



THAYS DESIRÉE MINELI

AVALIAÇÃO DO QUARTZO COMO DOSÍMETRO PESSOAL BASEADO NA  
LUMINESCÊNCIA OPTICAMENTE ESTIMULADA

CAMPINAS  
2015





**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**  
**Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação**

**THAYS DESIRÈE MINELI**

**AVALIAÇÃO DO QUARTZO COMO DOSÍMETRO PESSOAL BASEADO NA  
LUMINESCÊNCIA OPTICAMENTE ESTIMULADA**

Dissertação apresentada à  
Faculdade de Engenharia Elétrica  
e de Computação da Universidade  
Estadual de Campinas como parte  
dos requisitos exigidos para a  
obtenção do título de Mestra em  
Engenharia Elétrica na Área de  
Concentração Engenharia  
Biomédica

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Tavares Costa  
Coorientador: Prof. Dr. André Oliveira Sawakuchi

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL  
DA DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELA ALUNA THAYS  
DESIRÈE MINELI, E ORIENTADA PELO PROF. DR.  
EDUARDO TAVARES COSTA

---

CAMPINAS  
2015

Ficha catalográfica  
Universidade Estadual de Campinas  
Biblioteca da Área de Engenharia e Arquitetura  
Elizangela Aparecida dos Santos Souza - CRB 8/8098

M662a Mineli, Thays Desirée, 1985-  
Avaliação do quartzo como dosímetro pessoal baseado na luminescência opticamente estimulada / Thays Desirée Mineli. – Campinas, SP : [s.n.], 2015.

Orientador: Eduardo Tavares Costa.  
Coorientador: André Oliveira Sawakuchi.  
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação.

1. Quartzo. 2. Radiação - Dosimetria. 3. Luminescência. I. Costa, Eduardo Tavares, 1956-. II. Sawakuchi, André Oliveira. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação. IV. Título.

Informações para Biblioteca Digital

**Título em outro idioma:** Evaluation of the quartz as personal dosimeter based on optically stimulated luminescence

**Palavras-chave em inglês:**

Quartz

Radiation - Dosimetry

Luminescence

**Área de concentração:** Engenharia Biomédica

**Titulação:** Mestra em Engenharia Elétrica

**Banca examinadora:**

Eduardo Tavares Costa [Orientador]

Mário Antonio Bernal Rodriguez

Pedro Xavier de Oliveira

**Data de defesa:** 30-01-2015

**Programa de Pós-Graduação:** Engenharia Elétrica

## COMISSÃO JULGADORA - TESE DE MESTRADO

**Candidata:** Thays Desirée Mineli

**Data da Defesa:** 30 de janeiro de 2015

**Título da Tese:** "Avaliação do Quartzo como Dosímetro Pessoal Baseado na Luminescência Opticamente Estimulada"

Prof. Dr. Eduardo Tavares Costa (Presidente): \_\_\_\_\_ 

Prof. Dr. Mário Antonio Bernal Rodriguez: \_\_\_\_\_ 

Prof. Dr. Pedro Xavier de Oliveira: \_\_\_\_\_ 



## RESUMO

O uso de radiação ionizante é cada vez mais intenso, seja na indústria seja na área médica. Os efeitos nocivos da radiação ionizante exigem medidas de segurança na sua utilização e um dos meios mais comuns para proteção da saúde do operador de equipamentos que usam esta radiação é o controle da dose que este pode receber em determinado período de tempo. Para tal controle, são normalmente utilizados dosímetros pessoais. Estudos sobre datação de sedimentos costeiros e fluviais do Brasil têm encontrado tipos específicos de quartzo com excelentes características dosimétricas. Com o objetivo de analisar as propriedades dosimétricas de amostras de quartzo de elevada sensibilidade de luminescência e avaliar a sua possível utilização na dosimetria pessoal, foram feitos testes comparativos com amostra do principal e mais utilizado dosímetro pessoal do tipo OSL (*Optically Stimulated Luminescence*), o  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . Este trabalho apresenta as características de luminescência de amostras de quartzo. Essas características foram determinadas por testes de recuperação de dose conhecida (*dose recovery*) por meio de protocolo de alíquota única (*Single-Aliquot Regenerative – SAR*) em amostras irradiadas por fonte de radiação beta. Foram realizados testes de sensibilidade e de estabilidade do sinal OSL e testes com radiação gama. Os resultados mostraram que as amostras de quartzo estudadas foram capazes de recuperar com exatidão doses de 50 mGy a 50Gy. Estimou-se que as amostras de quartzo saturam em doses (114-175 Gy) superiores à dose de saturação da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  (35 Gy). A dose mínima capaz de ser medida pelas amostras de quartzo variou de 0,2 mGy (para radiação gama) a aproximadamente 20 mGy (para radiação beta). As amostras de quartzo não apresentaram *fading* do sinal OSL. O sinal OSL ultravioleta da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  cresceu com o tempo. A amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  apresentou maior sensibilidade em comparação às amostras de quartzo no teste com radiação beta. A sensibilidade da amostra de quartzo TE65B no teste com radiação gama foi superior à sensibilidade da amostra  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . Estes resultados indicam que as amostras de quartzo estudadas têm potencial como material para dosímetros e incentivam estudos mais aprofundados para avaliar o uso destes tipos de quartzo como elementos sensores em dosímetros pessoais.



## ABSTRACT

The use of ionizing radiation is becoming more intense, whether in industry or in the medical field. The harmful effects of ionizing radiation require safety measures in its use. One of the most common ways to protect the health of the operator of ionizing radiation equipment is the dose control that he/she can receive in a given time period. Personal dosimeters are used for this purpose. Studies on dating of coastal and fluvial sediments in Brazil have found quartz types with very high luminescence signal and excellent dosimetric characteristics. In order to analyze the dosimetric properties of very bright Brazilian quartz samples and evaluate their use in personal dosimetry, comparative tests with the most used personal OSL (Optically Stimulated Luminescence) dosimeter,  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ , were made. This work presents the luminescence characteristics of quartz samples. These characteristics were determined by dose recovery tests using a Single-Aliquot Regenerative dose protocol (SAR) in samples irradiated by beta radiation. Sensitivity and stability tests and gamma radiation tests were made. The results have shown that the studied quartz samples were able to recover at least a dose range from 50 mGy to 50 Gy. It was estimated that the quartz samples saturate in doses (114-175 Gy) above the saturation dose of  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  sample (35 Gy). The minimum dose capable of being measured by the quartz samples ranged from 0.2 mGy (for gamma rays) to about 20 mGy (for beta radiation). The quartz samples showed no fading of the OSL signal. The ultraviolet OSL signal of  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  sample increased with time. The  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  sample showed higher sensitivity compared to quartz samples in beta radiation test. However, the sensitivity of TE65B quartz sample for the gamma radiation test was higher than the sensitivity of the  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  sample. These results indicate that the studied quartz samples have potential as dosimeter material and encourage further studies to evaluate the use of this type of quartz as sensor element in personal dosimeters.



## SUMÁRIO

|   |      |
|---|------|
| AGRADECIMENTOS.....   | XIII |
| LISTA DE FIGURAS.....   | XV   |
| LISTA DE TABELAS.....   | XVII |
| LISTA DE ABREVIATURAS .....   | XIX  |
| 1. INTRODUÇÃO.....  | 1    |
| 2. OBJETIVOS.....   | 3    |
| 3. CONCEITOS FUNDAMENTAIS.....  | 4    |
| 3.1. TERMOLUMINESCÊNCIA E LUMINESCÊNCIA OPTICAMENTE ESTIMULADA .....        | 4    |
| 3.2. GRANDEZAS E UNIDADES.....  | 11   |
| 3.3. DOSÍMETROS .....   | 11   |
| 3.4. O QUARTO.....  | 14   |
| 3.5. OUTRAS APLICAÇÕES DA DOSIMETRIA POR OSL NA MEDICINA.....               | 16   |
| 4. MATERIAIS E MÉTODOS.....   | 17   |
| 4.1. SELEÇÃO DE AMOSTRAS DE QUARTZO .....                                   | 17   |
| 4.2. PREPARAÇÃO DE ALÍQUOTAS DE QUARTZO.....                                | 17   |
| 4.3. DOSIMETRIA OSL POR SAR .....   | 18   |
| 4.4. O LEITOR RISØ TL/OSL DA-20.....  | 20   |
| 4.5. TESTES DOSIMÉTRICOS .....  | 23   |
| 4.5.1. Dose recovery .....  | 23   |
| 4.5.2. Teste de reciclagem, teste de recuperação e teste de feldspato ..... | 24   |
| 4.5.3. Sensibilidade OSL.....   | 24   |
| 4.5.4. Cálculo da dose de saturação.....                                    | 24   |
| 4.5.5. Teste de estabilidade (Fading test) .....                            | 25   |
| 4.5.6. Teste com radiação gama .....  | 25   |
| 5. RESULTADOS .....   | 27   |
| 5.1. CARACTERÍSTICAS DAS AMOSTRAS DE QUARTZO SELECIONADAS .....             | 27   |
| 5.2. SENSIBILIDADE OSL .....  | 29   |
| 5.3. DOSE RECOVERY.....   | 31   |
| 5.4. TESTE DE RECICLAGEM, TESTE DE FELDSPATO E TESTE DE RECUPERAÇÃO.....    | 45   |
| 5.5. DOSE DE SATURAÇÃO .....  | 47   |
| 5.6. <i>FADING TEST</i> .....   | 48   |
| 5.7. TESTE COM RADIAÇÃO GAMA .....  | 49   |
| 6. DISCUSSÃO .....  | 53   |
| 6.1. SENSIBILIDADE OSL .....  | 53   |
| 6.2. ESTIMATIVA DE DOSE .....   | 54   |
| 6.3. ESTABILIDADE DO SINAL ( <i>FADING TEST</i> ).....                      | 56   |
| 7. CONCLUSÃO.....   | 57   |
| 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....  | 58   |



## AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer à minha família. Foi um ano realmente difícil, mas vencido aos poucos, todos os dias. Meu irmão Rudy (Pinky), que me avisou sobre o concurso para o melhor emprego que existe (e que também coletou amostras importantes para este trabalho). Minha mãe Grey, que sempre me dá forças e incentivos, mesmo quando é ela quem mais precisa de apoio. Minha avó Elis, exemplo de mulher. Amo vocês.

Ao meu orientador Prof. Dr. Eduardo Tavares Costa, pela paciência e oportunidade. Ao Prof. Dr. Francisco Ubaldo pela generosa ajuda na complicadíssima análise estatística.

Ao Laboratório de Dosimetria do IFUSP e a Nancy Umisedo.

Ao Laboratório de Espectrometria Gama e Luminescência (LEGaL) do Instituto de Geociências da USP.

À Aninha e ao Pedro, que, mesmo quando distantes, são amigos para todas as horas.

À Luciana, mais que uma colega de trabalho, grande amiga para a vida toda e uma parceira indispensável neste trabalho, sempre proporcionando boas risadas.

Agradeço a todos os amigos e amigas que conheci na Geo. Jordana, Daniel Atêncio, Giannini, Helena (que, sem saber, cedeu as amostras que coletou – Obrigada), casal Janine e Vinícius e a todos os outros.

Aos amigos e professores da Unicamp. Da Engenharia Biomédia. Da Física. Em especial aos do DRCC (aos meninos da sala 110, Bruno e Lucas, um obrigado especial por me abrigarem na sala por livre e espontânea falta de opção). À Juliana Fontolan, uma amiga que não sabe, mas me ajudou muito. À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> Gabriela Castellano, que me deu o primeiro incentivo para seguir na área de pesquisa, sendo minha orientadora na monografia e na iniciação científica.

Ao Betinho (por tudo e especialmente por me ajudar a dar o primeiro passo no mestrado).

Um agradecimento mais que especial ao meu chefe e coorientador Prof. Dr. André Oliveira Sawakuchi. Obrigada pela oportunidade, pelo tema da dissertação, por ajudar em todos os passos nesta dissertação, por me dar a chance de fazer minha primeira e inesquecível viagem internacional para Montreal e, finalmente, por me ensinar e me motivar a estudar mais sobre o OSL e datação.

Obrigada!



## LISTA DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| Figura 3.1 - Estrutura de bandas de energia dos elétrons em isolantes e semicondutores. ....   | 5  |
| Figura 3.2 - Transações eletrônicas possíveis quando ocorre a estimulação por luz. A OSL resulta da recombinação dos elétrons e buracos (modificado de Yukihiro & McKeever, 2011). ....  | 6  |
| Figura 3.3 - Exemplos de curvas TL (A) e OSL (B) do quartzo (XNG47.2). ....  | 7  |
| Figura 3.4 - Exemplos de curvas LM-OSL do quartzo. Em (A), a curva apresenta um pico seguido de um decaimento com o tempo no início da curva. Em (B), a curva cresce com o tempo. ....   | 8  |
| Figura 3.5 - Curva CW-OSL e sua transformação para LM-OSL ampliada em 10 vezes. ....   | 9  |
| Figura 3.6 - Decomposição da curva LM-OSL de uma amostra de quartzo em componentes rápida, média e lenta. Em (A) verifica-se uma contribuição significativa da componente rápida nos primeiros segundos. ....  | 10 |
| Figura 3.7 - Fita com o material OSL e invólucro para protegê-lo da luz. ....  | 13 |
| Figura 3.8 - Dosímetro pessoal em formato de crachá utilizado no tórax. ....   | 13 |
| Figura 4.1 - Curva dose-resposta. A curva pode ser ajustada para uma função exponencial. ....  | 19 |
| Figura 4.2- Leitor Risø TL/OSL DA-20 com fonte beta selada de $\text{Sr}^{90}/\text{Y}^{90}$ e taxa de dose de 0,084 Gy/s (LEGaL). ....  | 20 |
| Figura 4.3 - Diagrama da roda giratória com a fonte beta na posição de irradiação (modificado de <i>Guide to The RisøTL/OSL Reader</i> , 2013). ....   | 21 |
| Figura 4.4 - Esquema do sistema de estimulação e leitura da OSL (modificado de <i>Guide to The RisøTL/OSL Reader</i> , 2013). ....   | 21 |
| Figura 4.5- Espectro de emissão dos LEDs azul e IR, curva de transmissão do filtro GG-420 e curva de transmissão do filtro Hoya U-340 (modificado de <i>Guide to The RisøTL/OSL Reader</i> , 2013). ....   | 22 |
| Figura 4.6 - Carrossel e <i>cups</i> . ....  | 22 |
| Figura 5.1 - Amostras de quartzo selecionadas: A- PIN01, B- XNG47-2, C- TE65B, D- Amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . ....   | 28 |
| Figura 5.2 - Curvas de decaimento do sinal OSL para a dose beta de 0,42 Gy. Em (A) amostra de quartzo (TE65B) e em (B) amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . ....  | 29 |
| Figura 5.3 - Sensibilidade em contagens $\text{mg}^{-1} \text{Gy}^{-1}$ . Em (A) tem-se a comparação entre as sensibilidades das amostras de quartzo e da amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . Em (B) tem-se a comparação da sensibilidade entre as amostras de quartzo. .... | 30 |
| Figura 5.4 - Sinais OSL corrigidos ( $L_x/T_x$ ) obtidos no teste de <i>dose recovery</i> de 50 mGy para cada alíquota das amostras de quartzo: A) XNG47.2, B) PIN01 e C)TE65B. ....   | 32 |
| Figura 5.5 - Sinais OSL corrigidos ( $L_x/T_x$ ) obtidos pelo teste de <i>dose recovery</i> de 0,42 Gy para as alíquotas das amostras de quartzo (A) XNG47.2, (B) PIN01, (C) TE65B e da amostra de (D) $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . ....   | 34 |
| Figura 5.6 - Sinais OSL corrigidos ( $L_x/T_x$ ) obtidos pelo teste de <i>dose recovery</i> de 35,70 Gy para as alíquotas das amostras de quartzo (A) XNG47.2, (B) PIN01, (C) TE65B e da amostra de (D) $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . ....  | 36 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 5.7 - Sinais OSL corrigidos ( $L_x/T_x$ ) obtidos pelo teste de <i>dose recovery</i> de 49,98 Gy para as alíquotas das amostras de quartzo (A) XNG47.2, (B) PIN01, (C) TE65B. ....   | 38 |
| Figura 5.8 - Análise estatística (p-valor) dos dados do teste de <i>dose recovery</i> de 0,42 Gy feita pela análise de covariância entre as amostras estudadas ( $x = \text{XNG 47.2}$ , $p = \text{PIN 01}$ , $t = \text{TE 65B}$ e $a = \text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ ). As comparações com a sigla ns (não significativo) apresentaram p-valor maior que 0,05 e são consideradas estatisticamente iguais. .... | 39 |
| Figura 5.9 - Médias dos sinais OSL corrigido ( $L_x/T_x$ médio), obtidos a partir da Tabela 5.4, em função da dose administrada durante o teste de <i>dose recovery</i> de 0,42 Gy. ....  | 40 |
| Figura 5.10 - Curvas dose-resposta obtidas para amostras de quartzo (A e C) e para amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ (B e D). ....  | 41 |
| Figura 5.11 - Razão entre as doses calculadas pelo teste de <i>dose recovery</i> e as doses administradas. ....   | 43 |
| Figura 5.12 - Variação da sensibilidade OSL para a dose administrada de 0,42 Gy. (A) Amostra de quartzo (PIN01), (B) amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . ....   | 44 |
| Figura 5.13 - Exemplo de curva de calibração para o componente rápido do sinal OSL sem correção pela dose teste (amostra de quartzo PIN01). ....  | 44 |
| Figura 5.14 - Teste de reciclagem. A reciclagem é representada pelo razão entre o sinal corrigido de dose igual administrada no início (ciclo 1) e no final da sequência de medidas (ciclo 6). ....   | 45 |
| Figura 5.15 - Teste de feldspato. O teste de feldspato é representado pela razão entre o sinal corrigido de dose igual à administrada no início com estimulação por luz IR seguida de estimulação azul (ciclo 7) e o sinal corrigido da dose administrada no início (ciclo 1). ....   | 46 |
| Figura 5.16 - Teste de recuperação. A recuperação é representada em porcentagem pela razão entre os sinais corrigidos da dose de 0Gy (ciclo 5) e da dose inicial (ciclo 1). ....  | 47 |
| Figura 5.17 - Resultado do teste para avaliação de <i>fading</i> das amostras (A) PIN01, (B) TE65B, (C) XNG47.2 e (D) $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . ....   | 48 |
| Figura 5.18 - Comparação entre os sinais OSL corrigidos por dose teste de radiação beta de amostras de quartzo e de amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ irradiadas por raios gama com energias de 1,17 MeV e 1,33MeV (fonte de $\text{Co}^{60}$ ). ....   | 49 |
| Figura 5.19 - Curva de calibração para as amostras de quartzo XNG47.2 e TE65B e a para a amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . ....   | 50 |
| Figura 5.20 - Sinal OSL em contagens, em função da dose, para a amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ (A), para a amostra de quartzo XNG47.2 (B) e para a amostra de quartzo TE65B (C). ....  | 51 |
| Figura 5.21 - Sinal OSL em contagens, em função de dose de radiação gama (escala logarítmica). ....   | 52 |

## LISTA DE TABELAS

|   |    |
|---|----|
| Tabela 3.1 - Limites de dose anual (ano calendário) segundo a CNEN-NN-3.01.1 .....  | 12 |
| Tabela 5.1 - Integral do sinal OSL das amostras selecionadas. São apresentadas as integrais do componente OSL rápido (0,8s) e da curva total (0-40s). A última coluna apresenta a contribuição da componente rápida para o sinal OSL total..... | 27 |
| Tabela 5.2 - Sensibilidade em contagens $\text{mg}^{-1} \text{Gy}^{-1}$ . .....   | 29 |
| Tabela 5.3 - Sinais OSL corrigidos ( $L_x/T_x$ ) obtidos no teste de <i>dose recovery</i> de 50 mGy para cada alíquota das amostras de quartzo. ....  | 31 |
| Tabela 5.4 - Sinais OSL corrigidos ( $L_x/T_x$ ) obtidos pelo teste de <i>dose recovery</i> de 0,42 Gy para cada alíquota.....  | 33 |
| Tabela 5.5 - Sinais OSL corrigidos ( $L_x/T_x$ ) obtidos pelo teste de <i>dose recovery</i> de 35,70 Gy para cada alíquota. ....  | 35 |
| Tabela 5.6 - Sinais OSL corrigidos ( $L_x/T_x$ ) obtidos pelo teste de <i>dose recovery</i> de 49,98 Gy para cada alíquota. ....  | 37 |
| Tabela 5.7 - Resultados dos testes de <i>dose recovery</i> , segundo o protocolo SAR. ....  | 41 |
| Tabela 5.8 - Teste de normalidade de Shapiro-Wilk para os resultados dos testes de <i>dose recovery</i> . ....  | 42 |
| Tabela 5.9 - Análise de variância dos testes de <i>dose recovery</i> . ....   | 42 |
| Tabela 5.10 - Doses calculadas (médias e desvio padrão) pelo teste de <i>dose recovery</i> quando administradas as doses de 50,00 mGy, 0,42 Gy, 35,70 Gy e 49,98 Gy. ....   | 42 |
| Tabela 5.11 - Dose calculada sem correção pela dose teste nos casos de baixa variação de sensibilidade OSL. ....  | 44 |
| Tabela 5.12 - Razões entre as doses calculadas sem correção pela dose teste e as doses administradas....  | 45 |
| Tabela 5.13 - Doses de saturação. Dose máxima que pode ser estimada com certa exatidão. ....  | 47 |



## LISTA DE ABREVIATURAS

CNEN - Comissão Nacional de Energia Nuclear

CW-OSL - *Continuous-Wave* OSL

IOE - Indivíduo ocupacionalmente exposto

IR - infravermelho

LM-OSL - *Linear-Modulated* OSL

OSL - *Optically Stimulated Luminescence*

POSL - *Pulsed* OSL

SAR - *Single Aliquot Regeneration-dose*

TL - termoluminescência

UV - ultravioleta



## 1. Introdução

O uso da radiação ionizante está presente em diversas áreas da indústria e da medicina, de modo que seu uso deve ser feito de forma controlada e com segurança devido aos efeitos biológicos nocivos que podem ser causados nos tecidos humanos (Okuno & Yoshimura, 2010). A dosimetria pessoal visa monitorar os indivíduos ocupacionalmente expostos (IOE), com o uso de dosímetros para certificar se os limites de dose estabelecidos pelas normas da CNEN (Comissão Nacional de Energia Nuclear) estão sendo cumpridos.

