas color.) ; 30 cm.

Orientador: ADEMIR CAVALHEIRO

Trabalho de Conclusão de Curso – Universidade Federal de Uberlândia – UFU  
Instituto de Física, 2019.

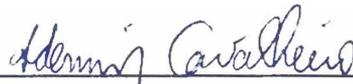
1. Dosímetro termoluminescente. 2. LBA. 2. Termoluminescência. I. Ademir Cavaleiro. II. Universidade Federal de Uberlândia. III. Instituto de Física. IV. ESTUDO DO EFEITO DA INTERAÇÃO DE RADIAÇÕES IONIZANTES COM O SISTEMA VÍTREO LBA ( $LiO_2 - B_2O_3 - Al_2O_3$ ) NANOESTRUTURADO COM NANOCRISTAIS DE  $CaF_2$  E DOPADO COM  $TiO_2$  E  $Ag$

RENATA DOS SANTOS MELO

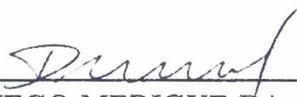
**ESTUDO DO EFEITO DA INTERAÇÃO DE  
RADIAÇÕES IONIZANTES COM O SISTEMA VÍTREO  
LBA ( $LiO_2 - B_2O_3 - Al_2O_3$ ) NANOESTRUTURADO  
COM NANOCRISTAIS de  $CaF_2$  E DOPADO COM  $TiO_2$   
E  $Ag$**

Trabalho de conclusão de curso apresentado  
ao curso de Física Licenciatura da Universi-  
dade Federal de Uberlândia, como requisito  
parcial para conclusão do curso.

Trabalho aprovado. UBERLÂNDIA, 28 de junho de 2019:



ADEMIR CAVALHEIRO  
Orientador - INFIS/UFU



DIEGO MERIGUE DA CUNHA  
INFIS/UFU



JOSÉ ROBERTO TOZONI  
INFIS/UFU

UBERLÂNDIA  
2019



# Agradecimentos

Agradeço ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico) pela bolsa de Iniciação Tecnológica concedida para a realização do projeto.

Aos Professores Dr. Ademir Cavalheiro e Dr. Noelio Oliveira Dantas pela orientação no trabalho.

À Professora Dra. Anielle Christine Almeida Silva pela ajuda na operação dos equipamentos, tanto da parte operacional quanto da utilização dos softwares.

Agradeço também ao estudante de doutorado do LNMIS (Laboratório de Novos Materiais Isolantes e Semicondutores), Rosinildo Fideles do Nascimento, pela ajuda na síntese do material.

À estudante de doutorado Alessandra dos Santos Silva, também do LNMIS, por toda ajuda.

Ao estudante de graduação em Física Médica Giovanni Siniciato, pela colaboração com o projeto.

Ao Professor Dr. Antônio Ariza Gonçalves Júnior pela disponibilidade em irradiar as amostras.

Ao Professor Dr. Keizo Yukimito da UNESP de Ilha Solteira - SP, pela disponibilidade em utilizar o equipamento para obtenção dos dados termoluminescentes.



*"A imaginação muitas vezes nos leva a mundos que nunca sequer existiram.  
Mas sem ela, não vamos a lugar nenhum."  
(Carl Sagan)*



# Resumo

A matriz vítrea LBA, com composição nominal  $50Li_2O.45B_2O_3.5Al_2O_3$  (mol %), foi sintetizada pelo método de fusão, não dopada e dopada com um ou mais dos seguintes dopantes:  $CaF_2$ ,  $TiO_2$  e  $Ag$ . Sendo possível controlar a cinética de cristalização e estudar algumas de suas propriedades a partir das técnicas experimentais de Difração de Raios X (DRX) e Análise Térmica Diferencial (DTA). As amostras, dopadas e não dopadas, foram submetidas ao tratamento térmico a  $450^\circ C$  durante 12h. Pela técnica de DRX foi possível observar a formação de cristais, principalmente de  $LiBO_2$  na matriz sem dopantes e tratada termicamente, e predominantemente cristais de  $LiF$  para as demais amostras tratadas termicamente. As amostras foram submetidas a radiação ionizante com dose de 10 Gy. Ao observar as curvas de emissão termoluminescentes podemos verificar que houve liberação de elétron armadilhado para algumas amostras, com maior intensidade na amostra  $LBA + 45CaF_2 + 5TiO_2$  com pico em  $419^\circ C$ . Em outras amostras ocorreram o processo, porém não pode ser observado devido a temperatura não ter atingido a energia térmica necessária para liberação do elétron.

**Palavras-chave:** Dosímetro termoluminescente, LBA, Termoluminescência.



# Abstract

The glass matrix LBA, with composition  $50Li_2O.45B_2O_3.5Al_2O_3$  (mol %), was synthesized with the fusion method, doped and non-doped with one or more of the following composition:  $CaF_2$ ,  $TiO_2$  e  $Ag$ . Controlling the kinetics of crystallization and studying the X Ray Diffraction (XRD) and Differential Thermal Analysis (DTA). The samples, doped and non-doped, was submitted to heat treatment at  $450^\circ C$  during 12h. With XRD technique was possible to observe crystal formation, mainly of  $LiBO_2$  in the matrix without dope and heat treated, and predominantly crystals of  $LiF$  for the others samples heat treated. All the samples were submitted to ionizing radiation with a dose of 10 Gy. Observing the thermoluminescent emission curves we can check that there was release of electron in the trap for some samples, with higher intensity of  $LBA + 45CaF_2 + 5TiO_2$  with peak in  $419^\circ C$ . The others samples began the process, but can not be observed because the temperature did not reach thermal energy required to release the electron of the trap.

**Keywords:** Thermoluminescent dosimeter, LBA, Thermoluminescence.



# Lista de ilustrações

Figura 1 – Diagrama de relação entre volume e temperatura do vidro, cristal e líquido. Fonte adaptada de: (PAUL, 1989, p. 3) . . . . .	25
Figura 2 – Esquema do princípio de operação da DTA. Fonte: (GUY, 1980, p. 35)	26
Figura 3 – Modelo ilustrativo da fração da reação. Fonte: (SILVA, 2011, p. 26) . .	27
Figura 4 – Esquema de funcionamento operacional do equipamento de DRX. Fonte: (GUY, 1980, p. 36) . . . . .	29
Figura 5 – Modelo de emissão de sinal TL. Fonte adaptada: (YUKIHARA; MC-KEEVER, 2011) . . . . .	29
Figura 6 – Pico isolado de uma curva TL. Fonte adaptada de: (CHEN; PAGONIS, 2011, p. 72) . . . . .	31
Figura 7 – Termograma matriz LBA ( $\beta = 20^\circ\text{C}/\text{min}$ ) . . . . .	35
Figura 8 – Termograma matriz $LBA + xCaF_2$ . . . . .	36
Figura 9 – Termograma matriz $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$ e $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2 + yAg$ . . . . .	36
Figura 10 – Difratograma da matriz LBA com e sem tratamento térmico. . . . .	37
Figura 11 – Difratograma da $LBA + 45CaF_2$ . . . . .	38
Figura 12 – Difratogramas $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$ e $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2 + yAg$ com e sem tratamento térmico . . . . .	38
Figura 13 – Curvas de emissão TL da $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$ . . . . .	40
Figura 14 – Curvas de emissão TL da $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2 + yAg$ . . . . .	40



# Lista de tabelas

Tabela 1 – Dopagem da matriz LBA com variação de concentração de $x\text{CaF}_2$ . . .	33
Tabela 2 – Dopagem da matriz LBA com variação de concentração de $x\text{TiO}_2$ com $45\text{CaF}_2$ . . . . .	33
Tabela 3 – Dopagem da matriz LBA com variação de concentrações de $x\text{TiO}_2$ e $y\text{Ag}$ com $45\text{CaF}_2$ . . . . .	34
Tabela 4 – Temperaturas características da LBA . . . . .	35
Tabela 5 – Distâncias interplanares da LBA e $LBA + 45\text{CaF}_2$ . . . . .	39
Tabela 6 – Distâncias interplanares da $LBA + 45\text{CaF}_2 + x\text{TiO}_2$ . . . . .	39
Tabela 7 – Distâncias interplanares da $LBA + 45\text{CaF}_2 + x\text{TiO}_2 + y\text{Ag}$ . . . . .	39
Tabela 8 – Parâmetros das curvas de emissão TL da $LBA + 45\text{CaF}_2 + x\text{TiO}_2$ e $LBA + 45\text{CaF}_2 + x\text{TiO}_2 + y\text{Ag}$ . . . . .	41



# Lista de abreviaturas e siglas

LNMIS	Laboratório de Novos Materiais Isolantes e Semicondutores
INFIS	Instituto de Física - UFU
TL	Termoluminescência
DTA	Differential Thermal Analysis (Análise Térmica Diferencial)
DRX	Difração de Raios X
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standarts
ICSD	Inorganic Crystal Structure Database
TLD	Dosímetro Termoluminescente
LBA	Nome denominado a matriz vítrea de composição $50Li_2O.45B_2O_3.5Al_2O_3$
<i>Ag</i>	Prata
<i>CaF<sub>2</sub></i>	Fluoreto de Cálcio
<i>TiO<sub>2</sub></i>	Óxido de Titânio