A radiação ionizante é aquela capaz de ionizar um átomo ou molécula, resultando em um elétron livre e um íon positivo. Além da ionização, a interação da radiação ionizante com o meio pode excitá-lo. São exemplos de radiações ionizantes as partículas  $\alpha$ , elétrons, pósitrons, prótons, fótons e nêutrons.

Dosímetros pessoais são detectores utilizados para estimar a dose de radiação ionizante acumulada por um longo período de tempo em uma pessoa ou ambiente. Dentre os tipos de dosímetros, têm-se os termoluminescentes e os de luminescência opticamente estimulada (OSL, do inglês *Optically Stimulated Luminescence*). Geralmente, os dosímetros luminescentes são cristais fabricados em laboratório. A emissão de luz por um dosímetro previamente irradiado pode ser detectada e convertida em um sinal que representa uma informação de dose de radiação à qual foi exposto o dosímetro (Yukihara & McKeever, 2011). A utilização de dosímetros pessoais por indivíduos ocupacionalmente expostos à radiação ionizante é obrigatória a fim de monitorar os limites de dose recebida.

Existem diversos materiais termoluminescentes utilizados na fabricação de dosímetros, dentre os quais se pode citar o fluoreto de lítio (LiF), sulfato de cálcio dopado com disprósio ( $\text{CaSO}_4\text{:Dy}$ ) e fluoreto de cálcio dopado com manganês ( $\text{CaF}_2\text{:Mn}$ ) (Shapiro, 2002).

Para fabricar dosímetros de luminescência opticamente estimulada existem poucos materiais, como o óxido de alumínio dopado de carbono ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ ) e o óxido de berílio (BeO). Estes materiais, por possuírem estabilidade e alta sensibilidade do sinal OSL, permitem a produção de dosímetros pequenos, capazes de recuperar doses da ordem de  $10^{-4}$  Gy até 10 Gy (Yukihara & McKeever, 2011; Boetter-Jensen *et al.*, 2003).

O cristal de quartzo ( $\text{SiO}_2$ ) possui propriedades termoluminescentes e de luminescência opticamente estimulada (Preusser *et al.*, 2009), podendo, assim, ser utilizado como dosímetro de radiação ionizante (Yukihara & McKeever, 2011). O quartzo

já é empregado para medir dose retrospectiva a partir de rochas, sedimentos, tijolos e concreto. O quartzo de tijolos e concretos permite medir a dose de radiação acidental (Banerjee et al., 2000; Thomsen et al. 2003). A dose de radiação ambiental pode ser medida através do quartzo de sedimentos e cerâmicas em estudos geológicos e arqueológicos (Wintle, 2008; Preusser *et al.*, 2009). A dosimetria por OSL do quartzo teve grande avanço a partir de 1998 (Murray & Wintle, 1998), ano em que foi formalizado o protocolo SAR (*Single Aliquot Regeneration*) para estimativa de dose de radiação a partir de quartzo. Inicialmente, o protocolo SAR foi proposto para corrigir mudanças de sensibilidade de luminescência e estimativa de dose a partir de grãos de feldspato (Duller, 1991). O quartzo natural tem alta variabilidade de sensibilidade OSL (Choi *et al.*, 2006; Sawakuchi *et al.*, 2011), o que afeta o seu uso como dosímetro. Tratamentos de iluminação e irradiação podem aumentar a sensibilidade do componente rápido do sinal OSL do quartzo (Moska & Murray, 2006; Pietsch *et al.*, 2008), melhorando sua qualidade dosimétrica quando comparado ao quartzo sintético (Kuhns *et al.*, 2000).

Materiais como o  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  e o BeO geralmente possuem maior sensibilidade OSL quando comparado ao quartzo. Porém, alguns tipos de quartzo encontrados em sedimentos costeiros e fluviais brasileiros destacam-se pela sua alta sensibilidade OSL e estabilidade do sinal (Sawakuchi *et al.*, 2011; Mineli *et al.*, 2014), possuindo, assim, propriedades dosimétricas de excelente qualidade, o que permitiria o seu uso na área de dosimetria pessoal.

## 2. Objetivos

Este trabalho visa avaliar as propriedades dosimétricas de amostras selecionadas de quartzo natural com luminescência de alta intensidade. Esta avaliação inclui a comparação com amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ .

A caracterização das propriedades dosimétricas das amostras de quartzo selecionadas envolveu avaliação da exatidão, sensibilidade do sinal OSL, estabilidade do sinal OSL (*fading*) e saturação do sinal OSL. A avaliação das amostras abrange testes de reciclagem, de recuperação e de feldspato. A exatidão é analisada por teste de recuperação de dose (*dose recovery*, Murray & Wintle, 2003). Já a análise da precisão é feita a partir da repetição das medidas em diversas alíquotas de uma mesma amostra. Ainda há avaliação do comportamento do sinal OSL quando as amostras são irradiadas com fonte gama. A sensibilidade do sinal OSL foi verificada a partir das medidas obtidas pela administração de uma dose teste constante após cada ciclo de irradiação em uma dada alíquota. Para avaliar o *fading* do sinal OSL, foi medido o sinal OSL em intervalos de tempo progressivos após a irradiação das amostras.

### 3. Conceitos fundamentais

#### 3.1. Termoluminescência e Luminescência Opticamente Estimulada

A luminescência é a emissão de luz por um material exposto à radiação ionizante e posteriormente submetido a um estímulo como, por exemplo, calor ou luz. O comprimento de onda da luz emitida é característico do material. Se a emissão de luz ocorrer acima de um intervalo de tempo igual ou superior a  $10^{-8}$ s após a estimulação do material, a luminescência é chamada de fosforescência e se ocorrer antes desse tempo, é chamada de fluorescência. Existem diferentes processos luminescentes, os quais incluem a termoluminescência e a luminescência opticamente estimulada, ambos fosforescentes.

A termoluminescência (TL) é a luminescência emitida durante o aquecimento de um dado material depois que este foi exposto à radiação ionizante. Já a luminescência opticamente estimulada (*Optically Stimulated Luminescence*, OSL) é a luminescência emitida durante a iluminação do material que foi anteriormente irradiado.

Tanto a TL quanto a OSL podem ser explicadas pela teoria de bandas dos sólidos. A maioria dos materiais que apresentam TL e OSL são cristais cujos níveis de energia estão distribuídos em bandas, como mostrado na Figura 3.1. Os cristais ideais possuem uma banda de menor energia, conhecida como banda de valência, que corresponde aos elétrons mais externos do átomo, ligados à rede cristalina e a banda de maior energia, conhecida como banda de condução, que corresponde aos elétrons que não estão ligados aos átomos e que, portanto, são livres para se deslocarem pelo cristal. Os elétrons da banda de condução contribuem para a condutividade elétrica do material. Entre essas bandas existe a banda proibida na qual não se encontra nenhum nível de energia. O tamanho da banda proibida é que classifica o material como isolante ou semicondutor. Para isolantes, a energia da banda proibida ( $E_g$ ) é de 5 eV ou mais, já para os semicondutores a banda proibida é bem menor ( $>1$ eV) (Knoll, 2000).

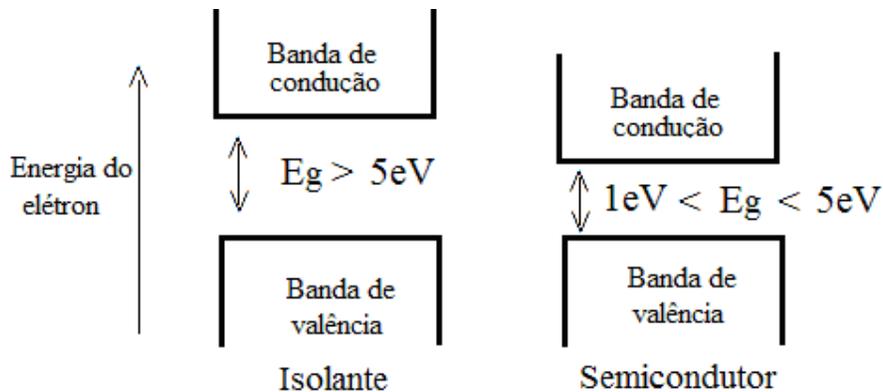


Figura 3.1 - Estrutura de bandas de energia dos elétrons em isolantes e semicondutores.

Na ausência de excitação, a banda de valência está totalmente preenchida e a banda de condução está totalmente vazia tanto nos materiais isolantes quanto nos semicondutores. Nos metais, a banda de maior energia está ocupada, o que dá a característica de condutores elétricos a estes materiais.

Os cristais reais, porém, não são constituídos de redes cristalinas perfeitas. Estes cristais possuem defeitos gerados por lacunas ou impurezas como, por exemplo, átomos faltantes ou átomos estranhos à rede. Estas imperfeições na rede cristalina fazem com que existam níveis de energia específicos na banda proibida, chamados de armadilhas. As armadilhas de elétrons podem aprisionar elétrons da banda de condução, já as armadilhas de lacunas podem aprisionar cargas positivas virtuais representadas por estados vazios da banda de valência. Quando o cristal é exposto à radiação ionizante, pares elétron-lacunas são criados. Os elétrons são excitados da banda de valência para a banda de condução e podem ser capturados pelas armadilhas de elétrons. As lacunas, causadas pela ausência do elétron excitado, podem se mover livremente pela banda de valência e também serem capturadas pelas armadilhas de lacunas.

Este sistema permanece em equilíbrio metaestável até que lhe seja fornecido energia. A energia fornecida pode fazer com que os elétrons e as lacunas escapem das armadilhas, podendo ser recapturados ou se recombinarem nos chamados centros de luminescência. Os centros de luminescências são armadilhas específicas capazes de aprisionar uma lacuna e, posteriormente, um elétron. Nesses centros há uma maior probabilidade de uma lacuna ser capturada antes de um elétron ser liberado da armadilha. A recombinação de elétrons e lacunas causa liberação de energia através da emissão de luz. O par elétron-lacuna retorna à banda de valência e o elétron volta ao seu estado de menor energia. A luz emitida no processo é característica dos centros de luminescência.

Esta luz pode ser detectada e amplificada por uma fotomultiplicadora. Se a energia fornecida for térmica, então a emissão de luz será a TL, já se a energia fornecida for a luz, então se tem a OSL (Figura 3.2).

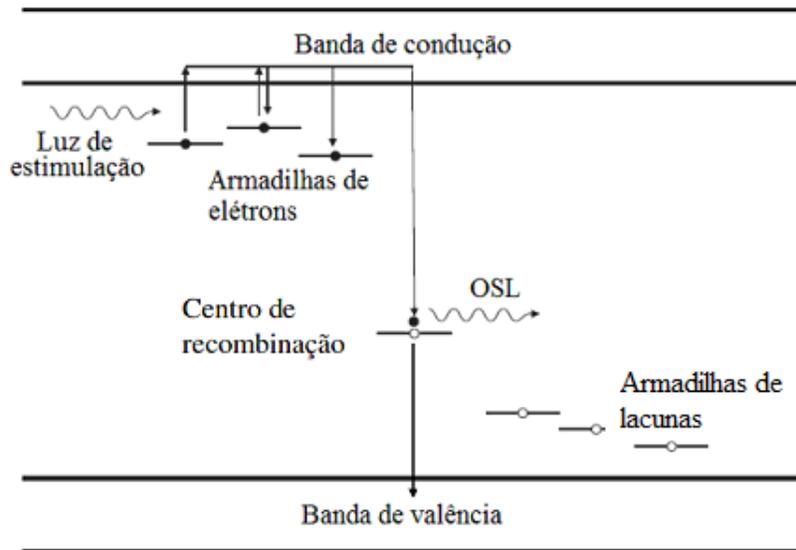


Figura 3.2 - Transações eletrônicas possíveis quando ocorre a estimulação por luz. A OSL resulta da recombinação dos elétrons e lacunas (modificado de Yukihiro & McKeever, 2011).

Se as armadilhas forem profundas, isto é, se a energia necessária para que as cargas presas consigam escapar for alta, então o escape induzido termicamente será desprezível e, portanto, em temperatura ambiente as cargas continuarão aprisionadas.

As medidas TL e OSL são representadas por curvas de intensidade da luminescência emitida em função da temperatura e do tempo, respectivamente, como demonstra a Figura 3.3. Assim, a quantidade de elétrons e vacâncias presos nas armadilhas pode ser relacionada com a energia absorvida pelo cristal durante a exposição à radiação ionizante e esta informação de dose absorvida pode ser lida posteriormente.

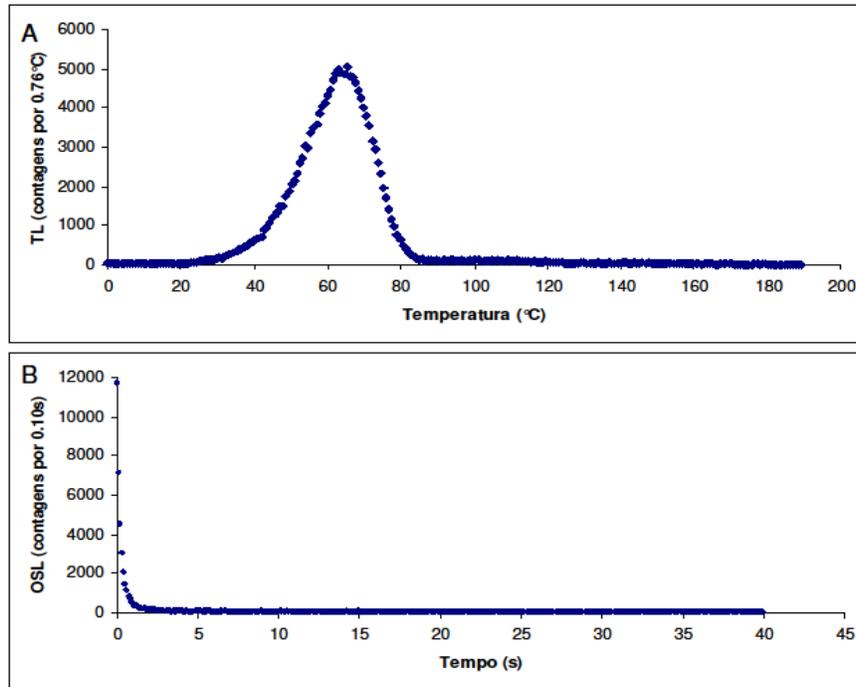


Figura 3.3 - Exemplos de curvas TL (A) e OSL (B) do quartzo (XNG47.2).

A estimulação óptica da amostra para medida da OSL pode ser feita com métodos diferentes. Em um deles, conhecido como CW-OSL (do inglês *Continuous-Wave-OSL*), a intensidade da luz de estimulação é mantida constante e o sinal OSL é monitorado continuamente através do período de estimulação. Outro método, conhecido como LM-OSL (do inglês *Linear-Modulated OSL*), a intensidade da luz de estimulação é linear e crescente, do tipo “rampa”, enquanto a OSL é medida. O terceiro método é o POSL (do inglês *Pulsed OSL*), que consiste em estimular com pulsos de luz, enquanto que a luminescência é monitorada entre os pulsos.

A curva CW-OSL pode ser escrita como um decaimento exponencial do tipo:

$$L(t) = n_0 b \exp\{-bt\}, \quad (3.1)$$

na qual,  $n_0$  é o número inicial de elétrons presos nas armadilhas,  $b$  é uma constante de decaimento proporcional à probabilidade de desarmadilhamento de cargas ( $\alpha$ ) e a intensidade da luz de estimulação ( $I_0$ ), sendo  $b = \alpha I_0$ . A Figura 3.3 (B) é um exemplo de curva CW-OSL.

Já a curva LM-OSL pode possuir formas diversas de acordo com os níveis de energia das armadilhas predominantes na estrutura cristalina. Na Figura 3.4 têm-se exemplos de curvas LM-OSL com armadilhas de diferentes níveis de energia.

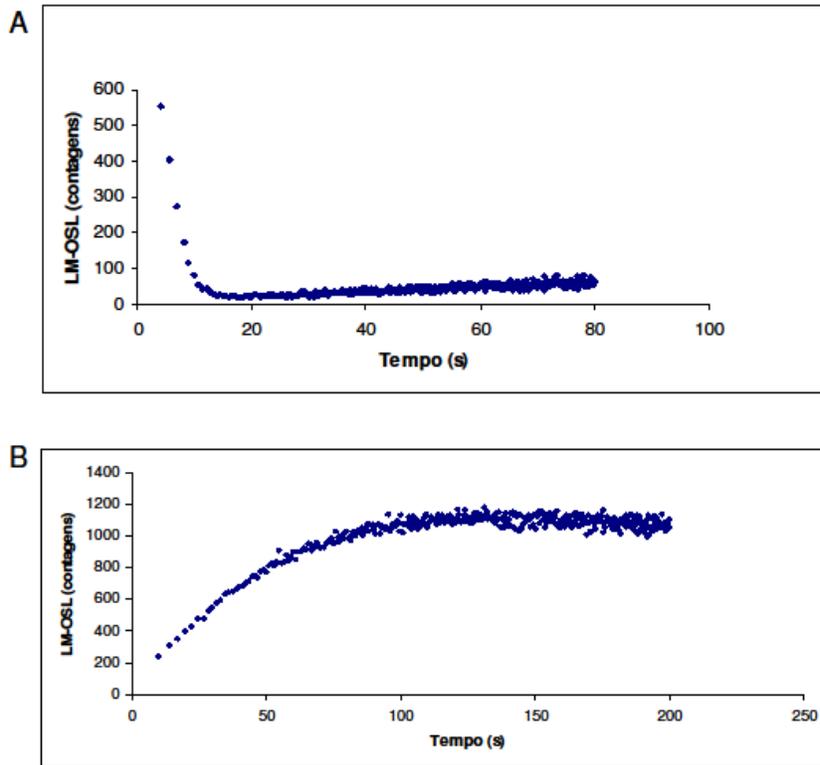


Figura 3.4 – Exemplos de curvas LM-OSL do quartzo. Em (A), a curva apresenta um pico seguido de um decaimento com o tempo no início da curva. Em (B), a curva cresce com o tempo.

Uma curva CW-OSL pode ser convertida em uma curva LM-OSL (Bulur, 2000), como apresenta a Figura 3.5, por meio da introdução de uma nova variável definida como:

$$u = (2tP)^{1/2}, \quad (3.2)$$

na qual  $P$  é o período de medida.

Substituindo na equação, tem-se:

$$I(u) = \frac{n_0 b}{P} u \exp\left\{-b \frac{u^2}{2P}\right\}, \quad (3.3)$$

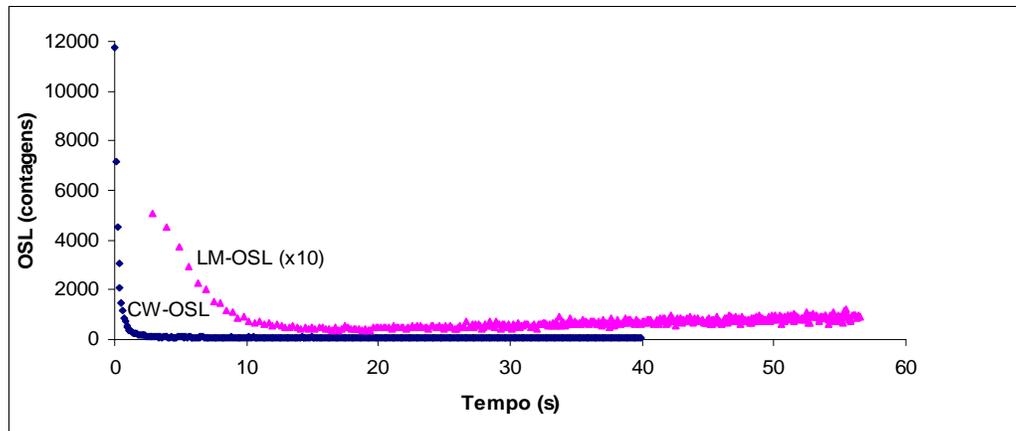


Figura 3.5 - Curva CW-OSL e sua transformação para LM-OSL ampliada em 10 vezes.

As curvas OSL podem ser decompostas em até 7 componentes, sendo que cada componente satura em uma dose diferente (Jain *et al.*, 2003). Geralmente, a componente rápida satura em doses mais baixas. Pode-se decompor de forma mais simplificada em 3 componentes principais: rápida, média, lenta. A componente rápida é identificada por possuir a constante de decaimento menor e a componente lenta possui a maior constante de decaimento (Wintle & Murray, 2006). A componente rápida na curva CW-OSL é a principal contribuinte para a parte inicial do sinal. Na curva LM-OSL, a componente rápida é responsável pela formação do pico, quando ela é a componente mais influente. Assim, para as curvas LM-OSL exemplificadas na Figura 3.4, em (A) existe uma componente rápida predominante responsável pela formação de um pico de intensidade de emissão de luz, o que não ocorre em (B), que possui um sinal crescente devido às componentes mais lentas.

As curvas (A) e (B) da Figura 3.6 demonstram as decomposições das curvas da Figura 3.4 (A) e (B), respectivamente. As componentes 1, 2 e 3 representam componentes rápida, média e lenta. A Figura 3.6 também apresenta a contribuição em porcentagem de cada componente para a curva LM-OSL.

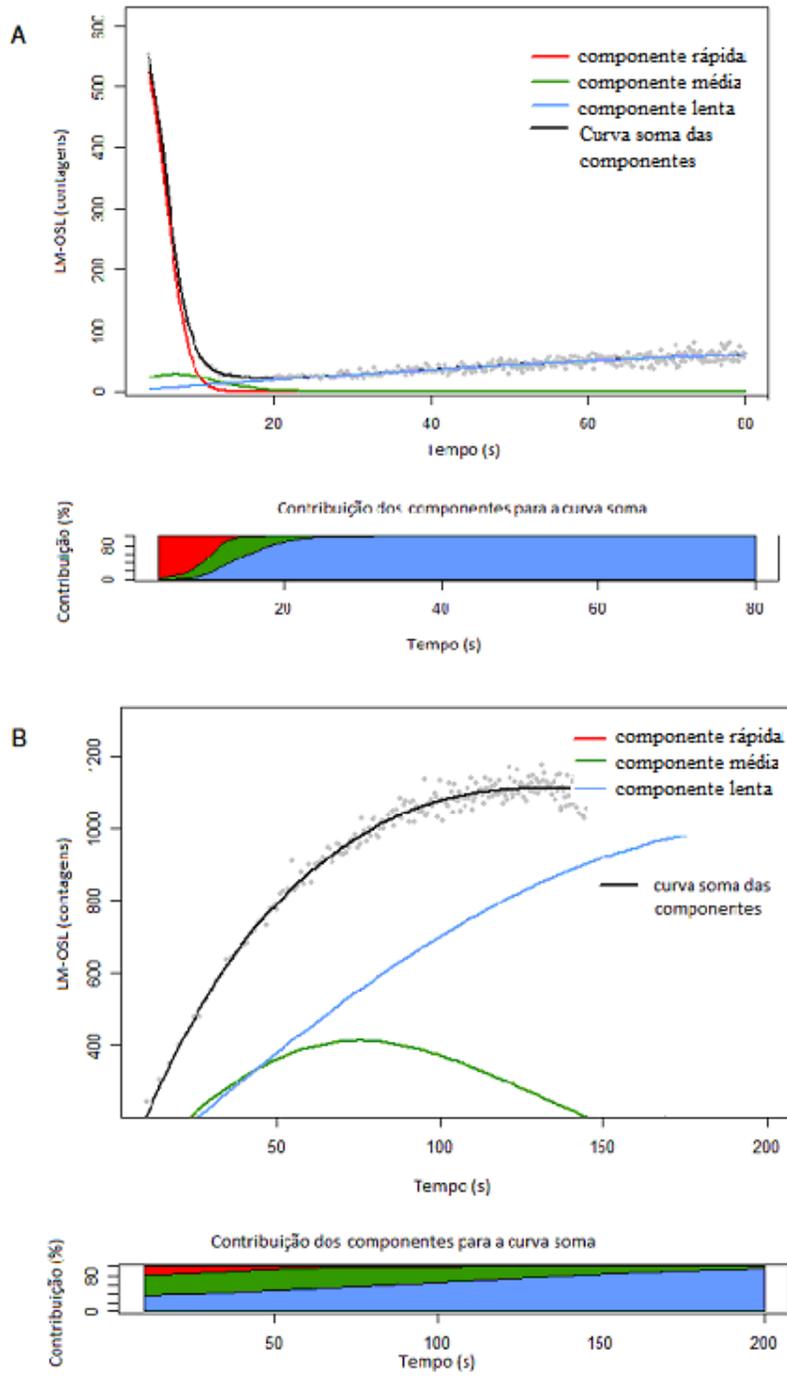


Figura 3.6 - Decomposição da curva LM-OSL de uma amostra de quartzo em componentes rápida, média e lenta. Em (A) verifica-se uma contribuição significativa da componente rápida nos primeiros segundos.

### 3.2. Grandezas e unidades

Na área da dosimetria é importante conhecer algumas grandezas, em especial as grandezas de proteção, que são grandezas dosimétricas especificadas para o corpo humano (Okuno & Yoshimura, 2010).

A dose absorvida ( $D$ ) é a energia média depositada ( $dE_{ab}$ ) pela radiação em um volume elementar de massa  $dm$ . Sua unidade é o Gray (Gy), sendo que 1Gy é igual a 1 J/kg.

$$D = \frac{dE_{ab}}{dm} . \quad (3.4)$$

A dose equivalente no tecido ou no órgão ( $H_T$ ) é definida para qualquer tipo de radiação em um meio que é o tecido ou órgão. É obtida a partir da dose absorvida média ( $D_{T,R}$ ) no tecido ou órgão ( $T$ ), exposto à radiação ( $R$ ), multiplicado pelo fator de ponderação da radiação ( $w_R$ ). Sua unidade é o Sievert (Sv), sendo que 1Sv é igual a 1 J/kg.

$$H_T = w_R D_{T,R} \quad (3.5)$$

Já a dose efetiva ( $E$ ) serve para estabelecer limites de exposição do corpo todo à radiação, a fim de limitar a ocorrência de efeitos cancerígenos e hereditários. Trata-se da soma de doses equivalentes nos tecidos ou órgãos  $H_T$  multiplicada pelo fator de ponderação de tecido ou órgão ( $w_T$ ). Sua unidade é o Sievert (Sv).

$$E = \sum w_T H_T \quad (3.6)$$

### 3.3. Dosímetros

Desde a descoberta dos raios-X no final do século XIX, o uso da radiação na medicina para diagnósticos e terapias tem-se desenvolvido e sido amplamente utilizado. A norma da CNEN (Comissão Nacional de Energia Nuclear) NN-3.01 estabelece os limites de dose (Tabela 3.1) aos quais os IOEs e o público podem ser expostos, sendo que estes limites não se aplicam às exposições médicas.

Tabela 3.1- Limites de dose anual (ano calendário) segundo a CNEN-NN-3.01.1

| Grandeza         | Órgão             | Dose Equivalente (mSv) |                  |
|------------------|-------------------|------------------------|------------------|
|                  |                   | IOE                    | Público          |
| Dose efetiva *   | Corpo inteiro     | 20 <sup>[a]</sup>      | 1 <sup>[b]</sup> |
| Dose equivalente | Cristalino        | 20                     | 15               |
|                  | Pele <sup>c</sup> | 500                    | 50               |
|                  | Mãos e pés        | 500                    | -                |

[a] média aritmética em 5 anos consecutivos, desde que não exceda 50mSv em qualquer ano.

[b] a CNEN pode autorizar até 5mSv em um ano, desde que a dose efetiva média em 5 anos consecutivos não exceda 1mSv por ano.

[c] valor médio em 1cm<sup>2</sup> de área, na região mais irradiada.

\* Os valores de dose efetiva se aplicam à soma das doses efetivas, causadas por exposições externas, com as doses efetivas comprometidas (integradas em 50 anos para adultos e até a idade de 70 anos para crianças), causadas por incorporações ocorridas no mesmo ano.

Essas grandezas limitantes, porém, só podem ser medidas a partir de uma grandeza chamada “Equivalente de dose pessoal ( $H_p$ ) à uma profundidade  $d$ ”. Para radiações fortemente penetrantes a profundidade  $d$  é igual a 10 mm. Já para radiações fracamente penetrantes, a profundidade é 0,07 mm. Para obter o valor de  $H_p$ , a dose absorvida nessas profundidades deve ser multiplicada por um fator de qualidade da radiação ( $Q$ ). Por exemplo, para raios-X, gama e elétrons o fator de qualidade é igual a 1. Assim, a dose absorvida e o equivalente de dose, cuja unidade é o Sv, para essas radiações possuem o mesmo valor numérico.

A CNEN ainda estabelece níveis de dose para garantir uma adequada proteção aos IOEs. O chamado nível de registro para monitoração mensal de IOE é 0,20 mSv para dose efetiva, ou seja, doses maiores ou iguais a esse valor devem ser registradas. Já o nível de investigação para verificar as causas e consequências da dose recebida é de 6 mSv por ano ou 1 mSv em qualquer mês para dose efetiva. Para dose equivalente, o nível de investigação para pele, mãos e pés é de 150 mSv por ano ou 20 mSv em qualquer mês. Para o cristalino, o nível de investigação é de 6 mSv por ano ou 1 mSv em qualquer mês (CNEN-NN-3.01).

Dosímetros OSL são dispositivos constituídos de materiais OSL montados de forma que possam ser trabalhados no corpo de uma pessoa ou colocados em ambientes com a finalidade de assegurar a dose equivalente no local ou próximo dele (Figura 3.7). O valor medido pelo dosímetro fornece uma estimativa da dose efetiva. O dosímetro pessoal é utilizado frequentemente no tórax (Figura 3.8), mas pode ser usado como anel ou pulseira quando há o interesse em analisar a dose nas extremidades. Para uso médico, é

importante que o dosímetro apresente um número atômico efetivo ( $Z_{\text{eff}}$ ) próximo aos dos tecidos do corpo humano ( $Z_{\text{eff}}$  osso = 13,8,  $Z_{\text{eff}}$  tecido mole = 7,4).



Figura 3.7 - Fita com o material OSL e invólucro para protegê-lo da luz (modificado de Landauer, 2014).



Figura 3.8 - Dosímetro pessoal em formato de crachá utilizado no tórax.

O principal e mais utilizado dosímetro OSL é o de óxido de alumínio dopado com carbono ( $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ ). O  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  atualmente domina o comércio de dosímetros pessoais baseados em OSL. É vendido comercialmente pela Landauer Inc. através da marca registrada Luxel<sup>®</sup> (Yukihara & McKeever, 2011). O cristal é crescido em baixa pressão na presença de carbono, assim, os íons de carbono substituem os de oxigênio no cristal, criando vacâncias.

O  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  possui número atômico efetivo igual a 11,3 e serve para monitorar radiação gama, beta e raios-X. É utilizado tanto para monitorar área quanto para monitoramento pessoal. O dosímetro é estável e não é afetado pelo calor, umidade e

pressão (Landauer®, 2014). Sua utilização é feita por até 1 ano, devido ao decaimento do sinal causado pelas armadilhas rasas e instáveis (Yukihara & McKeever, 2011). O dosímetro pode ser aquecido à alta temperatura (após o uso, é recomendado o aquecimento a 900°C para eliminação do sinal residual, temperatura bem inferior ao seu ponto de fusão em 2072°C) ou iluminados com comprimento de onda adequado para esvaziar (*bleaching*) o sinal OSL (Yukihara & McKeever, 2011). A exposição à radiação é medida em laboratório, estimulando o dosímetro com laser na região verde do espectro, a detecção é feita na região azul centrada em 415nm, embora seja possível estimular com luz azul e obter a luminescência na faixa ultravioleta (UV) do espectro (Umisedo *et al.*, 2010). O alcance de dose medida é de 10 µSv até 10 Sv para raios-X e gama e de 100µSv até 10 Sv para partículas beta (Landauer®, 2014). A precisão para H<sub>P</sub> (10mm) é de 15% no intervalo de confiança de 95% para fótons acima de 20 keV e para H<sub>P</sub> (0,07mm) é de 15% no intervalo de confiança de 95% para fótons acima de 20 keV e partículas beta acima de 200 keV (Landauer®, 2014). A resposta do detector é linear até cerca de 10 Gy. Entretanto, para altas doses a resposta passa a ser supralinear e depois se torna sublinear. Essas mudanças na linearidade estão associadas com as mudanças na sensibilidade OSL em função da dose de radiação acumulada no cristal (Yukihara & McKeever, 2011).

Outro dosímetro OSL é o óxido de berílio (BeO). Além de possuir alta sensibilidade, não ser afetado pela umidade e ter baixo custo, possui a vantagem sobre o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C em ter um número atômico efetivo igual a 7.2, mais próximo do tecido mole. A resposta é linear na faixa de 5 µGy até 5 Gy e o desvio na linearidade é menor do que 5% em 30 Gy. Essas características fazem com que o dosímetro possa ser utilizado para dosimetria médica. Porém, sua eficiência diminui com o aumento da temperatura, de modo que é necessário pré-aquecimento para remover componentes instáveis do sinal OSL (Yukihara & McKeever, 2011).

### **3.4. O quartzo**

O quartzo (SiO<sub>2</sub>) é um dos minerais mais abundantes da crosta terrestre, sendo encontrado em sedimentos, rochas ígneas, metamórficas e sedimentares e materiais derivados, tais como cerâmicas arqueológicas, materiais de construção, entre outros. Em dosimetria de radiação ambiental, o quartzo é utilizado para, por exemplo, datação de sedimentos e cerâmicas, autenticidade de objetos de arte e dosimetria de áreas com acidentes que envolveram radiação ionizante (Preusser *et al.*, 2009).

No quartzo, as armadilhas são criadas devido às lacunas de  $\text{Si}^{4+}$  ou  $\text{O}^{2-}$  ou criadas pela substituição dos íons de  $\text{Si}^{4+}$  por outros íons como  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Ge}^{4+}$  e  $\text{Ti}^{4+}$  (Preusser *et al.*, 2009). O quartzo apresenta picos de TL em aproximadamente  $110^\circ\text{C}$  e  $325^\circ\text{C}$  e também um sinal OSL resultante da irradiação e aquecimento aplicados aos defeitos  $[\text{AlO}_4]^-$  e  $[\text{X/M}^+]^+$ . O defeito  $[\text{AlO}_4]^-$  é produzido quando o  $\text{Al}^{3+}$  substitui o íon  $\text{Si}^{4+}$  na rede cristalina durante a formação do quartzo. Para neutralizar a carga, é associado ao centro  $[\text{AlO}_4]^-$  ou um íon alcalino ( $\text{M}^+$ ), ou um íon hidrogênio ( $\text{H}^+$ ) ou uma lacuna (h), formando, respectivamente, os centros  $[\text{AlO}_4/\text{M}^+]^0$ ,  $[\text{AlO}_4/\text{H}^+]^0$  e  $[\text{AlO}_4/\text{h}]^0$ . Já o defeito do tipo  $[\text{X/M}^+]^+$  acontece quando um íon alcalino ( $\text{M}^+$ ) é estabilizado por um outro defeito X, sendo que X pode ser um átomo Ti e M um átomo de Na. As emissões desses centros luminescentes ocorrem com maior intensidade em 365nm para OSL, 380nm para a TL em  $110^\circ\text{C}$  e 420nm para a TL em  $325^\circ\text{C}$  (Boetter-Jensen *et al.*, 2003).

O pico de TL em  $110^\circ\text{C}$  é causado devido à associação de um elétron liberado termicamente de sua armadilha com uma lacuna. O pico de TL em  $325^\circ\text{C}$  é resultante de um  $\text{M}^+$  liberado termicamente e recombinado com um centro  $[\text{AlO}_4]^-$ . A emissão OSL é resultante da associação de uma lacuna liberada de um centro  $[\text{X/M}^+]^+$  com um centro  $[\text{AlO}_4]^-$  (Boetter-Jensen *et al.*, 2003). Na forma mais usual de se obter a OSL, a estimulação é feita com luz azul e a luminescência emitida é na região UV do espectro, centrada em 365nm (Yukihara & McKeever, 2011).

O número atômico efetivo do quartzo é 11,8, próximo ao do tecido ósseo. Além disso, o quartzo seria vantajoso por possuir elevada estabilidade térmica e ser um material inerte, resistente à corrosão. Pode ser utilizado para medir doses no intervalo de dezenas de mGy a centenas de Gy (Madsen & Murray, 2009; Jain, 2009). Alguns fatores, porém, podem alterar a sensibilidade de luminescência do quartzo e o seu sinal. O quartzo pode sofrer mudanças na sua sensibilidade de luminescência quando irradiado, aquecido e estimulado por repetidas vezes (Pietsch *et al.*, 2008). A baixa sensibilidade ocorre se o componente rápido da OSL for inexistente ou muito baixo. Se o componente rápido da OSL for fraco, ela pode ser sensibilizada por aquecimento até  $500^\circ\text{C}$  ou por repetidos esvaziamentos ópticos (*bleaching*) e irradiações (Wintle & Murray, 2006). A baixa sensibilidade pode ser um problema na dosimetria por meio do quartzo, já que torna difícil obter com precisão medidas do sinal OSL.

O sinal OSL do quartzo pode ser superestimado devido à transferência térmica. Esta ocorre quando o pré-aquecimento da amostra causa transferência de elétrons de

armadilhas que não são sensíveis ao estímulo de luz para armadilhas OSL (Boetter-Jensen *et al.*, 2003).

### **3.5. Outras aplicações da dosimetria por OSL na medicina**

Dosímetros baseados na OSL podem ser utilizados em outros campos da dosimetria na área da medicina. Artigos citam o uso de dosímetros por OSL na radioterapia com feixes de prótons, de fótons e de elétrons, na tomografia computadorizada, na fluoroscopia, na braquiterapia e na mamografia. Estudos realizados na última década estão aplicando dosímetros por OSL para medidas de dosimetria clínica, em especial nos testes de garantia de qualidade e verificação de dose (Yukihara & McKeever, 2008).

A radioterapia concentra a maioria das pesquisas nessa área em razão do seu crescente avanço. Dosímetros por OSL podem ser usados na dosimetria *in vivo* como a última verificação de dose entregue ao paciente em uma radioterapia. A dose dada ao paciente pode ser verificada colocando-se dosímetros na pele do paciente, ou ainda em cavidades internas, controlando a dose de entrada e de saída da pele, confirmando se a dose recebida pelo paciente está de acordo com o planejado.

Dosímetros OSL são utilizados para determinar o perfil de dose em imagens por tomografia computadorizada e na garantia de qualidade na terapia com prótons. Outro uso dos dosímetros por OSL na radioterapia é o desenvolvimento de sistemas associados à fibra óptica (Aznar *et al.*, 2004), com aplicação na braquiterapia (Andersen *et al.*, 2009), permitindo medidas em tempo real, assim como na fluoroscopia (Gasparian *et al.*, 2010).

## 4. Materiais e métodos

### 4.1. Seleção de amostras de quartzo

As amostras de quartzo utilizadas para os testes dosimétricos foram selecionadas da coleção de amostras do Laboratório de Espectrometria Gama e Luminescência (LEGaL) do Instituto de Geociências (IGc) da USP. Para que fossem selecionadas, as amostras deveriam ter alta sensibilidade OSL e desempenho para datação. Essas amostras deveriam ter maior proporção do componente rápido, pois as amostras que possuem maior proporção do componente rápido são, em geral, mais sensíveis (Sawakuchi *et al.*, 2011).

Uma forma de analisar a sensibilidade é observar as curvas CW-OSL e LM-OSL. Se para uma amostra a curva CW-OSL possuir um decaimento rápido predominante e a curva LM-OSL possuir um pico destacado, então essa amostra será classificada como apropriada para os testes.

### 4.2. Preparação de alíquotas de quartzo

O quartzo pode ser obtido naturalmente a partir de amostras de rochas ou sedimentos. Para isso, as amostras devem ser preparadas de forma que o quartzo seja separado de outros minerais presentes na amostra. Os procedimentos gerais de preparação de amostras de quartzo para dosimetria TL ou OSL estão descritos em Aitken (1998).

Os seguintes passos foram realizados na preparação das amostras de quartzo estudadas:

- Peneiramento para separar a fração de 180µm a 250µm (fração alvo do estudo);
- Ataque com peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) para eliminação de matéria orgânica;
- Ataque com solução de ácido clorídrico (HCl) 10% para eliminação de carbonatos;
- Ataque com ácido fluorídrico (HF) 38% por 40 minutos para eliminação de feldspatos;
- Separação de minerais pesados em solução de LMT (*Lithium Metatungstate*) com densidade de 2,85g/cm<sup>3</sup>;

- Separação de feldspatos remanescentes em solução de LMT com densidade de 2,62g/cm<sup>3</sup>.
- Teste com dose de radiação beta e estimulação por luz infravermelha (IR) para verificação de eventual contaminação por feldspato.
- Fotoesvaziamento (*bleaching*) das alíquotas de quartzo por exposição à luz branca (simulador de luz solar) por 24 horas.
- Medida OSL para avaliação da eficácia do fotoesvaziamento e presença de sinal residual.

### 4.3. Dosimetria OSL por SAR

O protocolo SAR (*Single-Aliquot Regenerative-dose*), formalizado por Murray & Wintle (2000), é usado para determinar a dose de radiação à qual os grãos de quartzo foram expostos. O protocolo foi estabelecido a fim de corrigir as variações de sensibilidade da luminescência que ocorrem durante os procedimentos de medida (aquecimento, irradiação e iluminação). A primeira dose dada no protocolo é a dose que se deseja determinar e é conhecida como dose equivalente ( $D_e$ ).

Os passos do protocolo são:

- 1- Administrar uma dose ( $D_i$ );
- 2- Pré-aquecer a alíquota por 10s à temperatura entre 160°C e 260°C;
- 3- Estimular com luz azul por 40s a 125°C para obter o sinal  $L_i$ ;
- 4- Administrar uma dose teste ( $D_T$ );
- 5- Pré-aquecer a alíquota a 160°C;
- 6- Estimular com luz azul por 40s a 125°C para obter o sinal  $T_i$ ;
- 7- Iluminar com luz azul por 40s a 280°C;
- 8- Retornar ao passo 1.

A dose teste é uma dose fixa dada para corrigir o sinal OSL, pois a sensibilidade do sinal OSL do quartzo muda com repetidos pré-aquecimentos, estimulações e irradiações (Murray & Wintle, 2003).