# Sumário

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>21</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b>	<b>23</b>
<b>3</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b>	<b>25</b>
<b>3.1</b>	<b>Estrutura vítrea</b>	<b>25</b>
<b>3.2</b>	<b>Análise Térmica Diferencial (DTA)</b>	<b>26</b>
3.2.1	Método Isotérmico	26
3.2.2	Método Não Isotérmico	27
<b>3.3</b>	<b>Difração de Raios X</b>	<b>28</b>
<b>3.4</b>	<b>Curva de Emissão Termoluminescente (TL)</b>	<b>28</b>
3.4.1	Métodos para determinar os parâmetros	30
3.4.1.1	Método de Randall-Wilkins	30
3.4.2	Métodos pela forma da curva TL	30
3.4.2.1	Método de Grossweiner	30
3.4.2.2	Método de Lushchik	31
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>33</b>
<b>4.1</b>	<b>Procedimentos:</b>	<b>33</b>
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>35</b>
<b>5.1</b>	<b>DTA - Termogramas</b>	<b>35</b>
5.1.1	Termograma da matriz LBA	35
5.1.2	Termograma da $LBA + xCaF_2$	35
5.1.3	Termogramas da $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$ e codopada com $yAg$	36
<b>5.2</b>	<b>Difratogramas:</b>	<b>37</b>
<b>5.3</b>	<b>Curva de emissão TL</b>	<b>39</b>
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>43</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>45</b>
	<b>APÊNDICES</b>	<b>49</b>
	<b>APÊNDICE A – ENSINO DE FÍSICA</b>	<b>51</b>



# 1 Introdução

Após a descoberta dos raios X por Wilhelm Conrad Roentgen em 1895, e da radiatividade pelo casal Curie e Becquerel, em 1896, iniciou-se o uso da radiação ionizante nos tratamentos medicinais. Devido à grande exposição que os profissionais sofriam, teve-se a preocupação com o controle da detecção da radiação e da dose para avaliação pessoal. (BRAVIM, 2010)

Essa preocupação trouxe a necessidade do desenvolvimento de materiais capazes de absorver parte da radiação incidente, dosímetros, onde pode ser lido a quantidade de energia armazenada com equipamentos adequados, controlando, assim, a quantidade de radiação que o usuário pode receber sem que haja danos irreversíveis para sua saúde. A média de dose anual de fontes naturais e/ou artificiais é  $3,6mSv$  (3,6 mili Sievert), onde  $1Sv = 1 \frac{J}{Kg}$ , essa dose pode ser variada para cada região do planeta, idade, estado de saúde, gênero, profissão (CASIMIRO, 2016). Pela norma 301 do CNEN (Comissão Nacional de Energia Nuclear) é permitido a dose efetiva de até  $1mSv/ano$  para o público e até  $20mSv/ano$  para pessoas ocupacionalmente expostas (CNEN, 2004).

Os sólidos apresentam defeitos em sua estrutura que caracteriza grande parte de suas importantes propriedades, em que se destacam a condutividade elétrica de alguns semicondutores, a cor dos cristais iônicos, termoluminescência, cinética de cristalização de vidros, propriedades mecânicas dos metais e ligas (REUVEN; MCKEEVER, 1997). Devido ao avanço tecnológico, várias pesquisas vêm sendo realizadas para o conhecimento da natureza desses materiais (ROJAS, 2005; SIEBEL et al., 2013; NASCIMENTO, 2010; SILVA, 2011).

Devido à alta sensibilidade dos materiais termoluminescentes, suas propriedades físicas têm sido investigadas para implantação em dosimetria (AZORIN; FURETTA; SCACCO, 1993; DUCH et al., 1998; VENABLES et al., 2004). Fluoreto de Cálcio ( $CaF_2$ ) e Fluoreto de Lítio ( $LiF$ ) se destacam devido a sua alta sensibilidade, com melhor resultado quando dopados com metais de transição ou elementos de terras raras (TR) trivalentes (TOPAKSU; YAZICI, 2007; FURETTA; LEE, 1983; MAHESH; WENG; FURETTA, 1989). Porém os cristais, no geral, têm um alto custo de produção e baixa estabilidade térmica.

Uma alternativa de substituição de detectores de radiação ionizantes são vidros e as vitrocerâmicas termoluminescentes. A possibilidade de controlar a estequiometria desses materiais permite obter um material com características desejáveis à dosimetria (REUVEN; MCKEEVER, 1997 apud SILVA, 2011, p. 2). Esses materiais são fáceis de produzir, podendo ser sintetizados por dois meios: por cristalização durante o resfriamento,

melt, ou por cristalização quando submetida a uma temperatura adequada. Alguns vidros, tal como o fluoreto de lítio, submetidos a radiações ionizantes, têm sido estudados devido seu número atômico efetivo ser muito próximo do tecido humano ( $Z_{\text{eff}} = 7.42$ ). Além dessas características, esses vidros são de fácil produção, tornando-os materiais apropriados para a utilização em dosimetria (SILVA, 2011).

## 2 Objetivos

### Geral

O objetivo geral deste trabalho foi sintetizar e estudar materiais vítreos de composições diferentes das comumente utilizadas, com a finalidade de utilizá-los como dosímetros termoluminescentes, detectores de radiação ionizante, no LNMIS, utilizando a matriz vítrea LBA ( $LiO_2 - B_2O_3 - Al_2O_3$ ) nanoestruturada com nanocristais de  $CaF_2$  e dopado com  $TiO_2$  e  $Ag$ . Visando a utilização como detector de radiação ionizante, como os que são comercializados.

### Específicos

- Sintetizar vidros à base do Sistema Vítreo LBA pelo Método de Fusão;
- Sintetizar vidros à base do Sistema Vítreo LBA dopado com  $CaF_2$ ;
- Sintetizar vidros à base do Sistema Vítreo LBA dopado com  $CaF_2$ ,  $TiO_2$  e  $Ag$ ;
- Determinar a Temperatura de Transição Vítreo ( $T_g$ ) do Sistema Vítreo LBA, bem como dele dopado com:  $CaF_2$ ;  $TiO_2$  e  $Ag$ , por Análise Térmica Diferencial (DTA);
- Fazer aquisições de Difractogramas de Raios X (DRX) do Sistema Vítreo LBA, bem como dele dopado com:  $CaF_2$ ;  $TiO_2$  e  $Ag$ ;
- Submeter o do Sistema Vítreo LBA, bem como dele dopado com:  $CaF_2$ ;  $TiO_2$  e  $Ag$ , a Tratamentos Térmicos em torno das correspondentes temperaturas de transição vítrea, para favorecer o crescimento de nanocristais;
- Fazer aquisições de Difractogramas de Raios X (DRX) do Sistema Vítreo LBA, bem como dele dopado com:  $CaF_2$ ;  $TiO_2$  e  $Ag$ , após submeter as amostras aos referidos tratamentos térmicos;
- Submeter os referidos vidros sem e após tratamentos térmicos à exposição de radiações ionizantes;
- Fazer aquisições de Curvas de Emissão Termoluminescentes (TL) dos referidos vidros expostos à radiação ionizante, para verificar sensibilidade, estabilidade térmica e dependência energética da radiação ionizante.



## 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 3.1 Estrutura vítrea

Usualmente é comum ver a utilização do termo *vidro* como um objeto sólido e transparente, um líquido que é super-esfriado, entretanto a estrutura vítrea pode ter aparências diferentes, tal como pirolitos e algodão doce, um sólido e não transparente e o outro flexível (PAUL, 1989).

Genericamente um vidro é obtido a partir do esfriamento de um líquido até se tornar rígido, que é explicado pelo diagrama de volume-temperatura, figura 1.

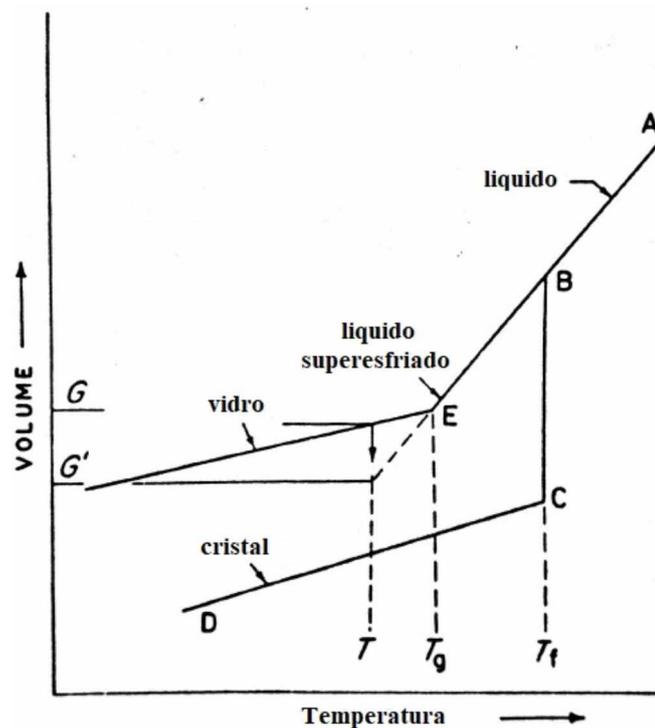


Figura 1 – Diagrama de relação entre volume e temperatura do vidro, cristal e líquido.  
Fonte adaptada de: (PAUL, 1989, p. 3)

Quando o líquido é esfriado, do ponto A ao B, até a temperatura  $T_f$ , ocorre uma fusão e cristalização do material. Entretanto se o líquido é esfriado suficientemente rápido, não há uma cristalização no ponto  $T_f$ , o volume do líquido decresce do ponto B ao E, em E ocorre a transição vítrea  $T_g$ . Somente abaixo de  $T_g$  é material vítreo. O ponto  $T_g$  pode ser variado de posição conforme a taxa de esfriamento (PAUL, 1989; IZUMITANI, 1986).

## 3.2 Análise Térmica Diferencial (DTA)

Differential Thermal Analysis (DTA), Análise Térmica Diferencial, é uma técnica de análise térmica, o registro dos dados é chamado de *differential thermal* ou curva DTA (GALLAGHER; BROWN; KEMP, 1998). Para que um material passe do estado sólido para líquido é necessário que absorva energia, esse processo é chamado de endotérmico; do líquido para o sólido é necessário liberar energia, processo chamado de exotérmico, ambos os processos são caracterizados por picos de mínimo e máximo respectivamente. Os equipamentos de análise térmica possuem um pequeno forno onde é aquecida a amostra e uma referência em cadinhos. As temperaturas da amostra ( $T_s$ ) e da referência ( $T_r$ ) são detectadas por termopares, esquema do princípio de operação na figura 2. Utilizando essa técnica a amostra e a referência são aquecidas lenta e uniformemente. Gerando uma variação  $\Delta T = T_s - T_r$ , registrando picos ou vales sobre a linha de base (SILVA, 2011; GUY, 1980).