Pelo protocolo, após a leitura do sinal da dose que se deseja determinar, é feita uma curva de calibração (Figura 4.1) a partir de sinais ( $L_i$ ) corrigidos pelo sinal de dose teste constante ( $T_i$ ) para determinada alíquota de quartzo. Com essa curva, a dose desconhecida pode ser calculada ao se medir o sinal OSL corrigido.

O pré-aquecimento é necessário para eliminar os elétrons que estão presos em armadilhas instáveis. Essas armadilhas instáveis incluem aquelas que dão origem ao pico TL em 110°C.

A sequência de passos do protocolo é repetida 8 vezes (ciclos 0 a 7). No ciclo 0, a dose dada no passo 1 do protocolo se refere à dose equivalente ( $D_e$ ) à qual foi exposto o quartzo. Nos ciclos 1 a 4, o protocolo deve ser repetido 4 vezes, sendo que as doses do passo 1 são doses conhecidas dadas de forma crescente no próprio laboratório. Essas são as doses que serão utilizadas para construir uma curva de calibração (curva dose-resposta). Para estudo da saturação, os ciclos serão repetidos mais vezes, para que a curva dose-resposta seja construída com mais pontos (6 a 8 pontos).

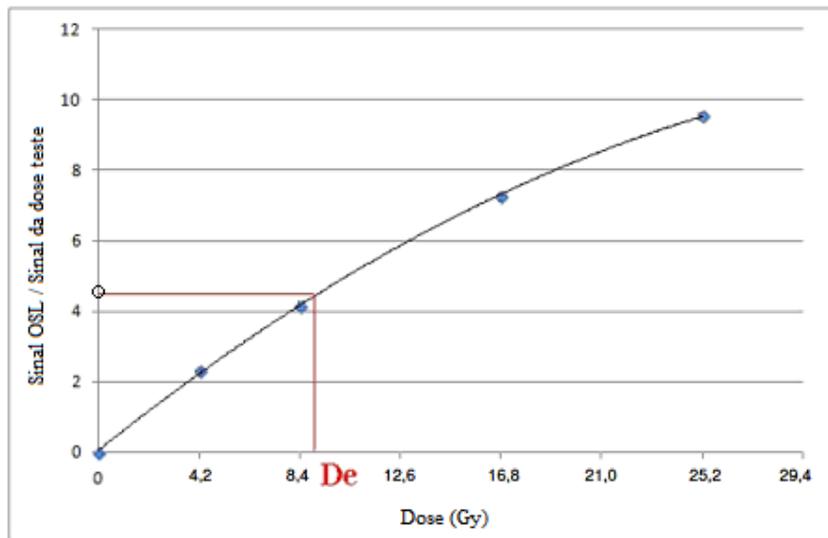


Figura 4.1 - Curva dose-resposta. A curva pode ser ajustada para uma função exponencial.

A curva de calibração exemplificada na Figura 4.1 pode ser ajustada para uma função exponencial do tipo (Wintle & Murray, 2006):

$$Y = a(1 - \exp(-x/b)), \quad (4.1)$$

na qual,  $a = 1,28 \pm 0,03$  e  $b = (25,79 \pm 0,80)$  Gy, para o exemplo apresentado. A taxa de dose da fonte utilizada (fonte beta selada de  $\text{Sr}^{90}/\text{Y}^{90}$ ) para irradiar a amostra em questão é 0,084 Gy/s. Assim, medindo o sinal  $L_0/T_0$  (correspondente ao sinal corrigido da dose equivalente) consegue-se obter a dose  $D_e$  através da curva de calibração (curva dose-resposta).

No ciclo 5, deve ser dada uma dose 0 no passo 1. Essa dose serve para conferir se o sinal obtido também é 0 (teste de recuperação). No ciclo 6, é dada uma dose igual à primeira dose conhecida, a fim de comparar os sinais obtidos. Este é o chamado teste de

reciclagem. A razão entre os sinais deve ter um erro máximo de 10%. No ciclo 7 é dada uma dose igual à primeira dose conhecida, porém, acrescentando uma estimulação com luz infravermelha (IR) a 60°C por 40s antes das estimulações com luz azul. Se o sinal obtido após a estimulação com luz IR for diferente do sinal sem a luz IR (10% de erro), significa que há feldspato junto à amostra de quartzo. O feldspato fornece sinal quando estimulado com a luz IR e azul, o que pode gerar um sinal OSL superestimado.

#### 4.4. O leitor Risø TL/OSL DA-20

As amostras foram irradiadas por fontes betas seladas de  $\text{Sr}^{90}/\text{Y}^{90}$  no Laboratório de Espectrometria Gama e Luminescência (LEGaL), Instituto de Geociências da USP e no Laboratório de Dosimetria, Instituto de Física da USP. As fontes betas  $\text{Sr}^{90}/\text{Y}^{90}$  emitem partículas beta com uma energia máxima de 2,27 MeV e a atividade é cerca de 1,48 GBq. A distância entre a fonte e a amostra é de 7 mm. As fontes têm taxas de dose de 0,01Gy/s, 0,084Gy/s e 0,119 Gy/s e fazem parte de leitores Risø TL/OSL DA-20 (Figura 4.2) que, além de irradiarem, aquecem e fazem medidas de TL e OSL.



Figura 4.2- Leitor Risø TL/OSL DA-20 com fonte beta selada de  $\text{Sr}^{90}/\text{Y}^{90}$  e taxa de dose de 0,084 Gy/s (LEGaL).

A fonte beta está alocada em uma roda giratória. Na Figura 4.3 a fonte está na posição de irradiação. A quantidade de dose entregue à amostra é definida pelo tempo em que a fonte fica na posição de irradiação. As taxas de dose das fontes foram calibradas a partir de um quartzo de calibração, cuja dose de radiação é conhecida.

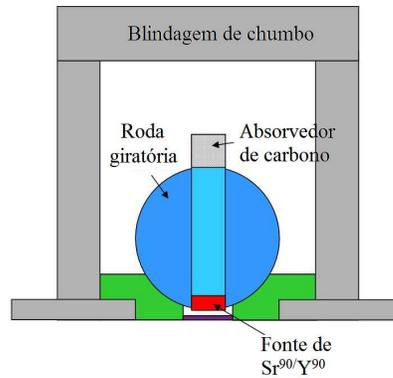


Figura 4.3 – Diagrama da roda giratória com a fonte beta na posição de irradiação (modificado de *Guide to The RisøTL/OSL Reader*, 2013).

Os itens necessários para obter a leitura de um sinal OSL são uma fonte de luz para estimulação da amostra, filtros para seleccionar o comprimento de onda da luz de estimulação, filtros de detecção que impedem a passagem da luz de estimulação e permitem apenas a detecção da OSL vinda da amostra, um detector de luz, no caso uma fotomultiplicadora (PMT), plataforma de suporte e aquecimento da amostra e a eletrônica associada. A Figura 4.4 representa um esquema do sistema de estimulação e leitura do sinal OSL.

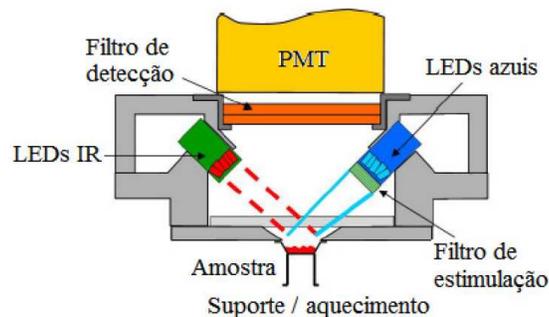


Figura 4.4 - Esquema do sistema de estimulação e leitura da OSL (modificado de *Guide to The RisøTL/OSL Reader*, 2013).

As luzes de estimulação utilizadas foram LEDs azuis (pico de emissão em 470 nm) e LEDs IR (pico de emissão em 870 nm). O filtro utilizado para seleccionar a luz de estimulação foi o GG-420, que funciona como filtro passa-alta, minimizando a quantidade de luz azul que chega ao sistema de detecção. O filtro de detecção utilizado é o Hoya U-340, que permite a transmissão dos comprimentos de onda entre aproximadamente 200 e 400 nm, com pico em cerca de 340 nm (região ultravioleta do espectro). Para obter o sinal

IR (IRSL) não é necessário o filtro de detecção, já que a luz de estimulação (IR) tem comprimento de onda maior que o sinal de detecção (região ultravioleta do espectro). Na Figura 4.5 tem-se o espectro de emissão dos LEDs e a curva de transmissão dos filtros.

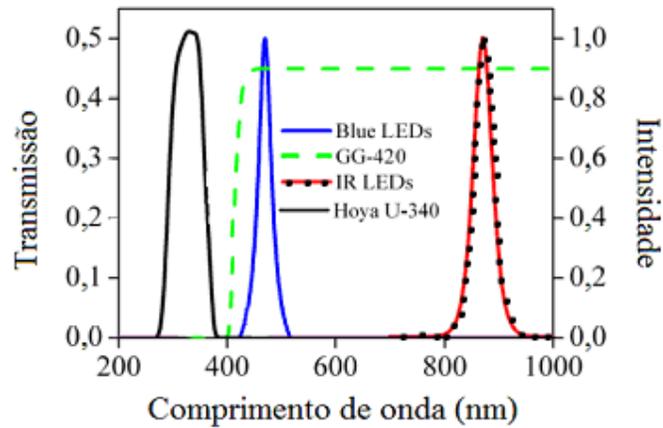


Figura 4.5- Espectro de emissão dos LEDs azul e IR, curva de transmissão do filtro GG-420 e curva de transmissão do filtro Hoya U-340 (modificado de *Guide to The RisøTL/OSL Reader*, 2013).

A amostra é colocada em *cups* de aço apropriados e estes são colocados em um carrossel no equipamento (Figura 4.6). As análises das curvas de luminescência foram feitas no *software Analyst*.

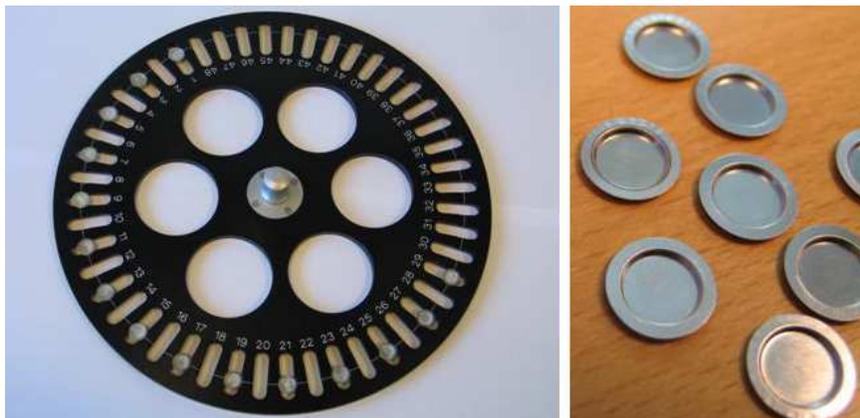


Figura 4.6 – Carrossel e *cups*.

## 4.5. Testes dosimétricos

Os experimentos foram feitos com as amostras selecionadas de quartzo e repetidos para a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  para que fosse feita a comparação entre os dosímetros.

### 4.5.1. Dose recovery

Para testar a exatidão de uma dada amostra, é feito o teste de recuperação de dose (*dose recovery*). Este teste permite avaliar se o protocolo de medida está adequado (se as temperaturas de pré-aquecimento precisam ou não ser alteradas, por exemplo). Nesse teste, as alíquotas de quartzo têm seu sinal esvaziado por fonte artificial de luz e a primeira dose dada no protocolo SAR é uma dose conhecida.

As medidas foram feitas em 12 alíquotas para cada amostra em cada dose conhecida dada. Após o esvaziamento do sinal, todas as alíquotas foram colocadas em *cups* de aço inoxidável usando silicone em *spray* e pesadas em balança analítica.

Para a recuperação da dose de 50,00 mGy as doses crescentes dadas para construção da curva de calibração (seguindo o protocolo SAR) foram de 30,00 mGy, 60,00 mGy, 120,00 mGy e 240,00 mGy. Para a recuperação da dose de 0,42 Gy as doses foram de: 0,25 Gy, 0,50 Gy, 1,00 Gy e 2,00 Gy. Para a recuperação da dose de 35,70 Gy as doses foram de: 11,90 Gy, 23,80 Gy, 47,60 Gy e 95,20 Gy. Para a recuperação da dose de 49,98 Gy foram dadas 8 doses crescentes para que fosse observada a curva de saturação do sinal OSL das amostras. As doses foram de: 10,00 Gy, 20,00 Gy, 39,98 Gy, 79,97 Gy, 120,00 Gy, 160,00 Gy, 200,00 Gy, 250,00 Gy.

Foi utilizado o componente rápido do sinal OSL, medido através da integração dos primeiros 0,8 s da curva de decaimento OSL. O sinal residual (sinal devido aos componentes lentos) utilizado corresponde aos últimos 10 s da curva de decaimento. Para a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  o protocolo de medidas utilizado foi alterado, já que não há necessidade das etapas do pré-aquecimento na sequência do protocolo e a leitura do sinal OSL é feita em temperatura ambiente (20°C). Foi utilizada a luz azul para estimulação da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ , embora o usual seja utilizar a luz verde, já que a luz azul introduz complicações nas medidas como o esvaziamento incompleto de armadilhas (Umisedo *et al.* 2010). Espera-se que a dose equivalente média das alíquotas seja próxima da dose que foi dada, com diferença de no máximo 5%.

#### 4.5.2. Teste de reciclagem, teste de recuperação e teste de feldspato

O teste de reciclagem é feito comparando-se o sinal obtido antes e após ciclos de irradiação, aquecimento e fotoesvaziamento. Este teste consiste em um teste de reprodutibilidade e permite verificar se as eventuais variações de sensibilidade OSL foram corrigidas pelo protocolo de medida. O teste de reciclagem é realizado por meio da comparação entre os sinais da primeira dose aplicada (D1) e da mesma dose (D6) repetida no sexto ciclo do protocolo de medida. Espera-se que as variações na sensibilidade sejam menores que 10% (diferença entre os sinais das doses D1 e D6).

O teste de recuperação visa avaliar a existência de transferência térmica, ou seja, indução de um sinal OSL por meio de aquecimento. Este teste é feito administrando uma dose de 0 Gy e verificando o sinal obtido. Este deve ser próximo de zero, com valor de no máximo 5% do sinal da dose administrada. O teste de recuperação faz parte do protocolo SAR, então foi também realizado dentro do teste de *dose recovery*.

Como as amostras de quartzo utilizadas são naturais, é necessário verificar se elas estão livres de feldspato, já que este possui um sinal OSL que pode interferir no sinal do quartzo. O teste de feldspato foi realizado ao final da sequência de medidas do teste de *dose recovery*. Este teste não foi realizado também para as amostras de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ . Somente feldspato gera sinal de luminescência com estímulo por luz IR. É esperado que o sinal obtido quando feita a estimulação com luz IR seja próximo ao obtido sem a estimulação por luz IR, com diferença de no máximo 10%.

#### 4.5.3. Sensibilidade OSL

Para o cálculo da sensibilidade OSL foram utilizadas as contagens do componente rápido do sinal OSL (primeiros 0,8 s), subtraindo-se o sinal residual (últimos 10 s), da primeira dose teste administrada no protocolo utilizado no teste de recuperação de dose. A sensibilidade OSL foi representada em contagens dividida pela dose dada e pela massa da alíquota. Assim, a sensibilidade é dada em contagens  $\text{mg}^{-1} \text{Gy}^{-1}$ .

#### 4.5.4. Cálculo da dose de saturação

A dose de saturação pode ser calculada a partir do ajuste da curva exponencial para descrever a relação entre o sinal de luminescência e a dose (curva dose-resposta OSL):

$$I(D) = I_0 (1 - \exp(-D/D_0)), \quad (4.2)$$

na qual  $I(D)$  é a intensidade OSL para uma dose  $D$  e  $D_0$  é uma dose característica da curva dose-resposta. Quando o sinal OSL está próximo da saturação, a dose equivalente ( $D_e$ ) não pode ser medida com confiança. O valor de  $2D_0$  corresponde à dose máxima que pode ser estimada para determinada alíquota, sendo que o sinal de luminescência deve estar pelo menos 15% abaixo do sinal de saturação (Wintle & Murray, 2006).

As doses de saturação do quartzo foram calculadas através das curvas dose-resposta elaboradas para a dose de 49,98 Gy. Para a amostra de  $Al_2O_3:C$  foram utilizadas as curvas dose-resposta para a dose de 35,70 Gy.

#### **4.5.5. Teste de estabilidade (*fading test*)**

O teste de estabilidade (*fading test*) verifica o tempo para decaimento do sinal OSL da amostra devido às armadilhas rasas e instáveis. O teste consiste em administrar uma dose, ler o sinal OSL no tempo inicial (imediatamente após administração da dose) e medir o sinal em intervalos de tempo crescentes. Para cada amostra, foi dada uma dose de 0,42 Gy em um grupo de 5 alíquotas e foi lido o sinal corrigido pela dose teste de 0,42 Gy. Outras 20 alíquotas receberam a dose de 0,42 Gy ao mesmo tempo em que o primeiro grupo de alíquotas e os seus sinais corrigidos pela mesma dose teste foram medidos, em grupos de 5 alíquotas, com intervalos de tempo de 1 hora, 5 horas, cerca de 3 dias e cerca de 25 dias após a primeira leitura. Durante os intervalos de tempo para as leituras as amostras foram acondicionadas em temperatura ambiente.

#### **4.5.6. Teste com radiação gama**

As amostras foram irradiadas por fonte de Cobalto-60 no Laboratório de Dosimetria, Departamento de Física Nuclear, Instituto de Física da USP. As doses administradas foram: 0,14 mGy, 4,26 mGy, 8,53 mGy e 42,65 mGy. A análise dos resultados foi feita no Leitor Risø TL/OSL DA-20. A leitura foi feita em grupo de 5 alíquotas por dose, para cada amostra.

Como as amostras foram irradiadas por fonte gama e o leitor utilizado possui fonte de radiação beta, não foi seguido o protocolo SAR. Preferiu-se comparar o comportamento entre as amostras de quartzo e a amostra de  $Al_2O_3:C$  quando irradiadas por fonte gama. Para a amostra de quartzo, a sequência de leitura do sinal OSL foi:

- 1- Pré-aquecer a alíquota por 10s à temperatura de 200 °C;
- 2- Estimular com luz azul por 40s a 125°C para obter o sinal  $L_x$ ;
- 3- Administrar uma dose teste ( $D_T$ );
- 4- Pré-aquecer a alíquota a 160°C;
- 5- Estimular com luz azul por 40s a 125°C para obter o sinal  $T_x$ ;

A dose teste administrada foi de 20 mGy, assim, a leitura do sinal OSL devido à irradiação por gama foi normalizada pelo sinal OSL de radiação beta. Para a amostra de  $Al_2O_3:C$ , a sequência não apresenta pré-aquecimento e a leitura do sinal é feita por 100 s à temperatura de 20°C.

## 5. Resultados

### 5.1. Características das amostras de quartzo selecionadas

A seleção das amostras foi baseada no decaimento da curva CW-OSL e visualização de um pico na curva LM-OSL. Dentre as amostras do LEGaL, foram escolhidas algumas nas quais a curva CW-OSL apresentava um decaimento rápido. Essas amostras estão listadas na Tabela 5.1. Esta tabela também apresenta algumas amostras com declínio longo (proporção elevada de componentes médio e lento) para efeito de comparação.

As amostras foram irradiadas através da fonte beta selada de  $\text{Sr}^{90}/\text{Y}^{90}$ . As curvas OSL foram integradas nos primeiros 0,8 s e no total de segundos (40 s) para aquisição da intensidade dos sinais de luminescência. No sinal correspondente aos primeiros 0,8 s de estimulação predomina o componente rápido. Assim, a razão entre a integral nos primeiros 0,8s e a integral no tempo total de estimulação indica a contribuição do componente rápido na curva OSL. Na Tabela 5.1 estão representados os dados das integrais do sinal OSL no intervalo de tempo de 0 a 0,8 e no tempo total (0 - 40 s) e a razão entre as duas integrais (dado em %).

Tabela 5.1 - Integral do sinal OSL das amostras selecionadas. São apresentadas as integrais do componente OSL rápido (0,8s) e da curva total (0-40s). A última coluna apresenta a contribuição da componente rápida para o sinal OSL total.

| <b>Amostra</b> | <b>OSL 0,8s<br/>(contagens)</b> | <b>OSL total<br/>(contagens)</b> | <b>OSL 0,8s / OSL total<br/>(%)</b> |
|----------------|---------------------------------|----------------------------------|-------------------------------------|
| TE65 B         | 345969 ± 87585                  | 1220720 ± 250537                 | 28,19 ± 3,37                        |
| XNG47-2        | 5344,33 ± 2547                  | 23136 ± 12516                    | 23,68 ± 4,54                        |
| PIN01          | 18000 ± 11608                   | 77631 ± 29296                    | 22,48 ± 7,15                        |
| PIN04          | 29458 ± 16886                   | 130868 ± 65567                   | 22,32 ± 5,18                        |
| PIN03          | 30987 ± 12535                   | 147677 ± 58198                   | 21,70 ± 5,31                        |
| XNG04          | 6221 ± 3101                     | 28182 ± 9721                     | 21,40 ± 5,43                        |
| XNG06          | 13001 ± 5044                    | 63215 ± 20698                    | 21,00 ± 6,07                        |
| PIN02          | 13346 ± 4880                    | 62931 ± 15130                    | 20,94 ± 5,02                        |
| XNG16          | 12128 ± 6602                    | 63854 ± 28960                    | 19,00 ± 5,79                        |
| TE58           | 44580 ± 12971                   | 237363 ± 44328                   | 18,61 ± 3,32                        |
| TAP18          | 5186 ± 2315                     | 30374 ± 12390                    | 17,53 ± 6,18                        |
| XNG62          | 2490 ± 1034                     | 14190 ± 4356                     | 17,49 ± 4,78                        |
| XNG67          | 3750 ± 1994                     | 22368 ± 8172                     | 16,34 ± 4,02                        |
| TAP04 B        | 7852 ± 4057                     | 49631 ± 18215                    | 15,63 ± 3,08                        |
| TE56           | 72676 ± 16897                   | 494783 ± 97337                   | 14,69 ± 2,16                        |
| TAP19          | 1067 ± 754                      | 6946 ± 1783                      | 14,37 ± 7,19                        |
| TAP05          | 2333 ± 939                      | 22614 ± 6430                     | 10,19 ± 2,52                        |
| NSM08          | 371 ± 193                       | 7215 ± 1077                      | 5,02 ± 2,11                         |
| CE01           | 585 ± 644                       | 12632 ± 7845                     | 4,24 ± 3,52                         |
| NSM10          | 189 ± 69                        | 5895 ± 425                       | 3,19 ± 1,07                         |
| NSM03          | 261 ± 106                       | 8379 ± 2711                      | 3,08 ± 0,56                         |

A contribuição do componente rápido varia de 28,19% até cerca de 3%. As amostras com maior porcentagem do componente rápido foram pré-selecionadas para estudo. Com o objetivo de estudar amostras de diferentes propriedades e regiões, foram selecionadas as melhores. Assim, foram estudadas 3 amostras de quartzo: PIN01, TE65 e XNG47.2 (Figura 5.1).

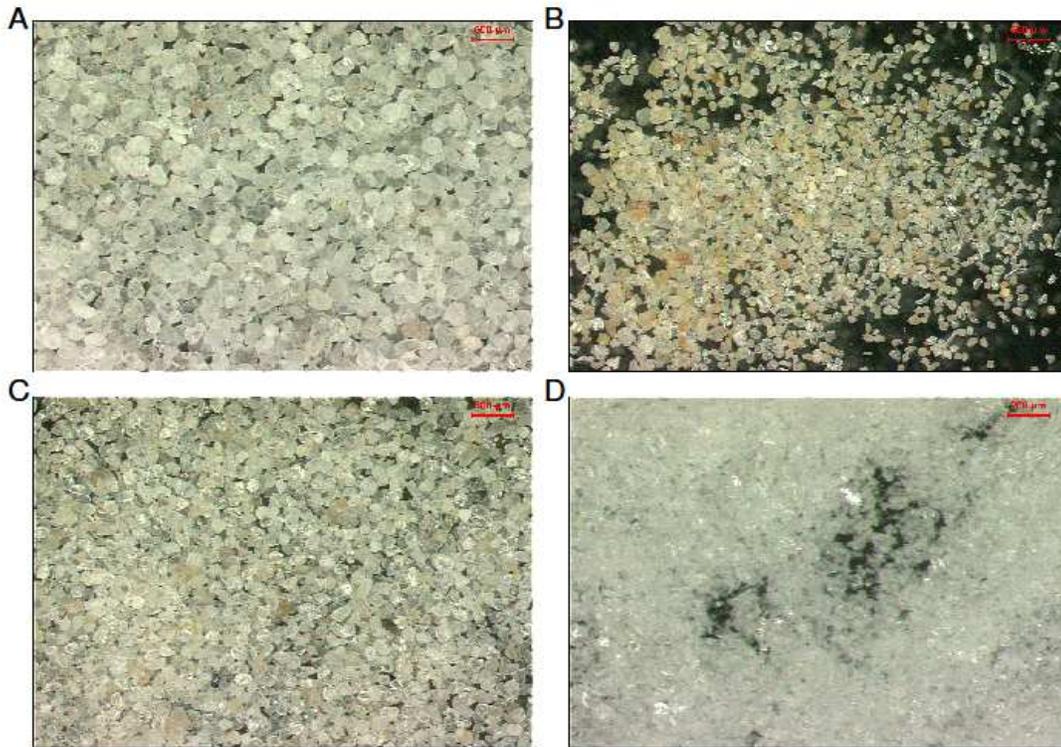


Figura 5.1 - Amostras de quartzo selecionadas: A- PIN01, B- XNG47-2, C- TE65B, D- Amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ .

As curvas de decaimento OSL para uma amostra de quartzo selecionada (TE65B) e para a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  são exemplificadas na Figura 5.2. Nota-se que a curva apresentada na Figura 5.2(A) é dominada pelo componente rápido, essa característica está presente em todas as amostras de quartzo estudadas.

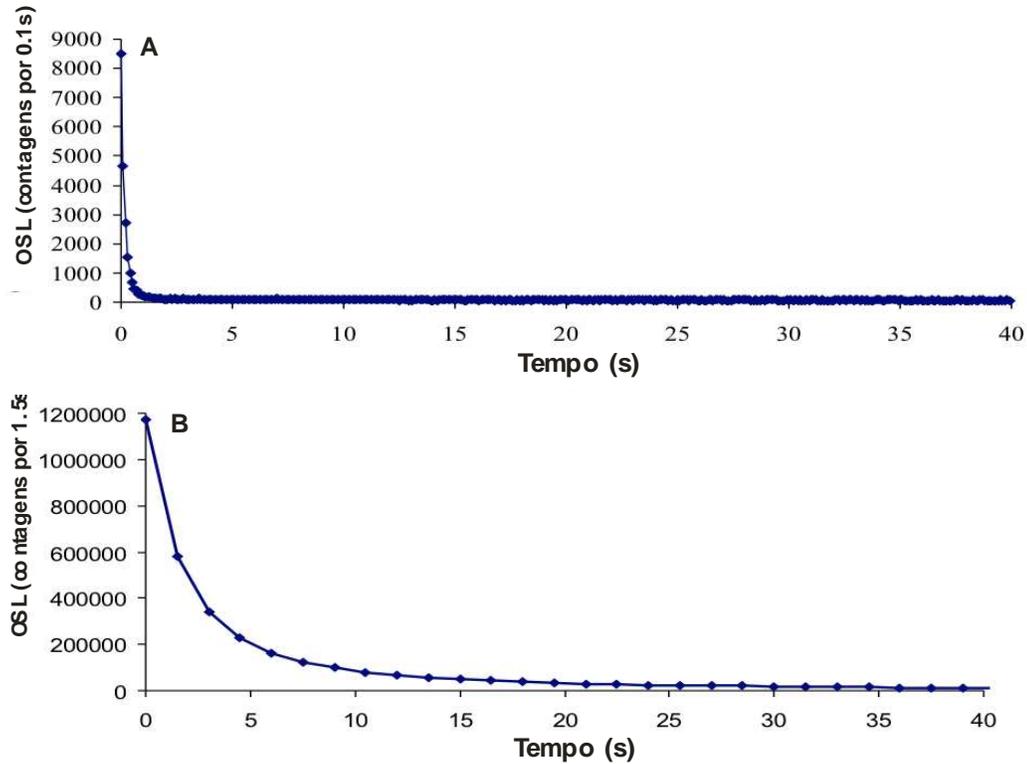


Figura 5.2 - Curvas de decaimento do sinal OSL para a dose beta de 0,42 Gy. Em (A) amostra de quartzo (TE65B) e em (B) amostra de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C.

## 5.2. Sensibilidade OSL

Os valores médios de sensibilidade OSL obtidos (em contagens mg<sup>-1</sup> Gy<sup>-1</sup>) estão apresentados na Tabela 5.2 e na Figura 5.3. A amostra de quartzo TE65B apresentou maior sensibilidade OSL média entre as amostras de quartzo. Os valores médios das sensibilidades OSL do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C é cerca de 2 ordens de grandeza maior do que os valores médios das sensibilidades OSL das amostras de quartzo.

Tabela 5.2 - Sensibilidade em contagens mg<sup>-1</sup> Gy<sup>-1</sup>.

| Amostras                                    | Dose Administrada |               |              |             |
|---|-------------------|---------------|--------------|-------------|
|   | 50,00 mGy         | 0,42 Gy       | 8,33 Gy      | 11,9 Gy     |
| Contagens mg <sup>-1</sup> Gy <sup>-1</sup> |                   |               |              |             |
| XNG47.2                                     | 33585 ± 37%       | 14554 ± 21%   | 14093 ± 15%  | 11472 ± 22% |
| PIN01                                       | 25332 ± 59%       | 5021 ± 51%    | 6614 ± 86%   | 15916 ± 71% |
| TE65B                                       | 77158 ± 28%       | 17916 ± 31%   | 24868 ± 32%  | 21487 ± 18% |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :C           | -                 | 1276498 ± 10% | 948645 ± 14% | -           |

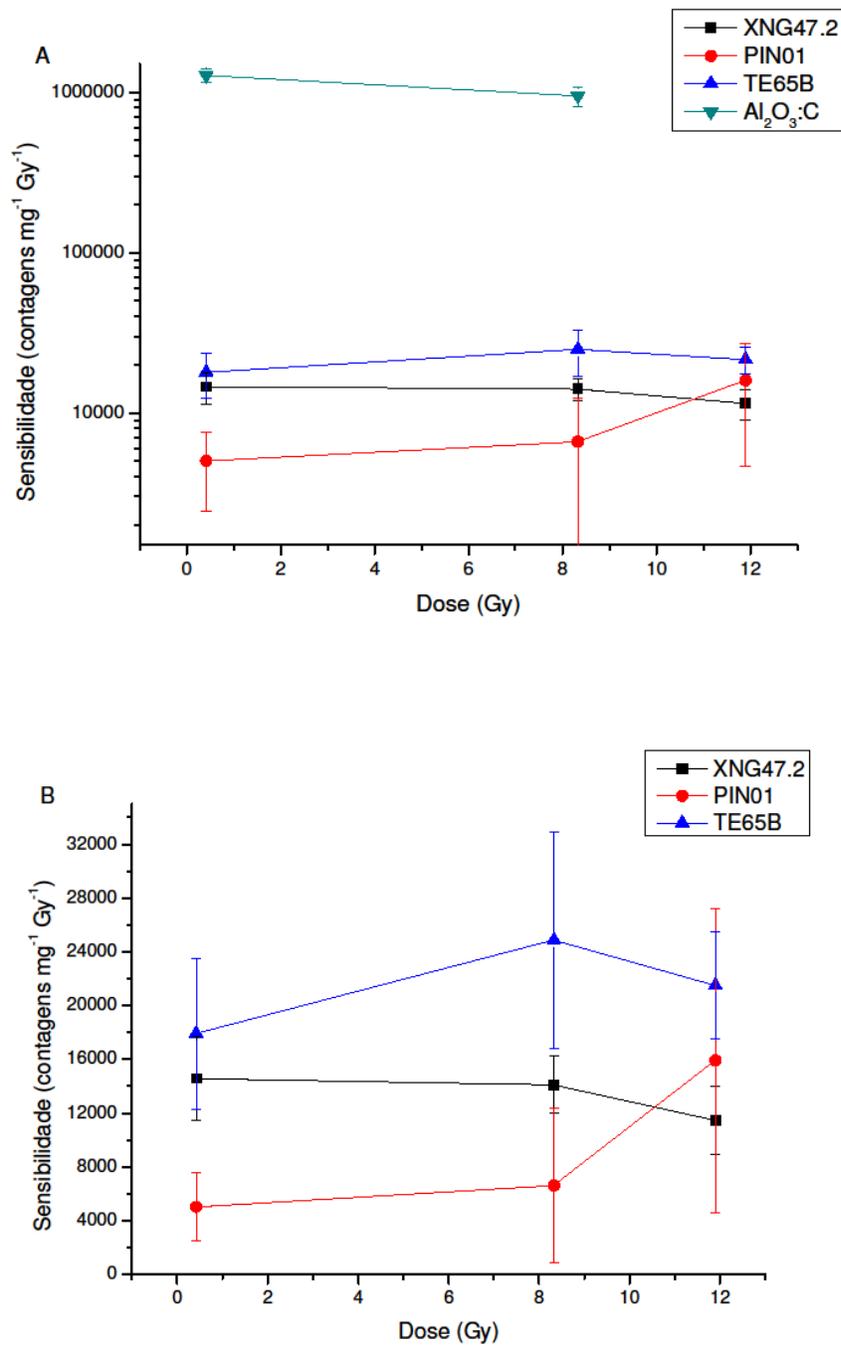


Figura 5.3 – Sensibilidade em contagens  $\text{mg}^{-1} \text{Gy}^{-1}$ . Em (A) tem-se a comparação entre as sensibilidades das amostras de quartzo e da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . Em (B) tem-se a comparação da sensibilidade entre as amostras de quartzo.

### 5.3. Dose recovery

A Tabela 5.3 apresenta os valores do sinal OSL corrigido (Lx/Tx) para cada alíquota de cada amostra para o teste de *dose recovery* de 50 mGy. As alíquotas da amostra de quartzo XNG 47.2 foram nomeadas de x1 a x10. As alíquotas da amostra de quartzo PIN01 foram nomeadas de p1 a p11 e as alíquotas da amostra TE 65B, de t1 a t11.

Tabela 5.3 - Sinais OSL corrigidos (Lx/Tx) obtidos no teste de *dose recovery* de 50 mGy para cada alíquota das amostras de quartzo.

| Dose<br>(mGy) | Lx/Tx           |       |       |       |       |        |        |       |       |       |
|---------------|-----------------|-------|-------|-------|-------|--------|--------|-------|-------|-------|
|               | <b>XNG 47.2</b> |       |       |       |       |        |        |       |       |       |
|               | x1              | x2    | x3    | x4    | x5    | x6     | x7     | x8    | x9    | x10   |
| 50            | 0,962           | 0,969 | 0,964 | 1,011 | 0,967 | 0,907  | 1,016  | 0,996 | 1,018 | 0,968 |
| 30            | 0,600           | 0,574 | 0,569 | 0,582 | 0,591 | 0,571  | 0,637  | 0,606 | 0,623 | 0,581 |
| 60            | 1,191           | 1,191 | 1,198 | 1,117 | 1,158 | 1,148  | 1,178  | 1,220 | 1,195 | 1,120 |
| 120           | 2,405           | 2,313 | 2,329 | 2,286 | 2,351 | 2,132  | 2,324  | 2,401 | 2,383 | 2,211 |
| 240           | 4,653           | 4,575 | 4,575 | 4,718 | 4,641 | 4,455  | 4,476  | 4,646 | 4,835 | 4,567 |
| 0             | 0,004           | 0,012 | 0,000 | 0,000 | 0,017 | -0,008 | -0,003 | 0,007 | 0,009 | 0,006 |

| Dose<br>(mGy) | Lx/Tx         |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|               | <b>PIN 01</b> |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|               | p1            | p2    | p3    | p4    | p5    | p6    | p7    | p8    | p9    | p10   | p11   |
| 50            | 1,037         | 1,007 | 1,051 | 0,965 | 0,974 | 1,025 | 0,928 | 0,946 | 0,957 | 1,059 | 1,140 |
| 30            | 0,621         | 0,605 | 0,563 | 0,537 | 0,595 | 0,623 | 0,632 | 0,669 | 0,589 | 0,737 | 0,708 |
| 60            | 1,171         | 1,149 | 1,167 | 1,143 | 1,168 | 1,195 | 1,105 | 1,124 | 1,122 | 1,255 | 1,233 |
| 120           | 2,368         | 2,366 | 2,306 | 2,186 | 2,408 | 2,271 | 2,181 | 2,281 | 2,204 | 2,402 | 2,152 |
| 240           | 4,704         | 4,556 | 4,566 | 4,562 | 4,752 | 4,424 | 4,238 | 4,536 | 4,462 | 4,585 | 4,321 |
| 0             | 0,022         | 0,030 | 0,026 | 0,002 | 0,025 | 0,054 | 0,025 | 0,017 | 0,025 | 0,092 | 0,104 |

| Dose<br>(mGy) | Lx/Tx         |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|---------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|               | <b>TE 65B</b> |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|               | t1            | t2    | t3    | t4    | t5    | t6    | t7    | t8    | t9    | t10   | t11   |
| 50            | 1,050         | 1039  | 1,036 | 1,055 | 1,004 | 1,037 | 1,062 | 1,073 | 1,020 | 1,057 | 1,041 |
| 30            | 0,628         | 0,606 | 0,633 | 0,653 | 0,622 | 0,607 | 0,659 | 0,696 | 0,604 | 0,607 | 0,637 |
| 60            | 1,202         | 1,210 | 1,154 | 1,206 | 1,180 | 1,217 | 1,220 | 1,203 | 1,127 | 1,160 | 1,186 |
| 120           | 2,387         | 2,381 | 2,332 | 2,398 | 2,321 | 2,378 | 2,258 | 2,334 | 2,325 | 2,234 | 2,323 |
| 240           | 4822          | 4,675 | 4,579 | 4,747 | 4,608 | 4,771 | 4,656 | 4,605 | 4,496 | 4,626 | 4,682 |
| 0             | 0,022         | 0,016 | 0,033 | 0,030 | 0,023 | 0,026 | 0,046 | 0,044 | 0,020 | 0,023 | 0,034 |

Os sinais OSL corrigidos obtidos para cada dose administrada no teste de *dose recovery* de 50 mGy para as alíquotas das amostras de quartzo estão apresentados na Figura 5.4.

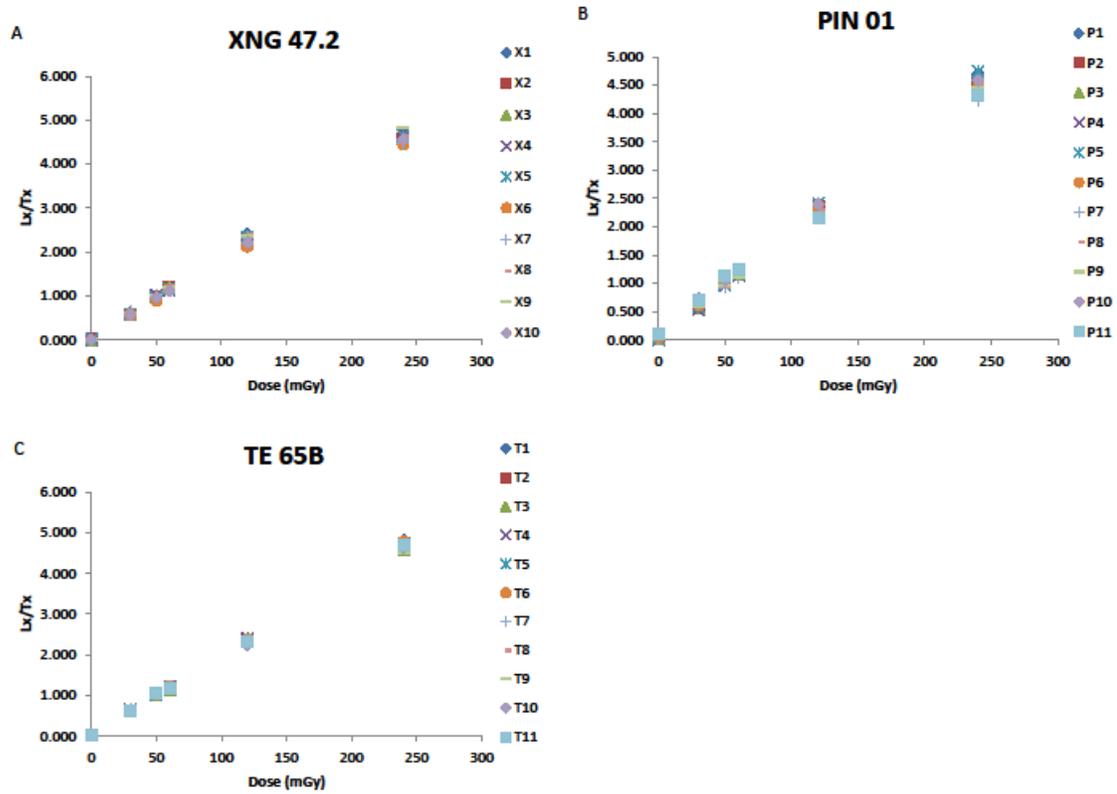


Figura 5.4 – Sinais OSL corrigidos ( $L_x/T_x$ ) obtidos no teste de *dose recovery* de 50 mGy para cada alíquota das amostras de quartzo: A) XNG47.2, B) PIN01 e C)TE65B.

A Tabela 5.4 apresenta os valores do sinal OSL corrigido ( $L_x/T_x$ ) para cada alíquota de cada amostra para o teste de *dose recovery* de 0,42 Gy. As alíquotas das amostras de quartzo foram nomeadas de maneira equivalente à anterior. As alíquotas da amostra de  $Al_2O_3:C$  foram nomeadas de a1 a a11.