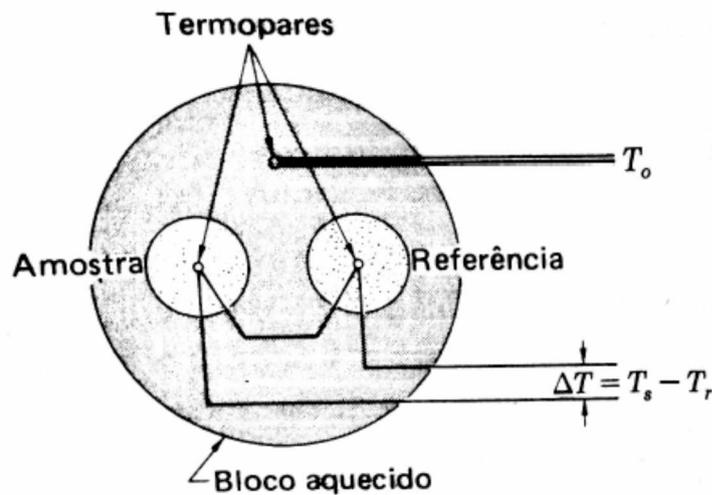


Figura 2 – Esquema do princípio de operação da DTA. Fonte: (GUY, 1980, p. 35)

Para a análise térmica há dois métodos adotados: O Método Isotérmico e o Método Não Isotérmico. A fração cristalizada é definida por  $x = (A_t/A)$ , sendo que  $A$  é a área total da curva exotérmica, figura 3,  $t_i$  é o início da cristalização e  $t_f$  é o final da cristalização.

### 3.2.1 Método Isotérmico

A equação de Jhonson-Mehl-Avrami, JMA 3.1, descreve a cristalização do vidro (AVRAMI, 1939; WILLIAM; MEHL, 1939).

$$x = 1 - \exp[-(kt)^n] \quad (3.1)$$

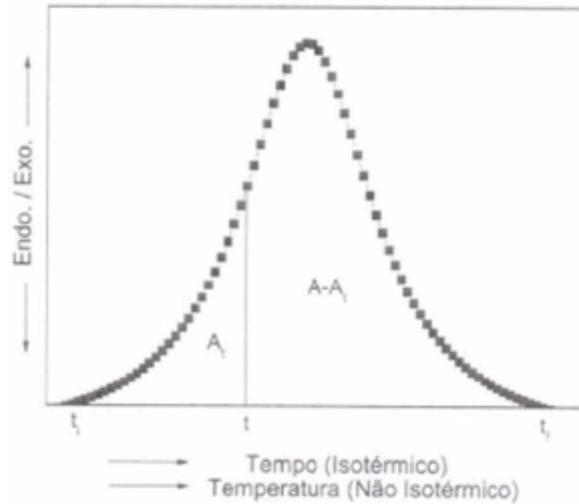


Figura 3 – Modelo ilustrativo da fração da reação. Fonte: (SILVA, 2011, p. 26)

onde  $x$  é a proporção fracionaria,  $n$  é o expoente de Avrami e  $k$  é uma constante relacionada com a energia de ativação da cristalização  $E$  pela forma:

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \quad (3.2)$$

onde  $k_0$  é o fator pré-exponencial,  $R$  é a constante universal dos gases,  $T$  a temperatura de tratamento térmico para a nucleação.

Fazendo o logaritmo da equação 3.1 e ajuste linear no gráfico de  $\ln[-\ln(1-x)]$  vs  $\ln(t)$  para diferentes temperaturas, obtém-se os parâmetros térmicos  $n$  e  $k$ .

$$\ln[-\ln(1-x)] = n \ln(k) + n \ln(t) \quad (3.3)$$

Fazendo o logaritmo e a linearização do gráfico de  $\ln(k)$  vs  $1/T$  para diferentes temperaturas da equação 3.2 obtém-se  $E$ . Para esse método  $k_0$  é constante pois não considera que o número de núcleos seja variável.

$$\ln(k) = \ln(k_0) - \left(\frac{E}{RT}\right) \quad (3.4)$$

### 3.2.2 Método Não Isotérmico

Como o processo de nucleação é variável, Matusita e colaboradores (MATUSITA; KOMATSU; YOKOTA, 1984; MATUSITA; SAKKA, 1980) levaram em consideração a cristalização e nucleação, propondo um método de análise, distinguindo a cristalização de superfície (*surface crystallization*) e a cristalização de volume (*bulk crystallization*), apresentando a equação:

$$\ln[-\ln(1-x)] = -n \ln(\beta) - 1,052 \left(\frac{mE}{RT}\right) + \text{constante} \quad (3.5)$$

onde  $\beta$  é a taxa de aquecimento;  $m$  é o fator numérico que depende do mecanismo de cristalização e  $n$  o fator numérico que depende do mecanismo de nucleação. Para a cristalização da superfície ser dominante temos,  $m = n = 1$ . Para a cristalização bulk dominante, o número de núcleos pode variar durante a cristalização,  $m = n$ .

Para o método isotérmico, a amostra apresenta valor máximo em  $T = T_c$ , mostrando que a amostra foi tratada termicamente na temperatura de cristalização  $T_c$ . Para o método não isotérmico o ponto  $t$  da figura 3 é  $T_c$  obtendo  $x = (A_{T_c}/A)$ . Resolvendo a equação 3.5, obtemos a equação conhecida como equação de Kissinger modificada (MATUSITA; KOMATSU; YOKOTA, 1984):

$$\ln\left(\frac{\beta^n}{T_c^2}\right) = 1,052\left(\frac{mE}{RT_c}\right) + \text{constante} \quad (3.6)$$

onde  $n$  é obtido pela linearização da equação de Ozawa (BANSAL et al., 1983 apud SILVA, 2011, p. 28–29).

$$\ln[-\ln(1-x)] = n\ln(k(T-T_0)) - n\ln(\infty) \quad (3.7)$$

Fazendo o ajuste linear do gráfico de  $\ln(\beta^n/T_c^2)$  vs  $1/T_c$ , obtém-se os parâmetros  $m$  e  $E$  para diferentes taxas de aquecimento.

### 3.3 Difração de Raios X

Utilizando a técnica de difração de raios X (DRX) podemos acompanhar o processo de desenvolvimento da nanoestrutura cristalina devido aos procedimentos que as amostras são submetidas, com parâmetros de tempo e temperatura, tratamento térmico, podendo assim ser visualizado a formação dos nanocristais. Para a identificação da nanofase cristalina pode-se comparar as linhas de difração observadas nos difratogramas com os registros da JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*). Para estimar o tamanho  $d$  das distâncias interplanares, podemos utilizar a lei de Bragg,

$$n\lambda = 2d \sin(\theta) \quad (3.8)$$

onde  $n$  é um número inteiro, ordem da difração,  $\theta$  é o ângulo de incidência da onda no plano. Para que haja a produção de linhas de difração é necessário que as ondas estejam em fase, esquema de funcionamento operacional na figura 4, para isso  $2d \sin(\theta)$  tem que ser igual a  $n\lambda$  (GUY, 1980).

### 3.4 Curva de Emissão Termoluminescente (TL)

O fenômeno de termoluminescência pode ser explicado pelo modelo de bandas simples, figura 5, onde o material é irradiado (a) fazendo com que os elétrons ganhe energia

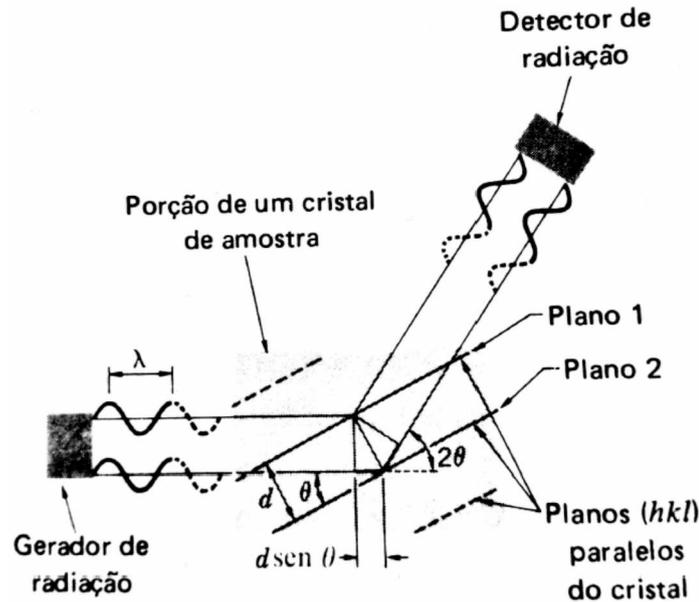


Figura 4 – Esquema de funcionamento operacional do equipamento de DRX. Fonte: (GUY, 1980, p. 36)

e vão para a banda de condução, criando um par buraco elétron, durante essa transição o elétron pode ser capturado nos estados metaestáveis de energia, que podem ser produzido pelos defeitos nos materiais. Ao submeter esse material irradiado a um calor externo (b), os elétrons e buracos ganham energia para serem liberados e recombinados, assim emitindo luz (MALTHERZ et al., 2015).