Tabela 5.4 – Sinais OSL corrigidos (Lx/Tx) obtidos pelo teste de *dose recovery* de 0,42 Gy para cada alíquota.

| Dose<br>(Gy) | Lx/Tx           |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|              | <b>XNG 47.2</b> |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|              | x1              | x2    | x3    | x4    | x5    | x6    | x7    | x8    | x9    | x10   | x11   |
| 0,42         | 0,987           | 0,998 | 0,986 | 0,969 | 0,967 | 0,953 | 0,976 | 0,989 | 0,951 | 0,978 | 0,978 |
| 0,25         | 0,591           | 0,597 | 0,591 | 0,590 | 0,579 | 0,578 | 0,595 | 0,574 | 0,583 | 0,583 | 0,583 |
| 0,50         | 1,199           | 1,186 | 1,164 | 1,147 | 1,162 | 1,165 | 1,193 | 1,178 | 1,150 | 1,172 | 1,158 |
| 1,01         | 2,354           | 2,298 | 2,359 | 2,351 | 2,302 | 2,329 | 2,271 | 2,310 | 2,291 | 2,281 | 2,335 |
| 2,02         | 4,676           | 4,604 | 4,492 | 4,633 | 4,579 | 4,445 | 4,575 | 4,547 | 4,494 | 4,609 | 4,513 |
| 0,00         | 0,000           | 0,001 | 0,000 | 0,002 | 0,000 | 0,003 | 0,003 | 0,002 | 0,002 | 0,000 | 0,001 |

| Dose<br>(Gy) | Lx/Tx         |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|              | <b>PIN 01</b> |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|              | p1            | p2    | p3    | p4    | p5    | p6    | p7    | p8    | p9    | p10   | p11   |
| 0,42         | 0,952         | 0,880 | 0,941 | 0,973 | 0,940 | 0,879 | 0,878 | 0,966 | 0,899 | 0,891 | 0,838 |
| 0,25         | 0,551         | 0,529 | 0,587 | 0,586 | 0,564 | 0,535 | 0,556 | 0,571 | 0,544 | 0,551 | 0,555 |
| 0,50         | 1,081         | 1,069 | 1,119 | 1,190 | 1,090 | 1,077 | 1,088 | 1,159 | 1,062 | 1,110 | 0,999 |
| 1,01         | 2,205         | 2,176 | 2,300 | 2,141 | 2,220 | 2,064 | 2,076 | 2,276 | 2,093 | 2,226 | 2,000 |
| 2,02         | 4,239         | 4,108 | 4,479 | 4,383 | 4,304 | 3,934 | 4,149 | 4,383 | 3,961 | 4,517 | 4,489 |
| 0,00         | 0,003         | 0,008 | 0,004 | 0,013 | 0,003 | 0,041 | 0,009 | 0,004 | 0,007 | 0,002 | 0,014 |

| Dose<br>(Gy) | Lx/Tx         |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|              | <b>TE 65B</b> |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|              | t1            | t2    | t3    | t4    | t5    | t6    | t7    | t8    | t9    | t10   | t11   |
| 0,42         | 0,963         | 0,968 | 0,947 | 0,933 | 0,953 | 0,958 | 0,950 | 0,950 | 0,935 | 0,983 | 0,945 |
| 0,25         | 0,576         | 0,582 | 0,577 | 0,561 | 0,595 | 0,577 | 0,575 | 0,581 | 0,567 | 0,585 | 0,591 |
| 0,50         | 1,137         | 1,141 | 1,147 | 1,094 | 1,136 | 1,130 | 1,139 | 1,131 | 1,113 | 1,162 | 1,132 |
| 1,01         | 2,255         | 2,282 | 2,263 | 2,190 | 2,264 | 2,243 | 2,265 | 2,190 | 2,159 | 2,249 | 2,212 |
| 2,02         | 4,411         | 4,375 | 4,327 | 4,360 | 4,331 | 4,370 | 4,383 | 4,303 | 4,159 | 4,442 | 4,325 |
| 0,00         | 0,006         | 0,002 | 0,003 | 0,003 | 0,006 | 0,002 | 0,004 | 0,006 | 0,007 | 0,009 | 0,004 |

| Dose<br>(Gy) | Lx/Tx                                |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------------|--------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|              | <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C</b> |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|              | a1                                   | a2    | a3    | a4    | a5    | a6    | a7    | a8    | a9    | a10   | a11   |
| 0,42         | 1,081                                | 1,075 | 1,082 | 1,082 | 0,985 | 1,101 | 1,089 | 1,070 | 1,086 | 1,083 | 1,085 |
| 0,25         | 0,678                                | 0,672 | 0,676 | 0,610 | 0,680 | 0,671 | 0,742 | 0,679 | 0,679 | 0,671 | 0,682 |
| 0,50         | 1,316                                | 1,318 | 1,313 | 1,318 | 1,310 | 1,240 | 1,188 | 1,317 | 1,311 | 1,181 | 1,191 |
| 1,01         | 2,584                                | 2,569 | 2,331 | 2,567 | 2,565 | 2,587 | 2,574 | 2,565 | 2,586 | 2,580 | 2,531 |
| 2,02         | 5,024                                | 4,862 | 5,015 | 4,822 | 4,830 | 4,964 | 5,360 | 4,883 | 5,507 | 4,428 | 4,377 |
| 0,00         | 0,000                                | 0,000 | 0,000 | 0,000 | 0,000 | 0,000 | 0,000 | 0,000 | 0,000 | 0,000 | 0,000 |

Os sinais OSL corrigidos obtidos para cada dose administrada no teste de *dose recovery* de 0,42 Gy para as alíquotas das amostras de quartzo e de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C estão apresentados na Figura 5.5.

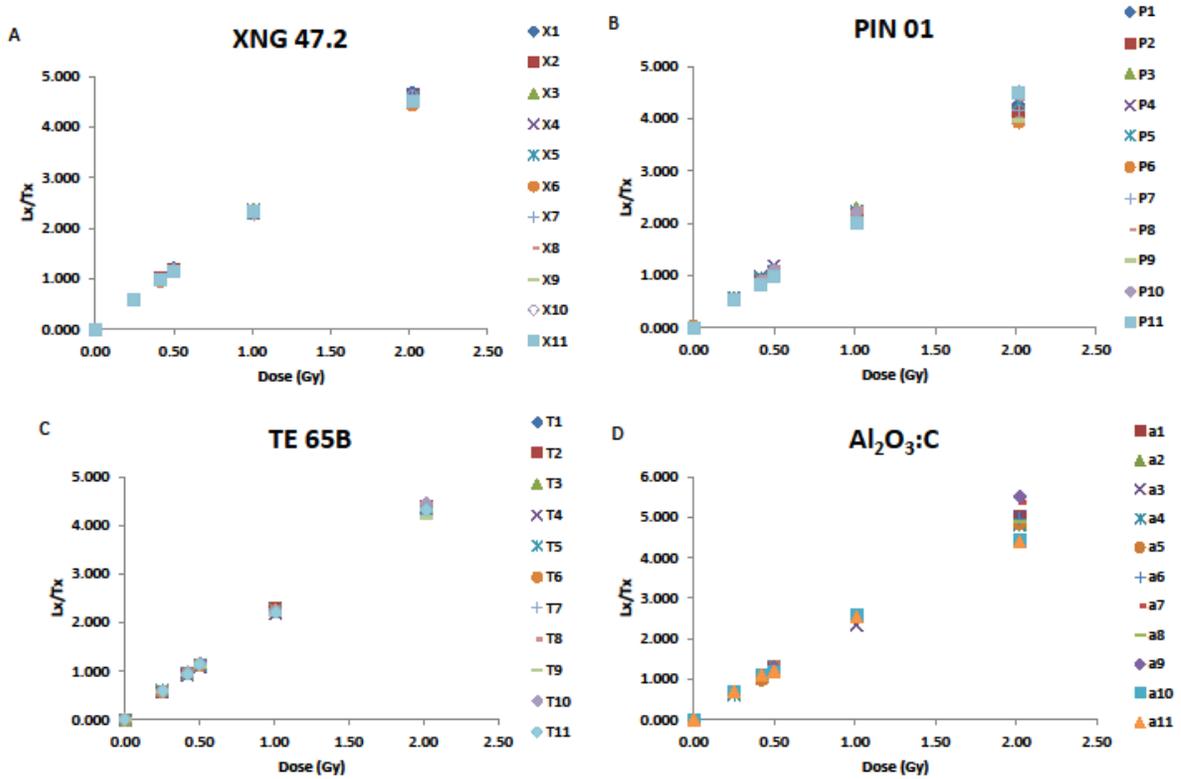


Figura 5.5 – Sinais OSL corrigidos (Lx/Tx) obtidos pelo teste de *dose recovery* de 0,42 Gy para as alíquotas das amostras de quartzo (A) XNG47.2, (B) PIN01, (C) TE65B e da amostra de (D) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C.

A Tabela 5.5 apresenta os valores do sinal OSL corrigido (Lx/Tx) para cada alíquota de cada amostra para o teste de *dose recovery* de 35,70 Gy. As alíquotas das amostras de quartzo e de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C foram nomeadas de maneira equivalente às anteriores.

Tabela 5.5 - Sinais OSL corrigidos (Lx/Tx) obtidos pelo teste de *dose recovery* de 35,70 Gy para cada alíquota.

| Dose<br>(Gy) | Lx/Tx    |    |    |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------------|----------|----|----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|              | XNG 47.2 |    |    |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|              | x1       | x2 | x3 | x4    | x5    | x6    | x7    | x8    | x9    | x10   | x11   | x12   |
| 35,7         | -        | -  | -  | 3,335 | 3,440 | 3,423 | 3,445 | 3,405 | 3,281 | 3,519 | 3,355 | 3,395 |
| 11,9         | -        | -  | -  | 1,543 | 1,544 | 1,556 | 1,502 | 1,535 | 1,486 | 1,527 | 1,516 | 1,505 |
| 23,8         | -        | -  | -  | 2,598 | 2,640 | 2,615 | 2,592 | 2,599 | 2,519 | 2,663 | 2,546 | 2,583 |
| 47,2         | -        | -  | -  | 4,064 | 4,225 | 4,154 | 4,207 | 4,170 | 4,029 | 4,366 | 4,129 | 4,187 |
| 95,2         | -        | -  | -  | 5,935 | 6,219 | 6,130 | 6,376 | 6,181 | 5,949 | 6,583 | 6,134 | 6,335 |
| 0,0          | -        | -  | -  | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,001 |

| Dose<br>(Gy) | Lx/Tx  |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|              | PIN 01 |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|              | p1     | p2    | p3    | p4    | p5    | p6    | p7    | p8    | p9    | p10   | p11   | p12   |
| 35,7         | 3,165  | 2,970 | 3,274 | 3,055 | 2,844 | 3,222 | 3,111 | 3,049 | 3,169 | 2,944 | 3,277 | 3,195 |
| 11,9         | 1,377  | 1,394 | 1,383 | 1,475 | 1,381 | 1,763 | 1,645 | 1,382 | 1,508 | 1,433 | 1,559 | 1,528 |
| 23,8         | 2,444  | 2,346 | 2,438 | 2,367 | 2,239 | 2,645 | 2,517 | 2,350 | 2,525 | 2,339 | 2,556 | 2,542 |
| 47,2         | 3,854  | 3,665 | 3,932 | 3,560 | 3,258 | 3,812 | 3,593 | 3,642 | 3,902 | 3,441 | 3,837 | 3,867 |
| 95,2         | 5,567  | 5,069 | 5,680 | 4,914 | 4,244 | 5,469 | 4,642 | 5,116 | 5,562 | 4,554 | 5,304 | 5,272 |
| 0,0          | 0,004  | 0,002 | 0,002 | 0,003 | 0,003 | 0,003 | 0,002 | 0,004 | 0,004 | 0,003 | 0,003 | 0,002 |

| Dose<br>(Gy) | Lx/Tx  |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|              | TE 65B |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|              | t1     | t2    | t3    | t4    | t5    | t6    | t7    | t8    | t9    | t10   | t11   | t12   |
| 35,7         | 3,140  | 3,007 | 3,199 | 2,971 | 3,191 | 3,007 | 3,045 | 3,030 | 3,138 | 2,982 | 2,992 | 3,107 |
| 11,9         | 1,449  | 1,495 | 1,552 | 1,434 | 1,527 | 1,524 | 1,460 | 1,457 | 1,517 | 1,514 | 1,456 | 1,469 |
| 23,8         | 2,427  | 2,379 | 2,524 | 2,326 | 2,518 | 2,412 | 2,387 | 2,369 | 2,464 | 2,368 | 2,364 | 2,417 |
| 47,2         | 3,769  | 3,475 | 3,725 | 3,460 | 3,646 | 3,505 | 3,586 | 3,588 | 3,724 | 3,463 | 3,509 | 3,684 |
| 95,2         | 5,365  | 4,557 | 4,815 | 4,587 | 4,702 | 4,686 | 4,821 | 4,894 | 5,038 | 4,589 | 4,640 | 5,026 |
| 0,0          | 0,002  | 0,002 | 0,002 | 0,002 | 0,004 | 0,002 | 0,002 | 0,003 | 0,004 | 0,002 | 0,003 | 0,002 |

| Dose<br>(Gy) | Lx/Tx                             |    |    |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------------|-----------------------------------|----|----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|              | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :C |    |    |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|              | a1                                | a2 | a3 | a4    | a5    | a6    | a7    | a8    | a9    | a10   | a11   | a12   |
| 35,7         | -                                 | -  | -  | 1,864 | 2,015 | 1,956 | 1,850 | 1,851 | 1,785 | 1,864 | 2,198 | 2,147 |
| 11,9         | -                                 | -  | -  | 1,274 | 1,300 | 1,309 | 1,284 | 1,281 | 1,267 | 1,276 | 1,312 | 1,308 |
| 23,8         | -                                 | -  | -  | 1,843 | 1,941 | 1,983 | 1,909 | 1,869 | 1,824 | 1,848 | 2,061 | 2,019 |
| 47,2         | -                                 | -  | -  | 2,261 | 2,399 | 2,549 | 2,379 | 2,309 | 2,204 | 2,267 | 2,655 | 2,587 |
| 95,2         | -                                 | -  | -  | 2,434 | 2,588 | 2,804 | 2,589 | 2,510 | 2,395 | 2,445 | 2,907 | 2,814 |
| 0,0          | -                                 | -  | -  | 0,009 | 0,006 | 0,009 | 0,009 | 0,010 | 0,010 | 0,008 | 0,006 | 0,005 |

Os sinais OSL corrigidos para cada dose administrada no teste de *dose recovery* de 35,7 Gy para as alíquotas das amostras de quartzo e de  $Al_2O_3:C$  estão apresentados na Figura 5.6.

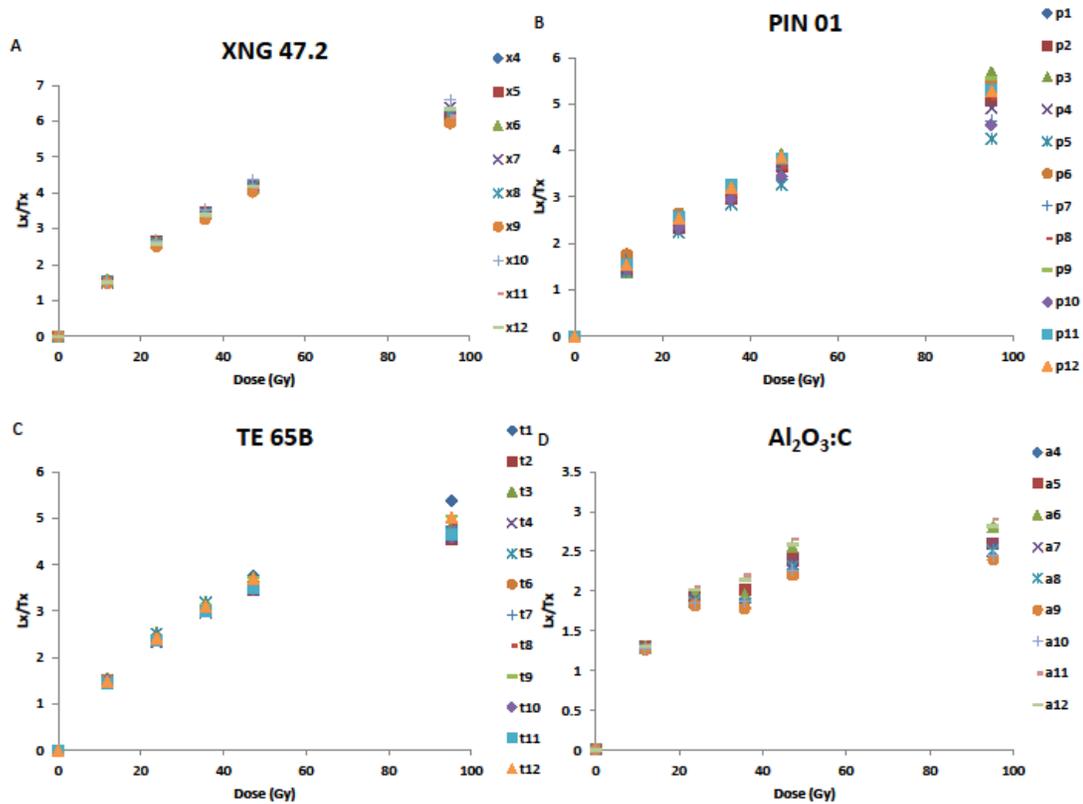


Figura 5.6 - Sinais OSL corrigidos ( $L_x/T_x$ ) obtidos pelo teste de *dose recovery* de 35,70 Gy para as alíquotas das amostras de quartzo (A) XNG47.2, (B) PIN01, (C) TE65B e da amostra de (D)  $Al_2O_3:C$ .

A Tabela 5.6 apresenta os valores do sinal OSL corrigido ( $L_x/T_x$ ) para cada alíquota de cada amostra de quartzo para o teste de *dose recovery* de 49,98 Gy. As alíquotas das amostras de quartzo foram nomeadas de maneira equivalente à anterior.

Tabela 5.6 - Sinais OSL corrigidos (Lx/Tx) obtidos pelo teste de *dose recovery* de 49,98 Gy para cada alíquota.

| Dose<br>(Gy) | Lx/Tx    |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------------|----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|              | XNG 47.2 |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|              | x1       | x2    | x3    | x4    | x5    | x6    | x7    | x8    | x9    | x10   | x11   | x12   |
| 49,98        | 3,143    | 3,090 | 3,194 | 3,137 | 3,083 | 3,136 | 3,105 | 3,195 | 3,114 | 3,178 | 3,167 | 3,099 |
| 10,00        | 1,057    | 1,049 | 0,975 | 1,070 | 1,000 | 0,991 | 1,010 | 1,053 | 1,052 | 1,014 | 1,042 | 1,048 |
| 20,00        | 1,777    | 1,768 | 1,693 | 1,777 | 1,721 | 1,706 | 1,715 | 1,793 | 1,761 | 1,733 | 1,751 | 1,756 |
| 39,98        | 2,815    | 2,781 | 2,763 | 2,818 | 2,795 | 2,786 | 2,762 | 2,854 | 2,760 | 2,815 | 2,831 | 2,782 |
| 79,97        | 4,162    | 4,034 | 4,277 | 4,191 | 4,238 | 4,254 | 4,186 | 4,159 | 4,068 | 4,287 | 4,203 | 4,139 |
| 120,00       | 5,049    | 4,864 | 5,325 | 5,201 | 5,239 | 5,217 | 5,298 | 5,000 | 4,902 | 5,278 | 5,269 | 5,105 |
| 160,00       | 5,699    | 5,501 | 6,130 | 5,973 | 6,048 | 5,953 | 6,147 | 5,556 | 5,503 | 5,945 | 6,002 | 5,840 |
| 200,00       | 6,228    | 5,943 | 6,722 | 6,572 | 6,631 | 6,502 | 6,884 | 5,971 | 5,971 | 6,615 | 6,590 | 6,469 |
| 250,00       | 6,786    | 6,373 | 7,338 | 7,269 | 7,321 | 7,079 | 7,733 | 6,393 | 6,364 | 7,161 | 7,165 | 7,093 |
| 0,00         | 0,002    | 0,002 | 0,002 | 0,003 | 0,002 | 0,002 | 0,002 | 0,002 | 0,003 | 0,002 | 0,002 | 0,002 |

| Dose<br>(Gy) | Lx/Tx  |        |       |       |        |       |       |       |       |       |       |       |
|--------------|--------|--------|-------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|              | PIN 01 |        |       |       |        |       |       |       |       |       |       |       |
|              | p1     | p2     | p3    | p4    | p5     | p6    | p7    | p8    | p9    | p10   | p11   | p12   |
| 49,98        | 1,462  | 1,060  | 2,951 | 3,047 | 0,957  | 2,751 | 2,911 | 3,379 | 3,124 | 3,127 | 2,557 | 2,834 |
| 10,00        | 0,594  | 0,393  | 0,939 | 0,962 | 0,248  | 1,010 | 1,003 | 0,920 | 1,017 | 0,942 | 0,885 | 1,040 |
| 20,00        | 0,968  | 0,652  | 1,631 | 1,662 | 0,485  | 1,662 | 1,732 | 1,634 | 1,738 | 1,644 | 1,466 | 1,682 |
| 39,98        | 1,398  | 0,957  | 2,598 | 2,695 | 0,827  | 2,525 | 2,638 | 2,708 | 2,771 | 2,708 | 2,195 | 2,580 |
| 79,97        | 1,776  | 1,246  | 3,804 | 3,977 | 1,170  | 3,364 | 3,717 | 4,101 | 3,919 | 4,132 | 3,006 | 3,534 |
| 120,00       | 1,959  | 1,423  | 4,518 | 4,833 | 1,348  | 3,820 | 4,339 | 5,029 | 4,460 | 5,109 | 3,474 | 4,126 |
| 160,00       | 2,112  | 1,549  | 4,950 | 5,474 | 1,442  | 4,157 | 4,708 | 5,635 | 4,758 | 5,833 | 3,848 | 4,538 |
| 200,00       | 2,225  | 1,637  | 5,251 | 5,880 | 1,492  | 4,376 | 5,041 | 6,047 | 4,893 | 6,316 | 4,168 | 4,836 |
| 250,00       | 2,332  | 1,712  | 5,499 | 6,319 | 1,544  | 4,579 | 5,291 | 6,431 | 5,081 | 6,780 | 4,445 | 4,994 |
| 0,00         | -0,002 | -0,005 | 0,019 | 0,003 | -0,008 | 0,007 | 0,003 | 0,003 | 0,004 | 0,006 | 0,005 | 0,007 |

| Dose<br>(Gy) | Lx/Tx  |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|--------------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|              | TE 65B |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|              | t1     | t2    | t3    | t4    | t5    | t6    | t7    | t8    | t9    | t10   | t11   | t12   |
| 49,98        | 2,685  | 2,668 | 2,889 | 2,972 | 2,941 | 2,636 | 2,880 | 2,755 | 2,814 | 2,915 | 2,907 | 2,875 |
| 10,00        | 1,025  | 1,004 | 1,024 | 1,018 | 1,011 | 0,999 | 1,049 | 1,083 | 1,066 | 1,007 | 1,035 | 1,025 |
| 20,00        | 1,659  | 1,630 | 1,680 | 1,708 | 1,691 | 1,619 | 1,712 | 1,729 | 1,718 | 1,669 | 1,713 | 1,672 |
| 39,98        | 2,449  | 2,443 | 2,580 | 2,643 | 2,591 | 2,415 | 2,605 | 2,487 | 2,536 | 2,599 | 2,596 | 2,574 |
| 79,97        | 3,279  | 3,286 | 3,612 | 3,702 | 3,648 | 3,295 | 3,549 | 3,274 | 3,389 | 3,702 | 3,623 | 3,536 |
| 120,00       | 3,704  | 3,740 | 4,191 | 4,286 | 4,208 | 3,800 | 4,098 | 3,720 | 3,835 | 4,379 | 4,150 | 4,005 |
| 160,00       | 3,970  | 3,991 | 4,589 | 4,652 | 4,564 | 4,133 | 4,358 | 3,999 | 4,117 | 4,820 | 4,523 | 4,283 |
| 200,00       | 4,196  | 4,183 | 4,875 | 4,948 | 4,742 | 4,380 | 4,582 | 4,216 | 4,268 | 5,102 | 4,798 | 4,429 |
| 250,00       | 4,334  | 4,329 | 5,050 | 5,149 | 4,946 | 4,536 | 4,775 | 4,400 | 4,423 | 5,337 | 4,999 | 4,606 |
| 0,00         | 0,005  | 0,006 | 0,004 | 0,007 | 0,003 | 0,009 | 0,004 | 0,006 | 0,005 | 0,008 | 0,006 | 0,004 |

Os sinais OSL corrigidos obtidos para cada dose administrada no teste de *dose recovery* de 49,98 Gy para as alíquotas das amostras de quartzo estão apresentados na Figura 5.7.

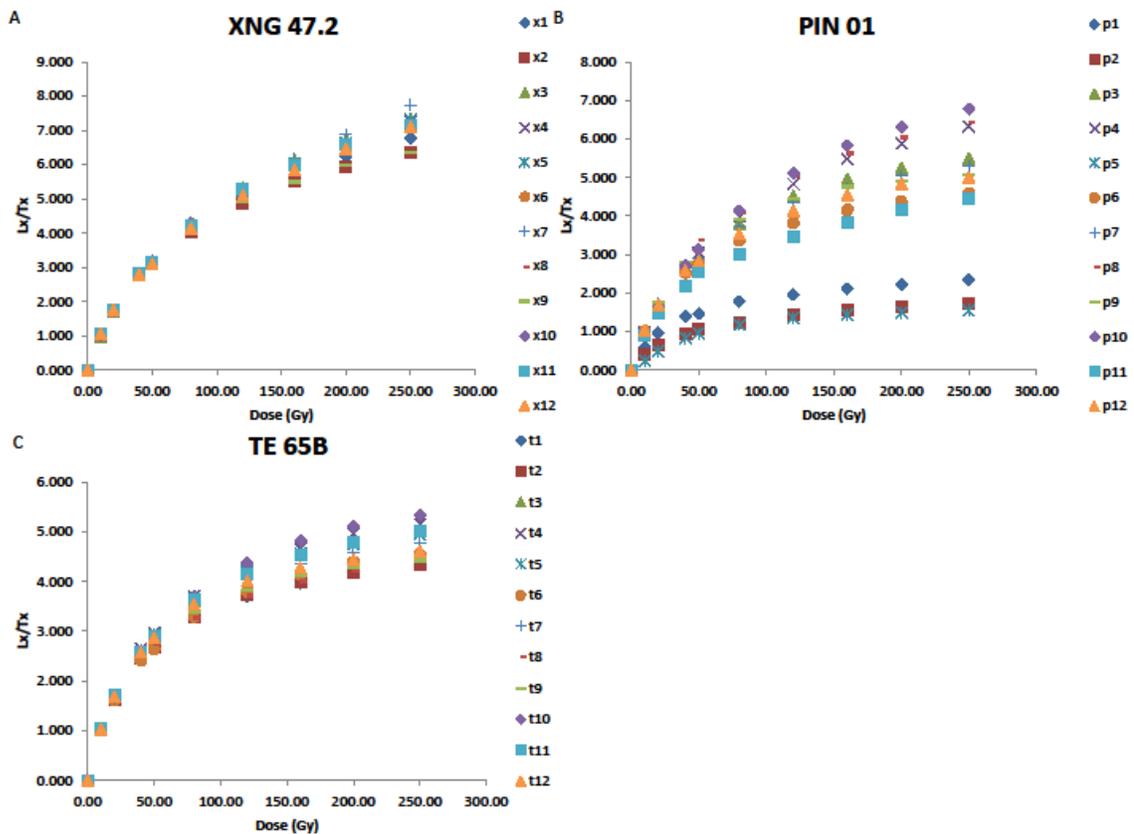


Figura 5.7 - Sinais OSL corrigidos ( $L_x/T_x$ ) obtidos pelo teste de *dose recovery* de 49,98 Gy para as alíquotas das amostras de quartzo (A) XNG47.2, (B) PIN01, (C) TE65B.

A fim de comparar os dados obtidos, foi feita a análise estatística entre as amostras de quartzo e de  $Al_2O_3:C$ . Como, devido às dificuldades de tempo e de uso dos laboratórios de pesquisa, não foi realizado o teste de *dose recovery* para a dose de 50 mGy, a comparação das amostras de quartzo com a amostra de  $Al_2O_3:C$  não pode ser feita para esse caso. Para o teste de *dose recovery* de 35,70 Gy a amostra de  $Al_2O_3:C$  apresentou saturação de dose, assim não houve necessidade de realizar o teste de *dose recovery* de 49,98 Gy para essa amostra. Portanto, somente pode ser feita a análise estatística comparativa para o teste de *dose recovery* de 0,42 Gy.

A partir dos dados da Tabela 5.4 e com o auxílio do *software* Biostat, foi feita a análise de covariância entre as amostras, comparando-se os ajustes lineares feitos em todas as alíquotas das amostras (Figura 5.5). Os resultados da análise de covariância entre as amostras estudadas estão apresentados na Figura 5.8.

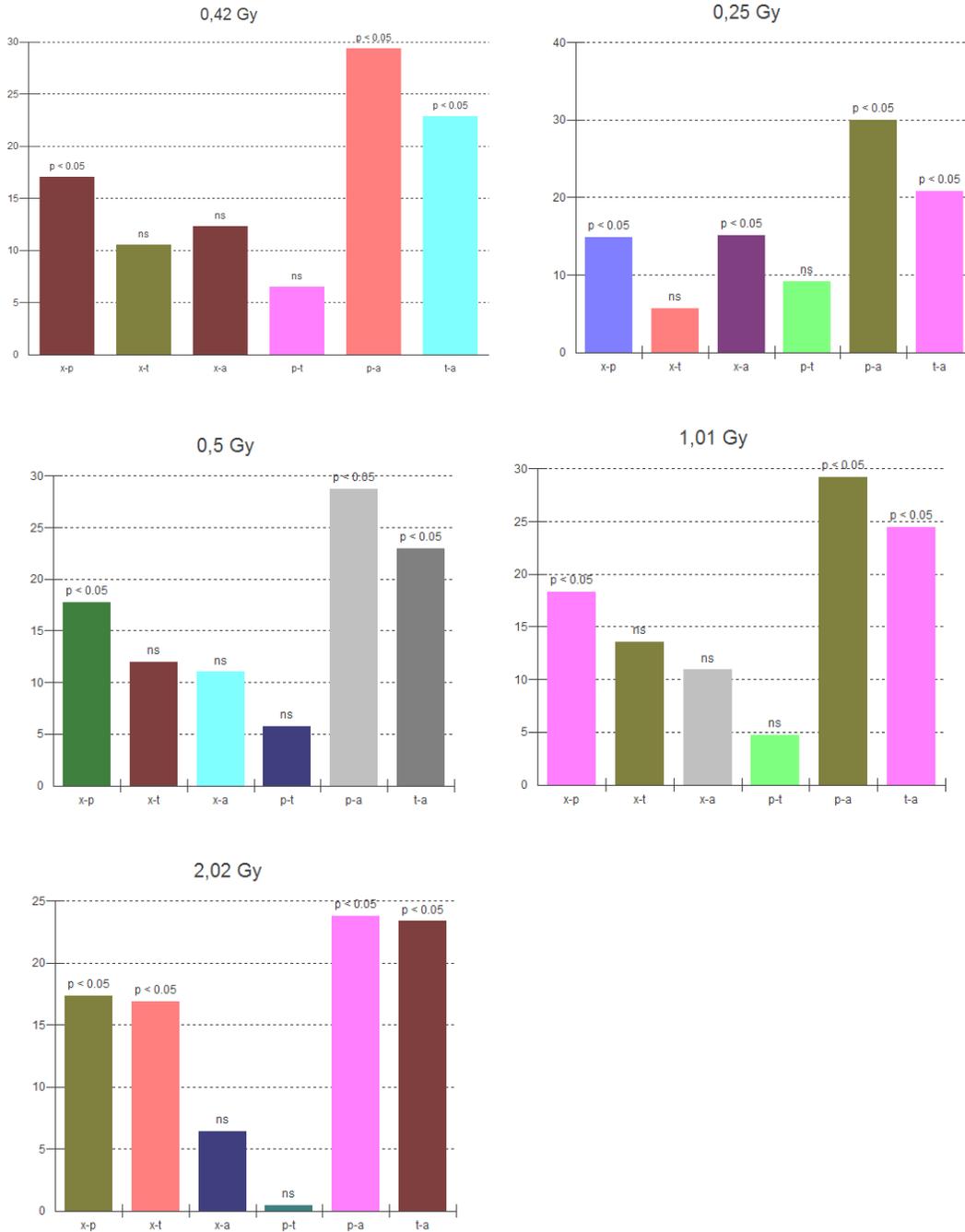


Figura 5.8 - Análise estatística (p-valor) dos dados do teste de *dose recovery* de 0,42 Gy feita pela análise de covariância entre as amostras estudadas (x = XNG 47.2, p = PIN 01, t = TE 65B e a = Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C). As comparações com a sigla ns (não significativo) apresentaram p-valor maior que 0,05 e são consideradas estatisticamente iguais.

Pode-se notar que, através dos resultados apresentados na Figura 5.8, a amostra de quartzo XNG 47.2 é a única que responde igualmente à amostra de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C, com exceção da dose de 0,25 Gy. As amostras de quartzo PIN 01 e TE 65B não responde de forma

similar ao  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  em nenhuma das doses administradas. As três amostras de quartzo, porém, respondem de forma similar entre si nas doses administradas de 0,42 Gy, 0,5 Gy e 1,01 Gy.

Para cada amostra, a partir dos dados da Tabela 5.4, foi feita a média dos sinais OSL corrigidos ( $L_x/T_x$ ). A Figura 5.9 apresenta os valores médios dos sinais OSL corrigidos em função da dose administrada. Nota-se que o sinal  $L_x/T_x$  médio da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  cresce com a dose mais rapidamente do que o sinal das amostras de quartzo.

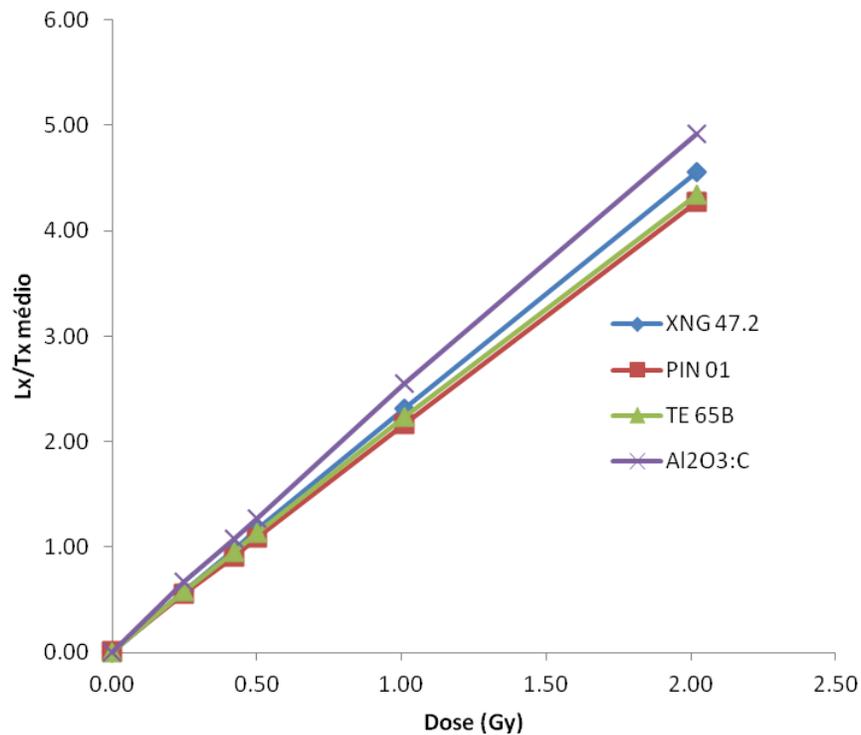


Figura 5.9 – Médias dos sinais OSL corrigido ( $L_x/T_x$  médio), obtidos a partir da Tabela 5.4, em função da dose administrada durante o teste de *dose recovery* de 0,42 Gy.

A Figura 5.10 exemplifica curvas de dose-resposta obtidas utilizando as sequências de medidas do protocolo SAR utilizado para estimativa de dose. Em (A) e em (B) têm-se as curvas para o teste de *dose recovery* de 0,42 Gy para as amostras de quartzo e de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ , respectivamente. Em (C) e em (D) tem-se as curvas dose-resposta para o teste de *dose recovery* de 35,70 Gy para as amostras de quartzo e de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ , respectivamente. Nas Figuras 5.10 (A) e (B) nota-se uma relação linear para doses menores que aproximadamente 2 Gy (como visto antes na Figura 5.4 e na Figura 5.5). Para doses maiores há uma tendência exponencial semelhante à equação 4.1. Assim os ajustes das

curvas podem ser lineares ou seguindo a equação 4.1 (sabendo que há uma relação linear quando os valores da dose tendem a 0 Gy).

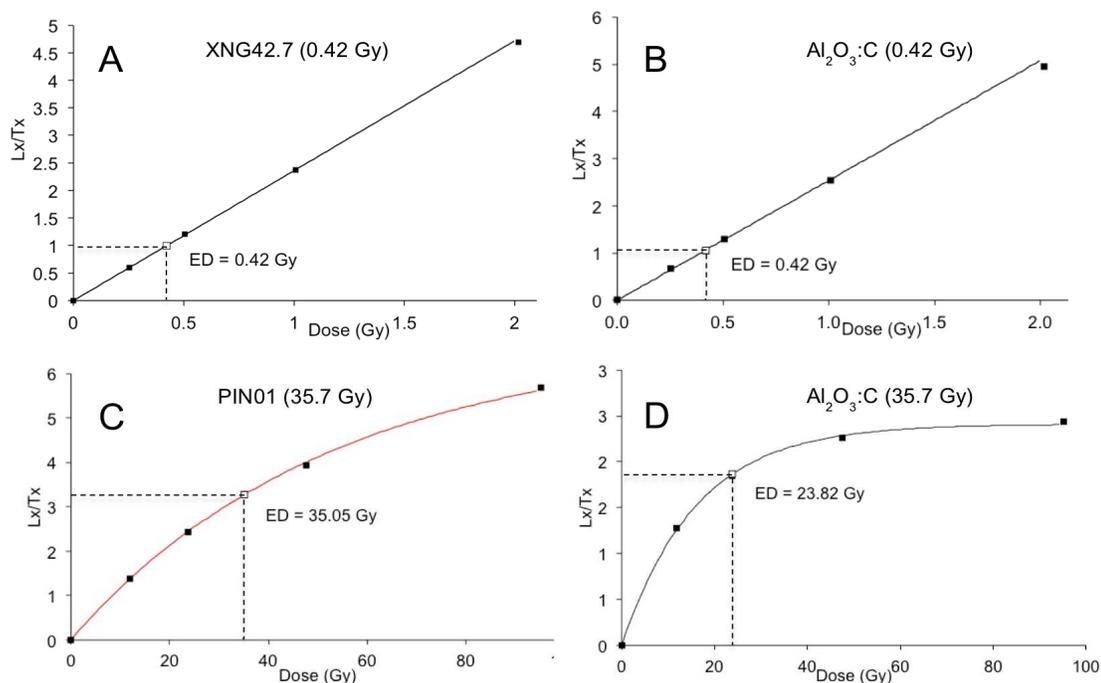


Figura 5.10 - Curvas dose-resposta obtidas para amostras de quartzo (A e C) e para amostra de  $Al_2O_3:C$  (B e D).

Os resultados (segundo o protocolo SAR) do teste de *dose recovery* de todas as doses, para cada alíquota, estão apresentados na Tabela 5.7, lembrando que, apenas as alíquotas aprovadas nos testes de reciclagem, de feldspato e de recuperação foram consideradas.

Tabela 5.7 – Resultados dos testes de *dose recovery*, segundo o protocolo SAR.

| 50 mGy  |       |       | 0,42 Gy |       |       |             | 35,70 Gy |       |       |             | 49,98 Gy |       |       |
|---------|-------|-------|---------|-------|-------|-------------|----------|-------|-------|-------------|----------|-------|-------|
| XNG47.2 | PIN01 | TE65B | XNG47.2 | PIN01 | TE65B | $Al_2O_3:C$ | XNG47.2  | PIN01 | TE65B | $Al_2O_3:C$ | XNG47.2  | PIN01 | TE65B |
| 48,6    | 51,8  | 52,0  | 0,42    | 0,44  | 0,42  | 0,41        | 34,57    | 33,75 | 35,15 | 23,82       | 48,39    | 44,93 | 49,11 |
| 50,2    | 51,1  | 52,2  | 0,43    | 0,41  | 0,42  | 0,41        | 34,69    | 35,84 | 35,76 | 22,85       | 48,36    | 51,25 | 48,53 |
| 49,8    | 54,9  | 52,8  | 0,42    | 0,41  | 0,41  | 0,43        | 35,26    | 36,17 | 35,74 | 22,18       | 49,96    | 49,60 | 50,20 |
| 52,7    | 52,0  | 51,9  | 0,42    | 0,43  | 0,43  | 0,37        | 35,36    | 34,45 | 35,98 | 27,58       | 48,30    | 49,16 | 50,20 |
| 49,7    | 51,4  | 51,0  | 0,42    | 0,44  | 0,43  | 0,43        | 34,97    | 35,21 | 35,34 | 27,23       | 46,83    | 53,89 | 50,82 |
| 49,0    | 49,2  | 51,7  | 0,42    | 0,43  | 0,41  | 0,42        | 34,75    | 35,20 | 35,30 |             | 48,29    | 48,36 | 48,23 |
| 52,2    | 51,1  | 53,3  | 0,41    | 0,41  | 0,42  | 0,40        | 34,76    | 33,50 | 35,08 |             | 48,51    | 47,38 | 49,53 |
| 50,0    | 47,4  | 53,3  | 0,42    | 0,41  | 0,42  | 0,41        | 34,98    | 35,05 | 35,65 |             | 48,71    | 56,74 | 50,51 |
| 50,6    | 50,5  | 53,2  | 0,43    | 0,42  | 0,42  | 0,43        | 34,86    | 33,98 | 35,25 |             | 49,27    | 49,98 | 49,50 |
| 51,4    |       | 54,8  | 0,41    | 0,42  | 0,42  | 0,43        |          |       | 35,29 |             | 48,60    | 50,20 | 49,92 |
|         |       | 52,4  | 0,42    | 0,40  | 0,43  | 0,42        |          |       |       |             | 48,76    | 41,00 |       |
|         |       |       | 0,42    | 0,40  | 0,41  |             |          |       |       |             | 48,19    |       |       |

Foi feito o teste de normalidade de Shapiro-Wilk para os dados da Tabela 5.7. Os resultados dos testes, dados em p-nível e conclusão da normalidade (aceitar ou rejeitar a normalidade), estão apresentados na Tabela 5.8.

Tabela 5.8 - Teste de normalidade de Shapiro-Wilk para os resultados dos testes de *dose recovery*.

|                                   | 50 mGy  |           | 0,42 Gy |           | 35,70 Gy |           | 49,98 Gy |           |
|-----------------------------------|---------|-----------|---------|-----------|----------|-----------|----------|-----------|
|                                   | p-nível | Conclusão | p-nível | Conclusão | p-nível  | Conclusão | p-nível  | Conclusão |
| XNG47.2                           | 0,66    | Aceitar   | 0,00    | Rejeitar  | 0,52     | Aceitar   | 0,10     | Aceitar   |
| PIN01                             | 0,58    | Aceitar   | 0,19    | Aceitar   | 0,67     | Aceitar   | 0,68     | Aceitar   |
| TE65B                             | 0,72    | Aceitar   | 0,02    | Rejeitar  | 0,28     | Aceitar   | 0,76     | Aceitar   |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :C | -       | -         | 0,01    | Rejeitar  | 0,21     | Aceitar   | -        | -         |

Na Tabela 5.9 têm-se os resultados da análise de variância feita nos dados da Tabela 5.7. Para o teste de *dose recovery* de 35,70 Gy foram feitas as análises considerando apenas as amostras de quartzo, pois a amostra de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C já apresentava saturação da dose.