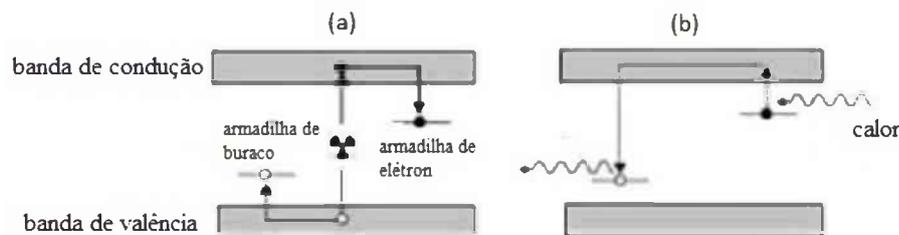


Figura 5 – Modelo de emissão de sinal TL. Fonte adaptada: (YUKIHARA; MCKEEVER, 2011)

Sendo assim, o fenômeno é caracterizado pela absorção de radiação por um determinado material e a reemissão da radiação quando aquecido. A curva de emissão TL dá a intensidade da luz TL emitida em função da temperatura de aquecimento. Na curva de emissão termoluminescente pode existir um ou mais picos, cada um indica a presença de um grupo de armadilhas de determinada energia. Quanto maior o pico maior é sua energia e temperatura relacionada, assim os estados de energia maior são mais estáveis. A área debaixo da curva de emissão é proporcional à dose de radiação com que a amostra foi irradiada (BRAVIM, 2015).

### 3.4.1 Métodos para determinar os parâmetros

Possivelmente o primeiro método utilizado para determinar a energia de uma curva TL foi o descrito por Urbach (1930), onde a energia  $E$  (eV), necessária para que o elétron saia da armadilha, poderia ser encontrada pela equação  $E = \frac{T_m}{500}$ , onde  $T_m$  é o pico máximo da curva dado em  $K$  (AZORÍN, 1986).

#### 3.4.1.1 Método de Randall-Wilkins

Randall e Wilkins, 1945, foram os primeiros a apresentar a teoria com picos isolados, sugerindo a equação:

$$I = -c \frac{dn}{dt} = cn s \exp(-E/kT) \quad (3.9)$$

onde  $I$  é a intensidade TL,  $s$  é uma constante, fator de frequência  $s^{-1}$ ,  $n$  é o número de elétrons armadilhados,  $k$  é a constante de Boltzmann ( $eVK^{-1}$ ),  $c$  é um fator proporcional e  $K$  a temperatura.

Resolvendo a equação 3.9 e considerando  $c = 1$ ,

$$I = n_0 s \exp(-E/kT) \exp \left[ - \left( \frac{s}{\beta} \right) \int_{T_0}^T \exp(-E/kT') dT' \right] \quad (3.10)$$

onde  $\beta$  é o coeficiente de aquecimento e  $T_0$  é a temperatura inicial (AZORÍN, 1986).

### 3.4.2 Métodos pela forma da curva TL

Este método usa informações tiradas diretamente da curva TL, o pico de temperatura máxima  $T_m$ , dois picos de temperatura  $T_1$  e  $T_2$ , além do valor de intensidade máxima,  $I_m$ , do pico  $T_m$ , e a metade desse valor  $\frac{I_m}{2}$ . Com esses dados podemos tirar alguns parâmetros, tal como mostrado na figura 6, onde  $\omega = T_2 - T_1$ ,  $\delta = T_2 - T_m$  e  $\tau = T_m - T_1$ .

#### 3.4.2.1 Método de Grossweiner

Desenvolvido por Grossweiner em 1953 a partir do modelo de Randall-Wilkins, para picos de primeira ordem, para obtenção de  $E$  e  $s$ ,

$$\frac{1}{2} = \exp \left\{ -E/k \left( \frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_m} \right) \exp \left[ -\frac{s}{\beta} \int_{T_1}^{T_m} \exp(-E/kT) dT \right] \right\} \quad (3.11)$$

Resolvendo a equação 3.11, obtém-se

$$E = \frac{1,41kT_mT_1}{\tau} \quad (3.12)$$

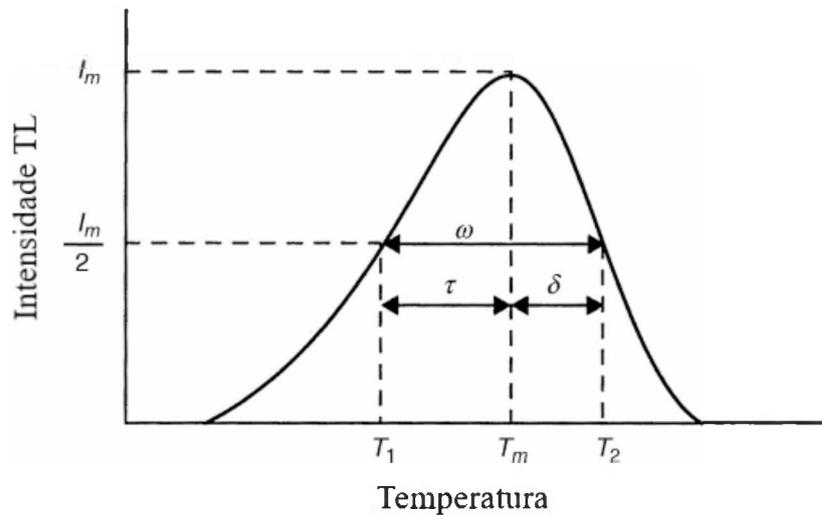


Figura 6 – Pico isolado de uma curva TL. Fonte adaptada de: (CHEN; PAGONIS, 2011, p. 72)

onde o coeficiente 1,41 foi substituído por Dussel e Bube (1967) (CHEN; PAGONIS, 2011; AZORÍN, 1986). Para obter  $s$ ,  $E$  precisa ser substituído na equação 3.13, de Booth e Bohun (1954) que também é obtida a partir da equação de Randall e Wilkins:

$$\frac{\beta E}{kT_m^2} = s \exp(-E/kT_m) \quad (3.13)$$

#### 3.4.2.2 Método de Lushchik

Em 1956 Lushchik propõe um método semelhante ao de Grossweiner, também para picos de primeira ordem, tomando como base a temperatura mais alta e a meia largura do pico,  $T_m$  e  $\delta$ , como apresentado na figura 6. Para o pico de primeira ordem, temos (CHEN; PAGONIS, 2011; AZORÍN, 1986):

$$E = \frac{kT_m^2}{\delta} \quad (3.14)$$

Obtido o valor de  $E$ , basta substituir na equação 3.15:

$$s = \frac{\beta}{\delta} \exp\left(\frac{T_m}{\delta}\right) \quad (3.15)$$

e para picos de segunda ordem:

$$E = \frac{2kT_m^2}{\delta} \quad (3.16)$$



## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Procedimentos:

A primeira etapa foi realizar a síntese da matriz LBA com composição nominal  $50Li_2O.45B_2O_3.5Al_2O_3$  (mol %), sendo fundida em forno com cadinho de platina a  $1100^\circ C$  por 10 minutos, atmosfera ar. Na segunda etapa, a matriz LBA foi pulverizada em cadinho e pistilo e feito o processo de granulometria para posteriormente obter uma melhor homogeneização.

Na terceira etapa iniciou-se o processo de dopagem da matriz LBA pulverizada utilizando balança de precisão, variando a concentração de  $CaF_2$  até o limite da saturação de amostra, dados descritos na tabela 1.

	$50Li_2O.45B_2O_3.5Al_2O_3$ (mol %)		
	LBA + x $CaF_2$ (wt%); x = 5, 10, 15, 20, 25, 30; 35, 40; 45		
	LBA $\pm 10^{-4}$ (g)	x	Ag $\pm 10^{-4}$ (g)
LBA00CaF	10	0	0
LBA05CaF	10	5	0,5
LBA10CaF	10	10	1,0
LBA15CaF	10	15	1,5
LBA20CaF	10	20	2,0
LBA25CaF	10	25	2,5
LBA30CaF	10	30	3,0
LBA35CaF	10	35	3,5
LBA40CaF	10	40	4,0
LBA45CaF	10	45	4,5

Tabela 1 – Dopagem da matriz LBA com variação de concentração de x  $CaF_2$ .

A partir da maior concentração de  $CaF_2$ ,  $45CaF_2$ , foi realizado a dopagem com  $TiO_2$ , variando a concentração conforme dados da tabela 2.

	$50Li_2O.45B_2O_3.5Al_2O_3$ (mol %)			
	LBA + [ $45CaF_2$ + x $TiO_2$ ] (wt%)			
	x= 0,1; 0,3; 0,5			
	LBA $\pm 10^{-4}$ (g)	$45CaF_2 \pm 10^{-4}$ (g)	x	$TiO_2 \pm 10^{-4}$ (g)
LBA45 $CaF_2$ 01Ti	10	4,5	0,1	0,01
LBA45 $CaF_2$ 03Ti	10	4,5	0,3	0,03
LBA45 $CaF_2$ 05Ti	10	4,5	0,5	0,05

Tabela 2 – Dopagem da matriz LBA com variação de concentração de x  $TiO_2$  com  $45CaF_2$ .

Posteriormente com a  $LBA + 45CaF_2$  foi variado  $TiO_2$  com codopagem de  $Ag$ , os dados estão descritos na tabela 3.

	50Li <sub>2</sub> O.45B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .5Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mol %)					
	LBA + [20LiF + x TiO <sub>2</sub> + yAg] (wt%)					
	x= 0,1; 0,3; 0,5					
	LBA (g)	45CaF <sub>2</sub> (g)	x	TiO <sub>2</sub> (g)	y	Ag (g)
LBA45CaF <sub>2</sub> 01TiO <sub>2</sub> 5Ag	10 ±10 <sup>-4</sup>	4,5 ±10 <sup>-4</sup>	0,1	0,01 ±10 <sup>-4</sup>	0,5	0,05 ±10 <sup>-4</sup>
LBA45CaF <sub>2</sub> 03TiO <sub>2</sub> 3Ag	10 ±10 <sup>-4</sup>	4,5 ±10 <sup>-4</sup>	0,3	0,03 ±10 <sup>-4</sup>	0,3	0,03 ±10 <sup>-4</sup>
LBA45CaF <sub>2</sub> 05TiO <sub>2</sub> 1Ag	10 ±10 <sup>-4</sup>	4,5 ±10 <sup>-4</sup>	0,5	0,05 ±10 <sup>-4</sup>	0,1	0,01 ±10 <sup>-4</sup>

Tabela 3 – Dopagem da matriz LBA com variação de concentrações de  $xTiO_2$  e  $yAg$  com  $45CaF_2$ .

Todas as dopagens foram homogeneizadas, colocadas em cadinhos de platina e fundidas em forno com atmosfera de  $N_2$  a 1100°C por 30 minutos. Posteriormente entornou-se o *melt* em uma chapa de latão sendo a amostra prensado com outra chapa do mesmo material e resfriadas a temperatura ambiente.

A análise de DRX, primeiro, foi realizada com a amostra sem o tratamento térmico, todas as amostras foram pulverizadas e feitas o processo de granulometria com grãos  $\leq 53\mu m$ , e reservadas em tubos. Foi utilizado o equipamento XRD 6000 da Shimadzu para análise de difração de raios X de todas as amostras, com a fonte de raios X excitadas em 50kV e 30mA, radiação característica  $Cu - K_{\alpha}$  ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ). Posteriormente as amostras irradiadas foram submetidas ao tratamento térmico de 450°C com duração de 12h e analisadas novamente em DRX para verificar se houve favorecimento de crescimento de nanocristais com o tratamento.

Na análise de DTA, utilizou-se o equipamento DTA-50 da SHIMADZU com fluxo de gás de 50ml/min de Nitrogênio. Todas as amostras foram analisadas com o mesmo fluxo de gás, mesmo tipo de cadinho (alumina) e mesma quantidade de amostra, 40mg. Com taxa de aquecimento de  $\beta = 20^{\circ}C/min$  até a temperatura de 600°C.

Para a análise TL, utilizou-se o equipamento da HARSHAW TLD modelo 3500, com taxa de aquecimento de 5°C/s, faixa de temperatura de 50 a 450°C e com atmosfera de  $N_2$ . Sendo as amostras submetidas a dose única prévia de 10 Gy (Unidade de medida Gray), irradiadas no Hospital das Clínicas de Uberlândia com acelerador linear Varian 600C utilizando energia de 6MV.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 DTA - Termogramas

#### 5.1.1 Termograma da matriz LBA

A figura 7 apresenta o termograma da matriz LBA. Podemos ver o processo de transição vítrea  $T_g$  e 5 picos de cristalização, temperaturas apresentadas na tabela 4.

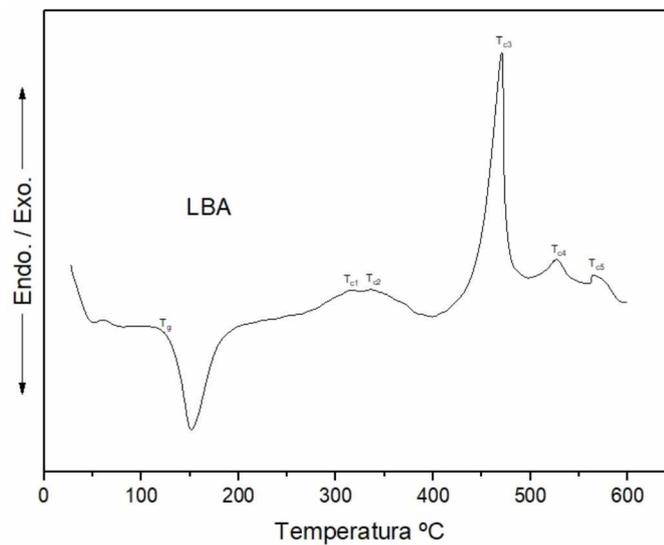


Figura 7 – Termograma matriz LBA ( $\beta = 20^\circ\text{C}/\text{min}$ )

LBA					
$T_g \pm 0, 1^\circ\text{C}$	$T_{c1} \pm 0, 1^\circ\text{C}$	$T_{c2} \pm 0, 1^\circ\text{C}$	$T_{c3} \pm 0, 1^\circ\text{C}$	$T_{c4} \pm 0, 1^\circ\text{C}$	$T_{c5} \pm 0, 1^\circ\text{C}$
118,76	316,15	335,96	470,49	526,66	564,54

Tabela 4 – Temperaturas características da LBA

Alguns autores falam que os pontos característicos  $T_{c4}$  e  $T_{c5}$  também são pontos de cristalização, outros falam que podem ser pontos de reação química ou oxidação (GUY, 1980).

#### 5.1.2 Termograma da $LBA + xCaF_2$

A figura 8 apresenta o termograma da variação de  $xCaF_2$  na matriz LBA.

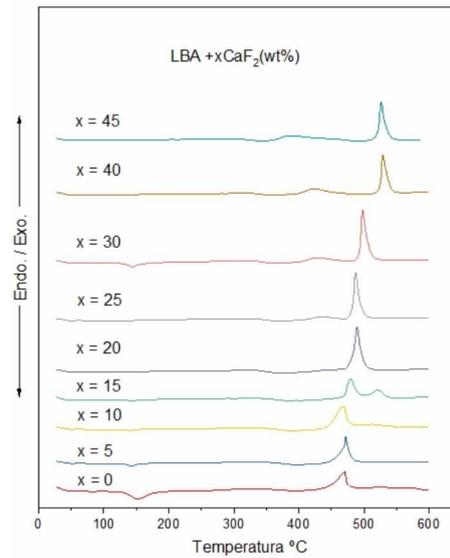


Figura 8 – Termograma matriz  $LBA + xCaF_2$

### 5.1.3 Termogramas da $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$ e codopada com $yAg$

E a figura 9 apresenta os termogramas da  $LBA + 45CaF_2$  com as variações de  $TiO_2$  e  $yAg$ .

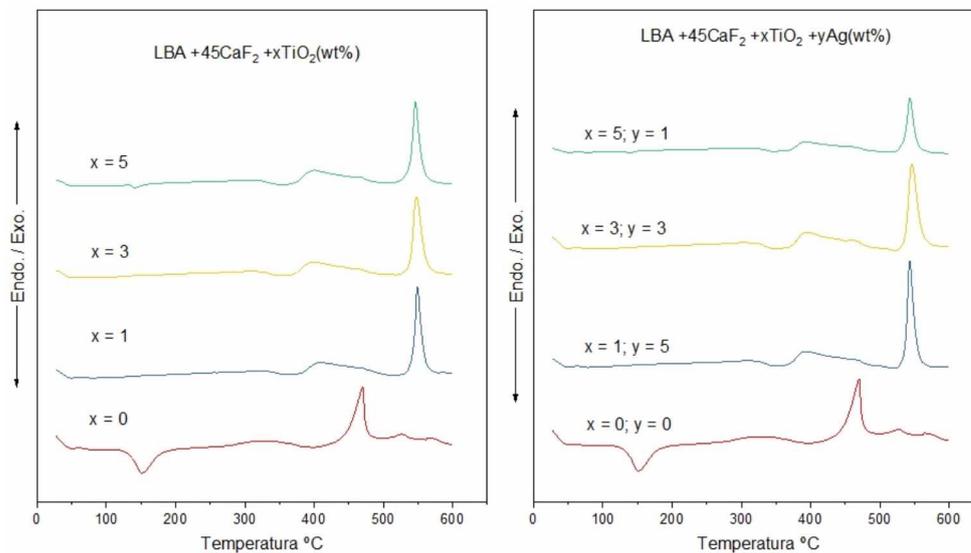


Figura 9 – Termograma matriz  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$  e  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2 + yAg$

Para essa análise não se pode obter a energia de ativação dada pela equação 3.6, pois não houve variação na taxa de aquecimento  $\beta$ , sendo assim, não foi possível plotar um gráfico em função de  $\beta$  e fazer a linearização do gráfico.

## 5.2 Difratomogramas:

A Figura 10 mostra o difratograma da matriz vítrea com e sem o tratamento térmico, submetido a  $450^{\circ}\text{C}$  durante 12h. Como esperado, podemos verificar que o tratamento térmico favorece o crescimento de cristais, sendo a principal fase  $\text{LiBO}_2$ , que pode ser visualizada no software do equipamento de DRX, outras fases não foram identificadas no banco de dados. Para encontrar os planos dos cristais formados foi utilizado o banco de dados JCPDS e respectivas informações no ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*).

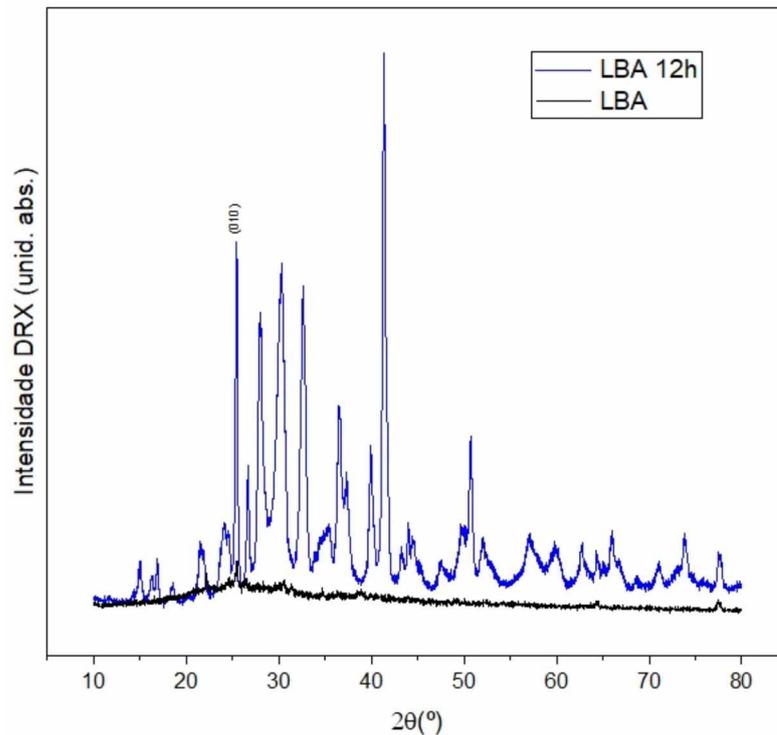


Figura 10 – Difratomograma da matriz LBA com e sem tratamento térmico.

Para  $\text{LBA} + 45\text{CaF}_2$ , figura 11, foram encontrados os planos (111) e (101) de  $\text{LiF}$  (JCPDS: 4-0857). O pico em  $\approx 65^{\circ}$  também apresenta pico de  $\text{LiF}$ , porém se encontra fora do range nas informações do ICSD, outros picos não foram identificados e/ou não encontrados no banco de dados do ICSD.

Podemos ver, também, o crescimento de cristais nas amostras  $\text{LBA} + 45\text{CaF}_2 + x\text{TiO}_2$  e  $\text{LBA} + 45\text{CaF}_2 + x\text{TiO}_2 + y\text{Ag}$ , figura 12. Para essas duas variações de amostras foram verificados os mesmos picos, de  $\text{LiF}$ , para os ângulos aproximados de  $38,8^{\circ}$ ,  $45^{\circ}$  e  $65^{\circ}$ . Sendo o plano de  $38,8^{\circ}$  (111); e o plano de  $45^{\circ}$  (010); como o ângulo de  $65^{\circ}$  ficou fora do range no banco de dados do ICSD, não pode-se verificar o plano.

Utilizando a equação 3.8, estimamos a distância interplanar dos cristais, dado o valor do comprimento de onda utilizado,  $\lambda = 1,541\text{\AA}$ , os valores de  $d$  estão tabela 5.

Para as distâncias interplanares da  $\text{LBA} + 45\text{CaF}_2 + x\text{TiO}_2$ , estão na tabela 6.

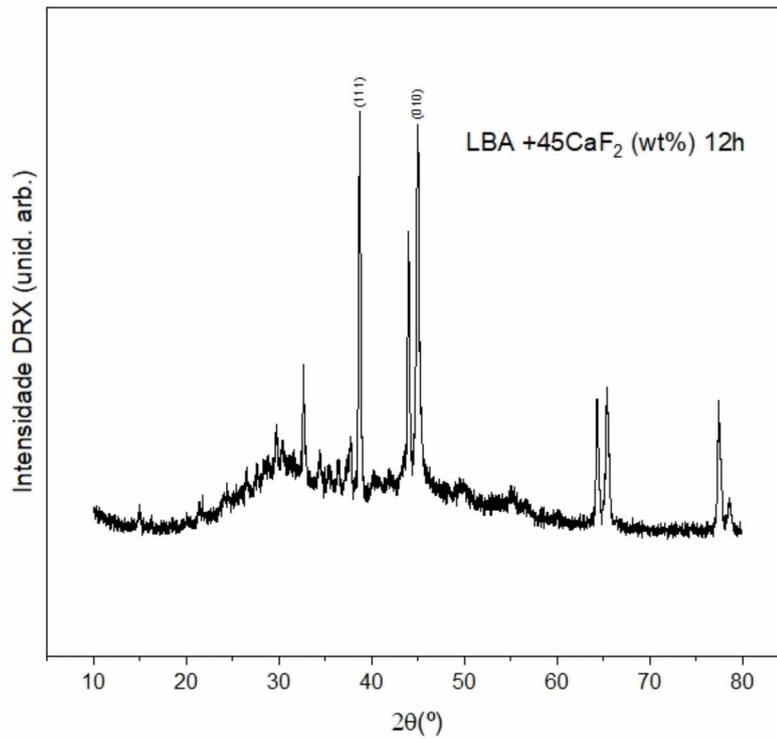


Figura 11 – Difratoograma da  $LBA + 45CaF_2$ .

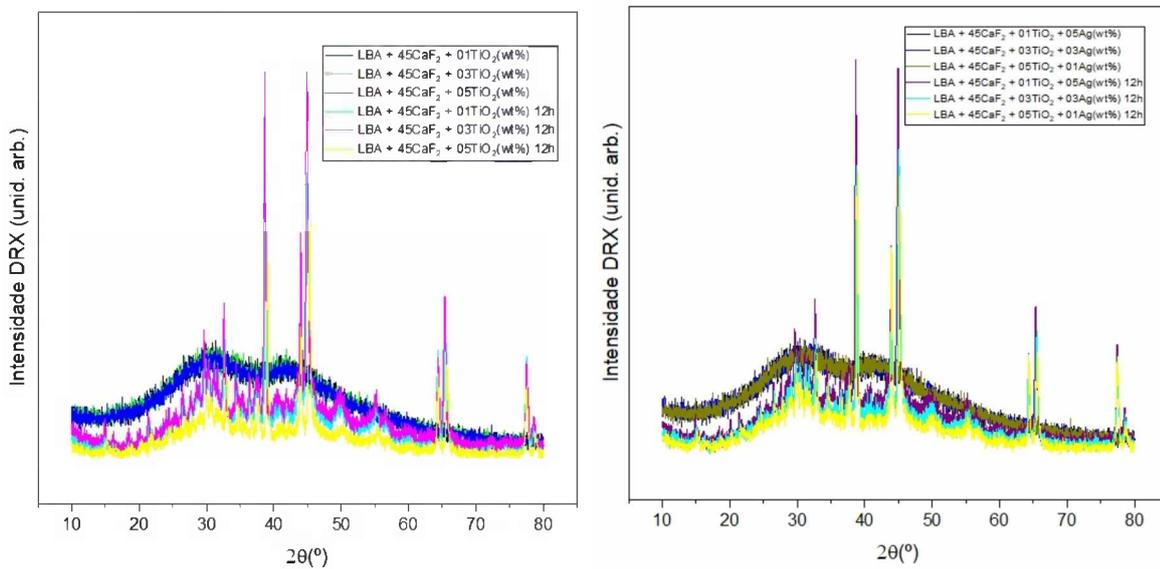


Figura 12 – Difratoogramas  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$  e  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2 + yAg$  com e sem tratamento térmico

E por último as distâncias interplanares da  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2 + yAg$ , tabela

LBA		$45CaF_2$	
Pico $\theta \pm 0,01$	$d \cdot 10^{-10}(\text{m})$	Pico $\theta \pm 0,01$	$d \cdot 10^{-10}(\text{m})$
12,5	16,2	16,34	1,30
14	0,778	19,35	1,61
15,17	1,5	22	87,0
16,32	1,34	22,49	1,61
18,25	1,36	32,17	1,12
20,69	0,799	32,73	0,797
25,37	3,28	38,73	0,898

Tabela 5 – Distâncias interplanares da  $LBA$  e  $LBA + 45CaF_2$ 

$45CaF_2 + 1TiO_2$		$45CaF_2 + 3TiO_2$		$45CaF_2 + 5TiO_2$	
Pico $\theta \pm 0,01$	$d \cdot 10^{-10}(\text{m})$	Pico $\theta \pm 0,01$	$d \cdot 10^{-10}(\text{m})$	Pico $\theta \pm 0,01$	$d \cdot 10^{-10}(\text{m})$
16,38	1,24	16,29	1,40	16,5	1,08
19,36	1,58	19,31	1,73	19,49	1,29
21,97	36,4	21,99	671	22	87
22,51	1,55	22,45	1,74	22,64	1,27
32,17	1,12	32,15	1,15	32,15	1,15
32,73	0,797	32,67	0,811	32,83	0,780
38,74	0,893	38,71	0,91	38,75	0,89

Tabela 6 – Distâncias interplanares da  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$ 

$45CaF_2 + 1TiO_2 + 5Ag$		$45CaF_2 + 3TiO_2 + 3Ag$		$45CaF_2 + 5TiO_2 + 1Ag$	
Pico $\theta \pm 0,01$	$d \cdot 10^{-10}(\text{m})$	Pico $\theta \pm 0,01$	$d \cdot 10^{-10}(\text{m})$	Pico $\theta \pm 0,01$	$d \cdot 10^{-10}(\text{m})$
16,33	1,32	16,38	1,24	16,45	1,14
19,34	1,64	19,41	1,45	19,48	1,31
21,97	36,4	21,98	69,1	22	87
22,48	1,64	22,53	1,50	22,6	1,35
32,17	1,12	32,16	1,14	32,18	1,11
32,7	0,803	32,77	0,789	32,8	0,784
38,73	0,898	38,71	0,909	38,75	0,89

Tabela 7 – Distâncias interplanares da  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2 + yAg$ 

### 5.3 Curva de emissão TL

A figura 13 apresenta as curvas de emissão TL para  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$ . Podemos verificar o crescimento do pico TL para a amostra  $LBA + 45CaF_2 + 5TiO_2$ , com maior intensidade, pico em 419°C. E para  $LBA + 45CaF_2 + 3TiO_2$  com pico em 403°C. Não houve crescimento completo da curva de emissão TL na matriz LBA e na variação de  $1TiO_2$ . A figura 14 apresenta as curvas de emissão TL para  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2 + yAg$ . Quando dopada com  $Ag$  podemos verificar que apresenta curvas com intensidade menor e tendendo ao crescimento de picos de segunda ordem. O pico de maior intensidade apresentada é da amostra  $LBA + 45CaF_2 + 5TiO_2 + 1Ag$  com temperatura de 331°C. O segundo maior pico vem da amostra  $LBA + 45CaF_2 + 3TiO_2 + 3Ag$ , com pico em 319°C. A amostra  $LBA + 45CaF_2 + 1TiO_2 + 5Ag$  também apresenta uma curva de primeira ordem

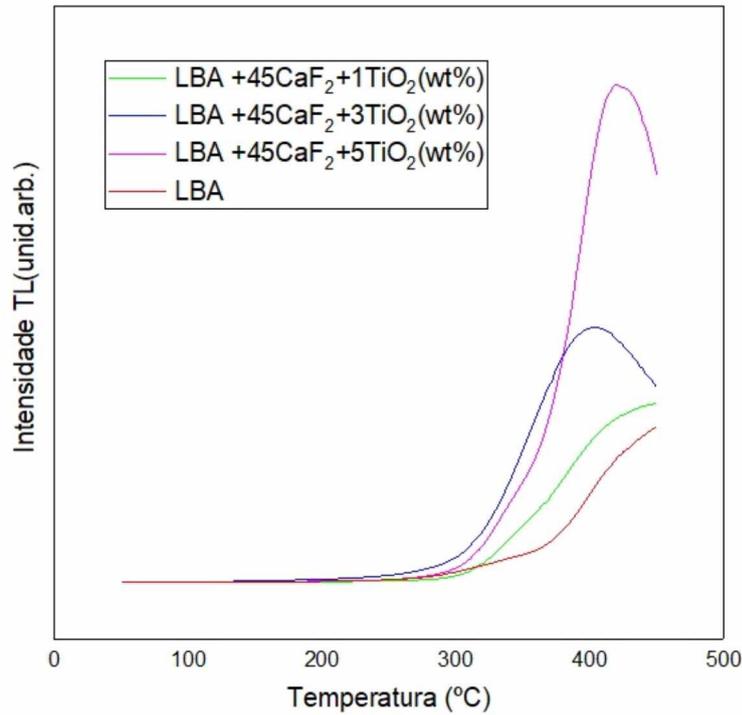


Figura 13 – Curvas de emissão TL da  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$ .

de emissão TL, assim como apresentado por (CAMPOS; LIMA, 1986 apud BRAVIM, 2010, p. 47), em 337°C. A curva de emissão TL está diretamente ligada à energia, calor,

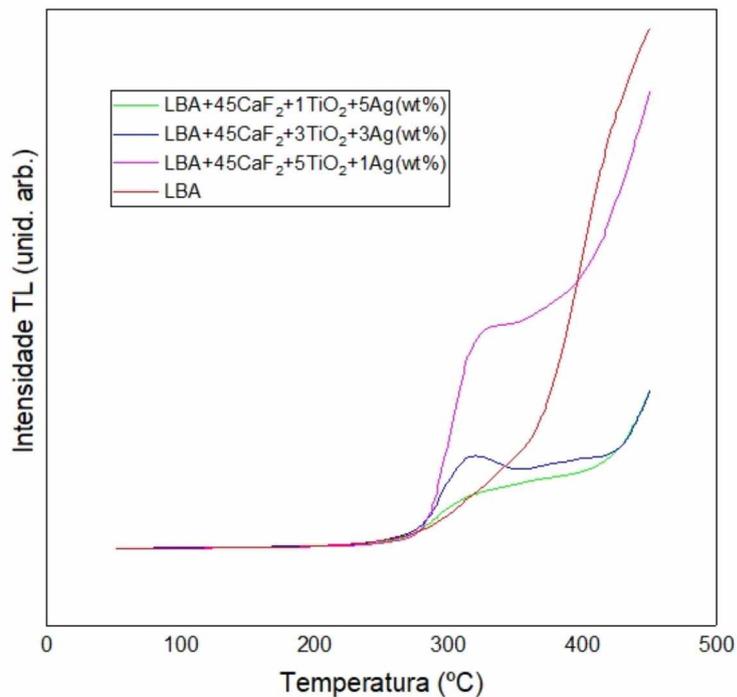


Figura 14 – Curvas de emissão TL da  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2 + yAg$ .

que é adicionada na amostra, podemos ver que tanto na figura 13 quanto na figura 14 há

o crescimento do pico, entretanto algumas amostras não chegam a formar a curva, devido a não se ter atingido a temperatura necessária para que o elétron escape da armadilha. Podendo ser visualizada somente curvas de primeira ordem.

Para encontrar o valor da energia  $E$  necessária para que o elétron escape da armadilha, utilizamos a equação 3.12, sendo os valores de  $T_m$ ,  $T_1$  e  $\tau$  facilmente encontrados pelo software *Origin*<sup>®</sup>, os dados para as variações da  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$  e  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2 + yAg$  estão na tabela 8.

Amostra	[ $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$ ] (wt%)		E(eV)	s ( $s^{-1}$ )
	$T_m \pm 8(K)$	$T_1 \pm 8(K)$		
$LBA + 45CaF_2 + 3TiO_2$	676,1	622,15	$0,93 \pm 0,02$	$7,6 \cdot 10^7$
$LBA + 45CaF_2 + 5TiO_2$	692,15	656,15	$1,51 \pm 0,02$	$1,5 \cdot 10^{12}$
$LBA + 45CaF_2 + 1TiO_2 + 5Ag$	606,15	564,15	$0,98 \pm 0,02$	$1,5 \cdot 10^9$
$LBA + 45CaF_2 + 3TiO_2 + 3Ag$	592,15	565,15	$1,48 \pm 0,03$	$9,1 \cdot 10^{13}$
$LBA + 45CaF_2 + 5TiO_2 + 1Ag$	604,15	574,15	$1,39 \pm 0,03$	$6,5 \cdot 10^{12}$

Tabela 8 – Parâmetros das curvas de emissão TL da  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$  e  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2 + yAg$ .

Para obter o gráfico da resposta TL é necessário pegar os picos máximos de intensidade e fazer um gráfico em função da variação de dose recebida. Como as amostras receberam somente uma dose, 10 Gy, não foi possível apresentar a resposta TL em função da dose.



## 6 Conclusão

Ao analisar as curvas de emissão TL, verificamos que somente algumas amostras apresentaram picos característicos do desarmadilhamento de elétrons. Todas tiveram pelo menos o processo de início do crescimento da curva de emissão TL, pois não houve energia térmica necessária para que os elétrons escapassem das armadilhas em todas as amostras. Sendo o grupo de amostra da  $LBA + 45CaF_2 + xTiO_2$  com maiores intensidades nas curvas, a maior intensidade apresentada foi da amostra  $LBA + 45CaF_2 + 5TiO_2$  com pico em  $419^\circ\text{C}$  (692,15 K) e com energia associada de 1,51 eV.

Não houve como realizar um estudo mais detalhado da análise DTA, pois não houve variação na taxa de aquecimento. E para a análise TL não houve variação na dose de radiação aplicada, não sendo apresentada, assim, a resposta TL em função da dose, que segundo a teoria deveria ter um comportamento linear. Para futuros trabalhos, sugere-se que varie a taxa de aquecimento na análise DTA e a dose de radiação ionizante aplicada nas amostras, para obtenção da resposta TL. Além de variar o tempo de tratamento térmico prévio das amostras.

Apesar da impossibilidade de realizar um estudo mais completo do comportamento desses materiais, foi possível verificar que há a possibilidade da utilização deles como dosímetro termoluminescente, pois apresentaram curvas de emissão TL, indicando que elétrons foram amardilhados, conseqüentemente houve a absorção da radiação incidente.



## Referências

- AVRAMI, M. Kinetics of phase change. i. general theory. *journal of chemical physics*. 1939. Citado na página 26.
- AZORÍN, J. Determination of thermoluminescence parameters from glow curves. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, v. 11, n. 3, p. 159–166, 1986. Citado 2 vezes nas páginas 30 e 31.
- AZORIN, J.; FURETTA, C.; SCACCO, A. Preparation and properties of thermoluminescent materials. *physica status solidi (a)*, Wiley Online Library, v. 138, n. 1, p. 9–46, 1993. Citado na página 21.
- BANSAL, N. P. et al. Kinetics of crystallization of zrf4-ba2-laf3 glass by differential scanning calorimetry. *Journal of the American Ceramic Society*, Wiley Online Library, v. 66, n. 4, p. 233–238, 1983. Citado na página 28.
- BRASIL. Base nacional comum curricular. In: \_\_\_\_\_. <http://basenacionalcomum.mec.gov.br/>: Ministério da Educação, 2017. cap. 5.3. Acesso em: 05 mai. 2019. Citado na página 51.
- BRAVIM, A. *Avaliação de dosímetros termoluminescentes empregando objetos simuladores equivalentes à água para aplicação na dosimetria de feixes clínicos de elétrons*. Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo, 2010. Citado 2 vezes nas páginas 21 e 40.
- BRAVIM, A. *Aplicação das técnicas de dosimetria termoluminescente (TL) e luminescência opticamente estimulada (OSL) na determinação de curvas de isodose em uma simulação de tratamento de câncer pela técnica de radioterapia em arco modulado volumétrico-VMAT*. Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo, 2015. Citado na página 29.
- BROCKINGTON, G.; PIETROCOLA, M. Serão as regras da transposição didática aplicáveis aos conceitos de física moderna? *Investigações em Ensino de Ciências*, v. 10, n. 3, p. 387–404, 2016. Citado na página 51.
- CAMPOS, L.; LIMA, M. Dosimetric properties of caso4: Dy teflon pellets produced at ipen. *Radiation Protection Dosimetry*, Oxford University Press, v. 14, n. 4, p. 333–335, 1986. Citado na página 40.
- CASIMIRO, A. L. M. de C. *Efeitos do Ambiente de Radiação Espacial em Missões Tripuladas a Marte*. Dissertação (Mestrado) — Técnico Lisboa, 2016. Citado na página 21.
- CHEN, R.; PAGONIS, V. *Thermally and optically stimulated luminescence: a simulation approach*. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2011. Citado 2 vezes nas páginas 13 e 31.
- CHEVALLARD, Y.; GILMAN, C. *La transposición didáctica: del saber sabio al saber enseñado*. [S.l.]: Aique Buenos Aires, 1991. v. 1997. Citado na página 51.

- CNEN, N. C. Nn-3.01: Diretrizes básicas de proteção radiológica, resolução cnen cd nº27 de 17/12/2004 (aprovação da norma). *Publicação DOU*, n. 04, p. 10, 2004. Citado na página 21.
- DIAS, C. A. C.; RITA, J. R. S. Inserção da astronomia como disciplina curricular do ensino médio. *Revista Latino-americana de educação em astronomia*, n. 6, p. 55–65, 2008. Citado na página 51.
- DUCH, M. A. et al. Thermoluminescence dosimetry applied to in vivo dose measurements for total body irradiation techniques. *Radiotherapy and oncology*, Elsevier, v. 47, n. 3, p. 319–324, 1998. Citado na página 21.
- FREIRE, P. Pedagogia do oprimido. 23?. ed. *Rio de Janeiro*, 1975. Citado na página 51.
- FURETTA, C.; LEE, Y.-K. Annealing and fading properties of  $\text{CaF}_2$ : Tm (tld-300). *Radiation protection dosimetry*, Oxford University Press, v. 5, n. 1, p. 57–63, 1983. Citado na página 21.
- GALLAGHER, P. K.; BROWN, M. E.; KEMP, R. B. *Handbook of thermal analysis and calorimetry*. [S.l.]: Elsevier New York, 1998. Citado na página 26.
- GUY, A. *Ciência dos materiais*. [S.l.]: Livros Tecnicos e Cientificos, 1980. Citado 5 vezes nas páginas 13, 26, 28, 29 e 35.
- IZUMITANI, T. S. Optical glass. *Optical Glass by TS Izumitani Tokyo: Kyoritsu Shuppan, Ltd., 1986*, 1986. Citado na página 25.
- MAHESH, K.; WENG, P.; FURETTA, C. Thermoluminescence in solids and its applications nuclear technology publishing 306. 1989. Citado na página 21.
- MALTHEZ, A. L. M. C. et al. Desenvolvimento e caracterização de dosímetros para monitoração individual de trabalhadores ocupacionalmente expostos à radiação combinando as técnicas de termoluminescência (tl) e luminescência opticamente estimulada (osl). [sn], 2015. Citado na página 29.
- MATUSITA, K.; KOMATSU, T.; YOKOTA, R. Kinetics of non-isothermal crystallization process and activation energy for crystal growth in amorphous materials. *Journal of Materials Science*, Springer, v. 19, n. 1, p. 291–296, 1984. Citado 2 vezes nas páginas 27 e 28.
- MATUSITA, K.; SAKKA, S. Kinetic study of crystallization of glass by differential thermal analysis—criterion on application of kissinger plot. *Journal of Non-Crystalline Solids*, Elsevier, v. 38, p. 741–746, 1980. Citado na página 27.
- NASCIMENTO, S. Ruana Vidal do. *Dosimetria termoluminescente do quartzo natural de Solonópole (CE) para aplicação em radiodiagnóstico*. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal de Pernambuco, 2010. Citado na página 21.
- PAUL, A. *Chemistry of glasses*. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 1989. Citado 2 vezes nas páginas 13 e 25.
- REUVEN, C.; MCKEEVER, S. W. *Theory of thermoluminescence and related phenomena*. [S.l.]: World Scientific, 1997. Citado na página 21.

ROJAS, S. S. *Propriedades Térmicas e Estruturais do Sistema CaB<sub>4</sub>O<sub>7</sub>-CaB<sub>2</sub>O<sub>4</sub> visando o desenvolvimento de dosímetro termoluminescente*. Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo, 2005. Citado na página 21.

SANTOS, W. L. Pereira dos; MORTIMER, E. F. Uma análise de pressupostos teóricos da abordagem cts (ciência-tecnologia-sociedade) no contexto da educação brasileira. *Ensaio Pesquisa em educação em ciências*, Universidade Federal de Minas Gerais, v. 2, n. 2, 2000. Citado na página 51.

SIEBEL, O. F. et al. Desenvolvimento de um dosímetro in vivo a mosfet para aplicações em radioterapia. 2013. Citado na página 21.

SILVA, V. A. *Estudo das propriedades termo-estruturais e magneto-ópticas do Sistema vítreo LBA(Li<sub>2</sub>O-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) sem dopants intencionais e dopado com LiF e/ou TiO<sub>2</sub> ou CaF<sub>2</sub> e/ou Mn<sup>2+</sup>*. 2011. Citado 6 vezes nas páginas 13, 21, 22, 26, 27 e 28.

TOPAKSU, M.; YAZICI, A. N. The thermoluminescence properties of natural caF<sub>2</sub> after  $\beta$ -irradiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, Elsevier, v. 264, n. 2, p. 293–301, 2007. Citado na página 21.

VENABLES, K. et al. The use of in vivo thermoluminescent dosimeters in the quality assurance programme for the start breast fractionation trial radiot. *Oncol*, v. 71, p. 303–10, 2004. Citado na página 21.

WILLIAM, J.; MEHL, R. Reaction kinetics in processes of nucleation and growth. *Trans. Metall. Soc. AIME*, v. 135, p. 416–442, 1939. Citado na página 26.

YUKIHARA, E. G.; MCKEEVER, S. W. *Optically stimulated luminescence: fundamentals and applications*. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2011. Citado 2 vezes nas páginas 13 e 29.



# Apêndices



## APÊNDICE A – Ensino de Física

A Base Nacional Comum Curricular - BNCC traz as disciplinas dentro de áreas do conhecimento, a Física se enquadra dentro da área de Ciências da Natureza e Suas Tecnologias, que por sua vez é dividida em competências específicas (BRASIL, 2017).

O ensino da física das radiações fica essencialmente na competência 1, onde pode-se trabalhar o espectro eletromagnético, os efeitos das radiações ionizantes e mutações. Ainda dentro de cada competência existe habilidades para melhor aplicar cada competência.

Como há a necessidade de se trabalhar a física das radiações, podemos pensar na transposição didática do conteúdo, teoria de Chevallard, onde pega-se o conhecimento produzido por cientistas (o Saber Sábio) e apresenta ele de forma didática (o Saber a Ensinar) (CHEVALLARD; GILMAN, 1991 apud BROCKINGTON; PIETROCOLA, 2016, p. 388).

Podemos, ainda, pensar em uma abordagem CTS (Ciência - Tecnologia - Sociedade), que vem a partir da tentativa de solucionar os problemas enfrentados pela sociedade. Nessa abordagem procura-se trabalhar um tema social relativo a ciência/tecnologia tendo algum significado social para as pessoas de determinado local (SANTOS; MORTIMER, 2000). Ao trabalhar com sociedade podemos fazer uso de perguntas problematizadoras, que traz uma questão do cotidiano como forma de abordar determinado tema, trazendo interesse ao assunto que será discutido (FREIRE, 1975).

Um tema que está bastante ligado à sociedade é a proteção radiológica, que aborda todos os temas do ensino de física das radiações. A proteção radiológica pode vir de uma simples proteção solar do cotidiano a proteções mais severas, como de pessoas expostas diretamente à radiação, profissionais da saúde ou trabalhadores de usinas nucleares.

A proteção radiológica pode ser trabalhada de forma local ou geral, pois é um tema de importância para todos os países do mundo. Como forma local, pode se trazer o contexto histórico do acidente de Goiânia, trabalhando tanto a importância do descarte correto do material, como cuidados que se deve ter, a proteção, além de poder abordar o ocorrido em si, como foi a forma de evacuação das pessoas, as consequências de quem ficou exposto à radiação, entre outras abordagens.

Como a Astronomia é um tema que traz bastante interesse ao público em geral (DIAS; RITA, 2008), pode ser abordado juntamente com a proteção radiológica, trazendo duas competências em uma abordagem, trabalhando a proteção que os astronautas precisam ter, o tempo em que podem permanecer no espaço devido a quantidade de radiação que recebem. Além de poder abordar aspectos de outros planetas, tal como seria a quantidade

de radiação que receberíamos sem as mesmas condições que temos no nosso planeta, ou até mesmo a resposta biológica que teríamos em consequência da exposição.

Porém quando pensamos no ensino, sabemos que alguns professores não tiveram a formação adequada para determinados temas, estão em formação ou o tema pode não ter sido abordado no curso. Pensando nessas pessoas foram desenvolvidos alguns materiais para auxílio. A NASA (*National Aeronautics and Space Administration*) disponibiliza em seu site<sup>1,2,3</sup> vários materiais educativos para o ensino de radiações e proteção radiológica, focando bastante os aspectos biológicos de resposta à radiação ionizante. Entretanto não há tradução para o material disponibilizado pela NASA. Alguns materiais brasileiros são encontrados, porém de difícil compreensão para pessoas leigas. Um material<sup>4</sup> de fácil compreensão e bastante completo é o disponibilizado pela CNEN juntamente com o Governo Federal, onde diversos temas relacionados à radiação e proteção são abordados.

---

<sup>1</sup> Disponível em: <[https://www.nasa.gov/pdf/284274main\\_Radiation\\_HS\\_Mod2.pdf](https://www.nasa.gov/pdf/284274main_Radiation_HS_Mod2.pdf)>

<sup>2</sup> Disponível em: <<https://www.nasa.gov/audience/foreducators/spacelife/topics/humans/index.html>>

<sup>3</sup> Disponível em: <[https://www.nasa.gov/pdf/58294main\\_The.Brain.in.Space.pdf](https://www.nasa.gov/pdf/58294main_The.Brain.in.Space.pdf)>

<sup>4</sup> Disponível em: <<http://www.cnen.gov.br/centro-de-informacoes-nucleares/sobre-o-cin/75-cin/material-didatico-cnen>>