Tabela 5.9 - Análise de variância dos testes de *dose recovery*.

| <i>Dose recovery</i> | Teste estatístico            | p-nível | Conclusão (5%) |
|----------------------|------------------------------|---------|----------------|
| 50 mGy               | Análise de variância – ANOVA | 0,01    | Rejeitar       |
| 0,42 Gy              | Teste de Kruskal-Wallis      | 0,92    | Aceitar        |
| 35,70 Gy             | Análise de variância – ANOVA | 0,43    | Aceitar        |
| 49,98 Gy             | Análise de variância – ANOVA | 0,10    | Aceitar        |

Pelos resultados apresentados na Tabela 5.9, conclui-se que as médias das doses das amostras de quartzo para o teste de *dose recovery* de 50 mGy não são iguais e que pelo menos uma das médias é diferente. Para o teste de *dose recovery* de 0,42 Gy as médias das doses obtidas são iguais estatisticamente entre as amostras estudadas. Para o teste de *dose recovery* de 35,70 Gy, entre as amostras de quartzo, as médias obtidas são iguais. Para o teste de *dose recovery* de 49,98 Gy as médias das doses são iguais.

A Tabela 5.10 apresenta o cálculo da média e do desvio padrão para o teste de *dose recovery*.

Tabela 5.10 - Doses calculadas (médias e desvio padrão) pelo o teste de *dose recovery* quando administradas as doses de 50,00 mGy, 0,42 Gy, 35,70 Gy e 49,98 Gy.

| Amostras                          | Dose Administrada |             |              |              |
|-----------------------------------|-------------------|-------------|--------------|--------------|
|                                   | 50,00 mGy         | 0,42 Gy     | 35,70 Gy     | 49,98 Gy     |
|                                   | Dose Calculada    |             |              |              |
| XNG47.2                           | 50,41 ± 0,62      | 0,42 ± 0,00 | 34,91 ± 0,36 | 48,51 ± 0,51 |
| PIN01                             | 51,11 ± 0,71      | 0,42 ± 0,00 | 34,78 ± 0,41 | 50,54 ± 0,97 |
| TE65B                             | 52,41 ± 0,54      | 0,42 ± 0,00 | 35,42 ± 0,41 | 49,75 ± 0,66 |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :C | -                 | 0,41 ± 0,01 | 24,65 ± 1,00 | -            |

A Figura 5.11 apresenta a razão entre as doses calculadas pelo teste de *dose recovery* e as doses conhecidas administradas.

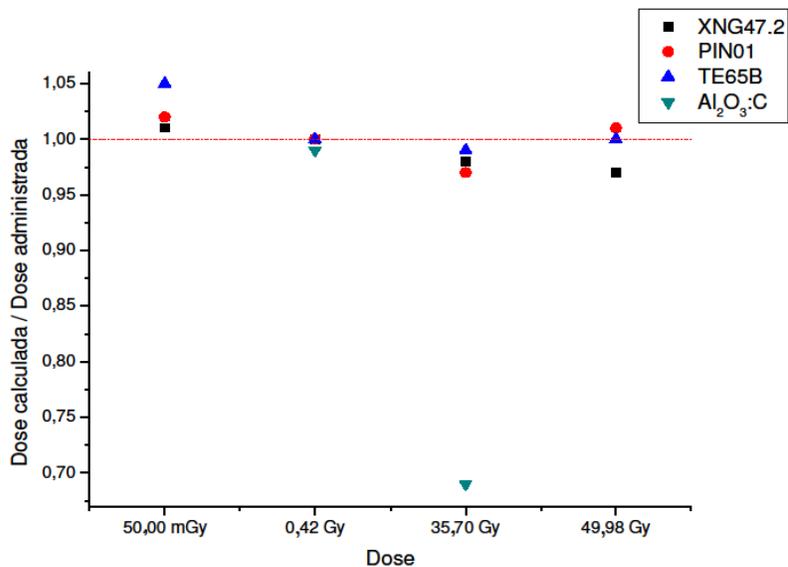


Figura 5.11 - Razão entre as doses calculadas pelo teste de *dose recovery* e as doses administradas.

Para as doses de 50,00 mGy e de 0,42 Gy foi verificada a baixa variação na sensibilidade OSL das amostras de quartzo durante os ciclos dos protocolos no teste de *dose recovery*. Esta estabilidade pode ser até maior do que a estabilidade das alíquotas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C. A Figura 5.12 exemplifica a baixa variação dessa sensibilidade para uma amostra de quartzo comparada com uma amostra de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C para a dose administrada de 0,42 Gy.

A baixa variação na sensibilidade das amostras de quartzo estudadas permitiu calcular a dose a partir do sinal OSL não corrigido pela dose teste, através dos ajustes da curva de calibração por uma função linear e por uma função exponencial (exemplificada pela Figura 5.13), como demonstram as Tabelas 5.11 e 5.12.

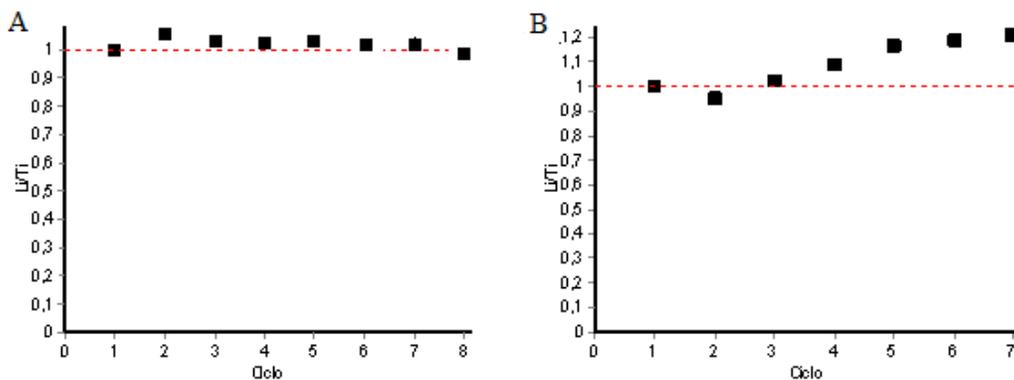


Figura 5.12 - Variação da sensibilidade OSL para a dose administrada de 0,42 Gy. (A) Amostra de quartzo (PIN01), (B) amostra de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C.

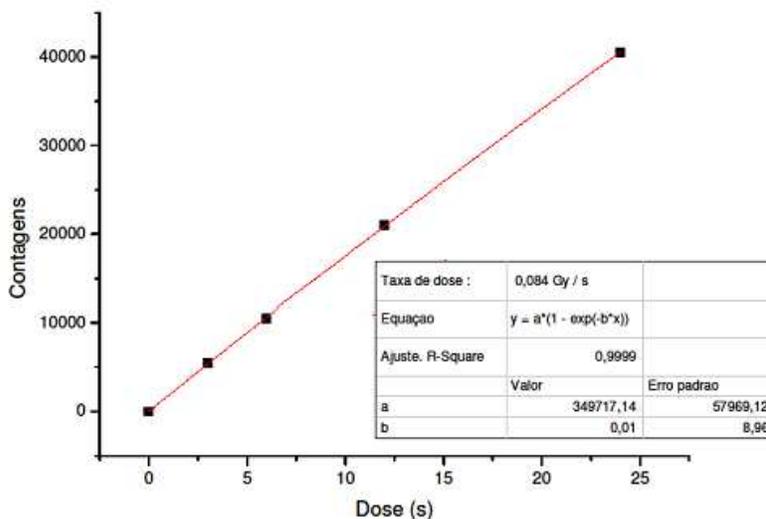


Figura 5.13 - Exemplo de curva de calibração para o componente rápido do sinal OSL sem correção pela dose teste (amostra de quartzo PIN01).

Tabela 5.11 - Dose calculada sem correção pela dose teste nos casos de baixa variação de sensibilidade OSL.

| Amostras                          | Dose Administrada |             |                          |
|-----------------------------------|-------------------|-------------|--------------------------|
|                                   | 50,00 mGy         | 0,42 Gy     | 0,42 Gy                  |
|                                   | $y = b x$         | $y = b x$   | $y = a (1 - \exp(-b x))$ |
| Dose Calculada                    |                   |             |                          |
| XNG47.2                           | 50,63 ± 1,46      | 0,43 ± 0,01 | 0,47 ± 0,01              |
| PIN01                             | 53,37 ± 1,61      | 0,43 ± 0,01 | 0,45 ± 0,01              |
| TE65B                             | 54,33 ± 1,57      | 0,43 ± 0,01 | 0,47 ± 0,01              |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :C | -                 | 0,36 ± 0,02 | 0,36 ± 0,01              |

Tabela 5.12 - Razões entre as doses calculadas sem correção pela dose teste e as doses administradas.

| Amostras                           | Dose Administrada |           |                          |
|------------------------------------|-------------------|-----------|--------------------------|
|                                    | 50,00 mGy         | 0,42 Gy   | 0,42 Gy                  |
|                                    | $y = b x$         | $y = b x$ | $y = a (1 - \exp(-b x))$ |
| Dose Calculada / Dose Administrada |                   |           |                          |
| XNG47.2                            | 1,01              | 1,11      | 1,03                     |
| PIN01                              | 1,07              | 1,07      | 1,02                     |
| TE65B                              | 1,09              | 1,11      | 1,03                     |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :C  | -                 | 0,85      | 0,85                     |

#### 5.4. Teste de reciclagem, teste de feldspato e teste de recuperação

Os resultados do teste de reciclagem estão apresentados na Figura 5.14. Como este teste é dado pela razão entre os sinais corrigidos da dose dada após vários ciclos e da mesma dose dada inicialmente, espera-se que os valores estejam próximos de 1 (com desvio máximo de 10%), já que o ideal é que variações de sensibilidade durante os ciclos do protocolo SAR sejam corrigidas pelo sinal da dose teste constante.

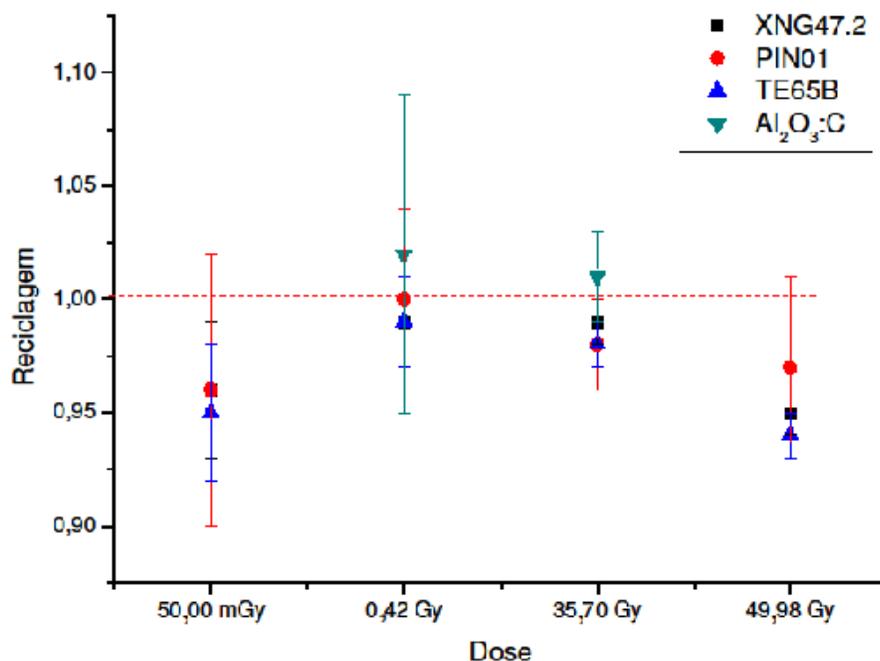


Figura 5.14 - Teste de reciclagem. A reciclagem é representada pelo razão entre o sinal corrigido de dose igual administrada no início (ciclo 1) e no final da sequência de medidas (ciclo 6).

Os testes de feldspato realizados com as amostras de quartzo estão representados na Figura 5.15. Este teste também deve possuir valores próximos de 1 (com desvio máximo de 10%), pois, como é dado pela razão entre os sinais corrigidos obtidos quando é

feita a estimulação por luz infravermelha (IR) seguida de estimulação por luz azul e o sinal obtido com a mesma dose somente com estimulação por luz azul. Pode-se observar que as razões entre esses sinais é próxima de 1 e verificar que as amostras não continham contaminação por feldspato (Figura 5.15).

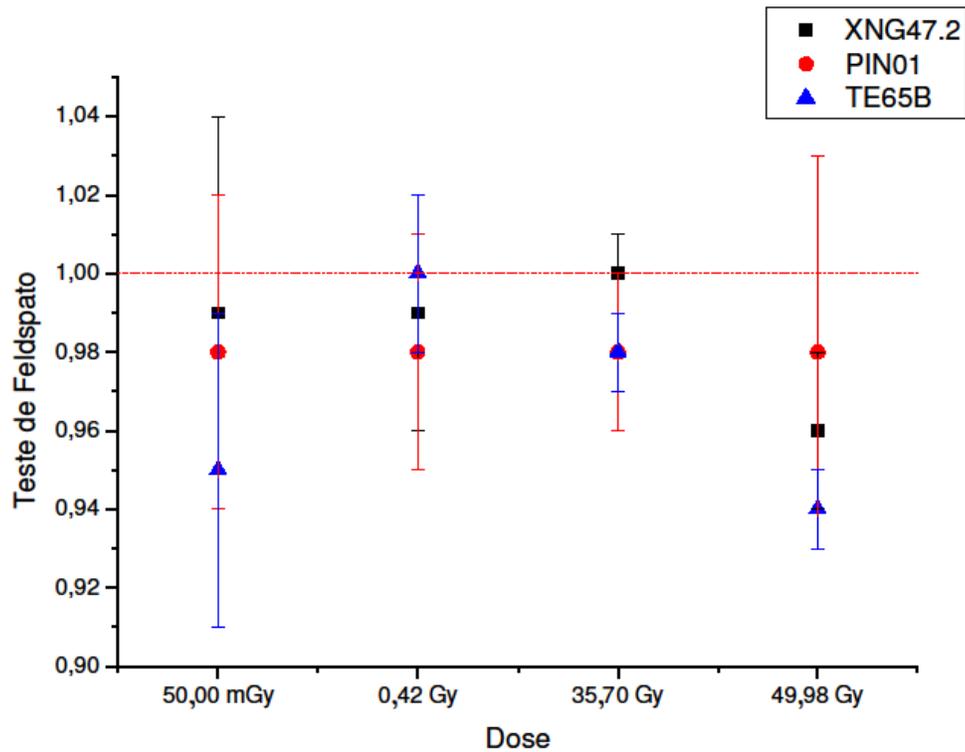


Figura 5.15 - Teste de feldspato. O teste de feldspato é representado pela razão entre o sinal corrigido de dose igual à administrada no início com estimulação por luz IR seguida de estimulação azul (ciclo 7) e o sinal corrigido da dose administrada no início (ciclo 1).

Os resultados do teste de recuperação estão apresentados na Figura 5.16. Deseja-se que os resultados sejam próximos de zero (com desvio máximo de 5%) e que, portanto, as amostras não possuam sinal quando é dada a dose de 0 Gy.

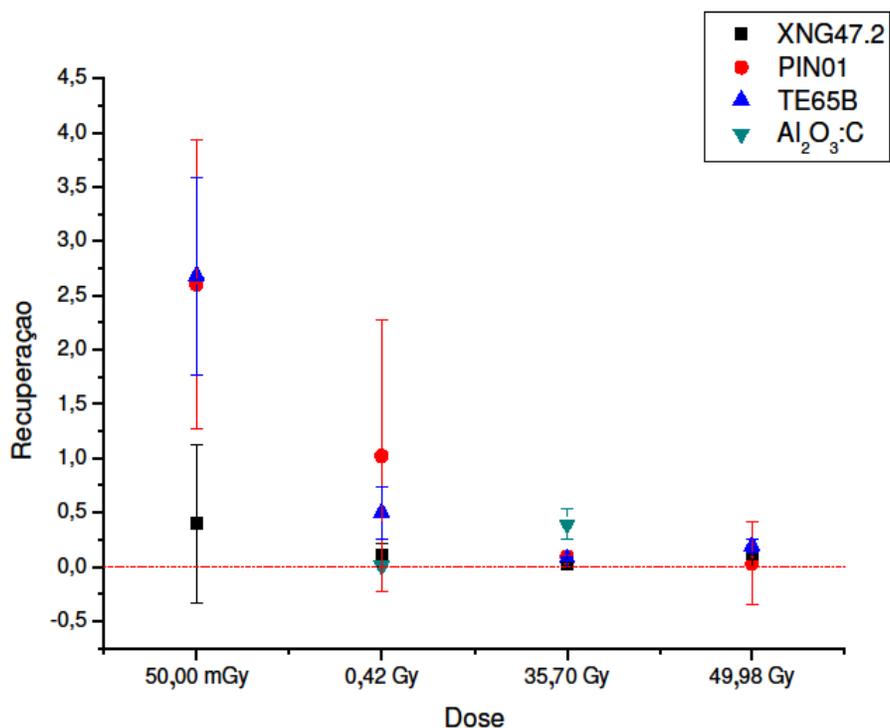


Figura 5.16 - Teste de recuperação. A recuperação é representada em porcentagem pela razão entre os sinais corrigidos da dose de 0Gy (ciclo 5) e da dose inicial (ciclo 1).

### 5.5. Dose de saturação

A Tabela 5.13 apresenta as doses de saturação médias ( $2D_0$ ) calculadas para 12 alíquotas de cada amostra estudada. A dose de saturação para as amostras de quartzo é maior do que a dose de saturação para a amostra de  $Al_2O_3:C$ , chegando a ser até 5 vezes maior para a amostra de quartzo XNG47.2.

Tabela 5.13 - Doses de saturação. Dose máxima que pode ser estimada.

| Amostras    | Dose de saturação (Gy) |
|-------------|------------------------|
| XNG47.2     | $175,56 \pm 19,29$     |
| TE65B       | $113,86 \pm 10,86$     |
| PIN01       | $119,44 \pm 32,89$     |
| $Al_2O_3:C$ | $34,91 \pm 3,13$       |

## 5.6. Fading test

No experimento para avaliação de *fading* (perda espontânea do sinal OSL) o sinal corrigido obtido na leitura no tempo inicial (tempo igual a 0 hora) serve de referência para os sinais obtidos nos tempos posteriores à administração de dose de radiação. Assim, o sinal relativo é a razão entre o sinal corrigido em determinado tempo e o sinal corrigido no tempo inicial. Para cada intervalo de tempo foram feitas as leituras de 5 alíquotas e o sinal relativo corresponde à média dessas 5 alíquotas. A Figura 5.17 apresenta os resultados obtidos para cada amostra. As amostras de quartzo não apresentaram *fading* significativo, enquanto que a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  apresentou aumento do sinal, o que caracteriza comportamento instável oposto ao *fading*.

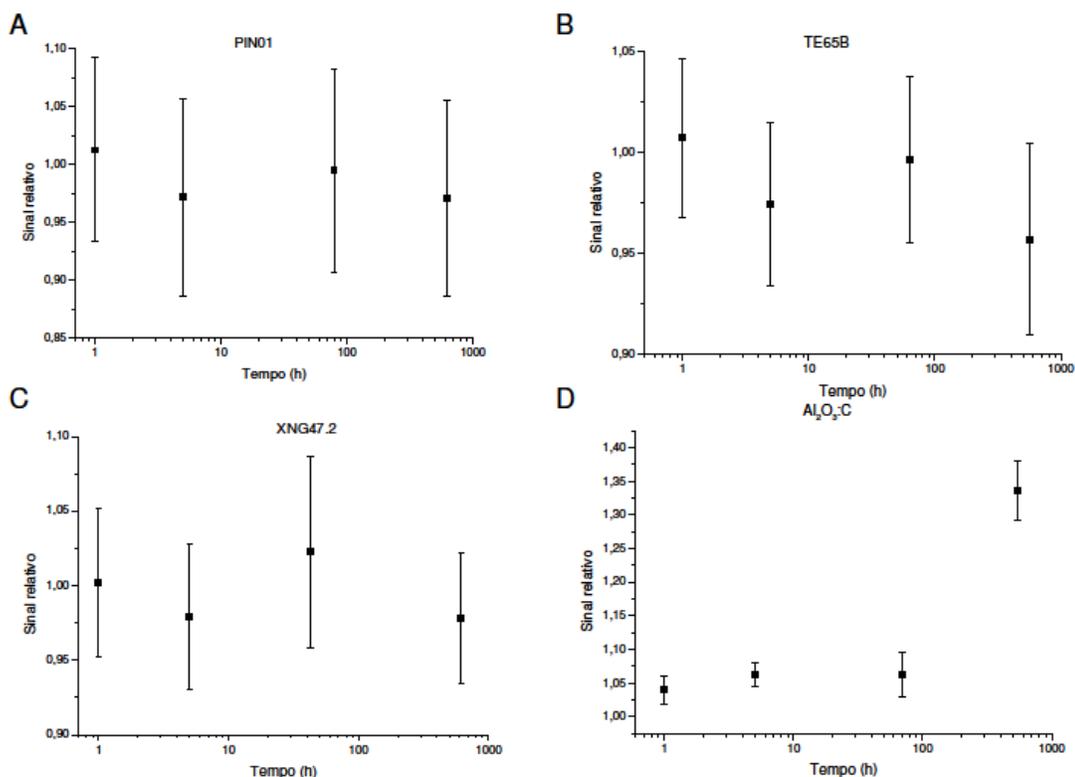


Figura 5.17- Resultado do teste para avaliação de *fading* das amostras (A) PIN01, (B) TE65B, (C) XNG47.2 e (D)  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$

## 5.7. Teste com radiação gama

Foram realizados testes para avaliação da resposta OSL das amostras expostas à radiação gama (fonte de  $\text{Co}^{60}$ ). A Figura 5.18 apresenta a comparação entre os sinais OSL devidos à dose de radiação gama corrigidos pelo sinal OSL devido à dose de radiação beta das amostras de quartzo e da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ .

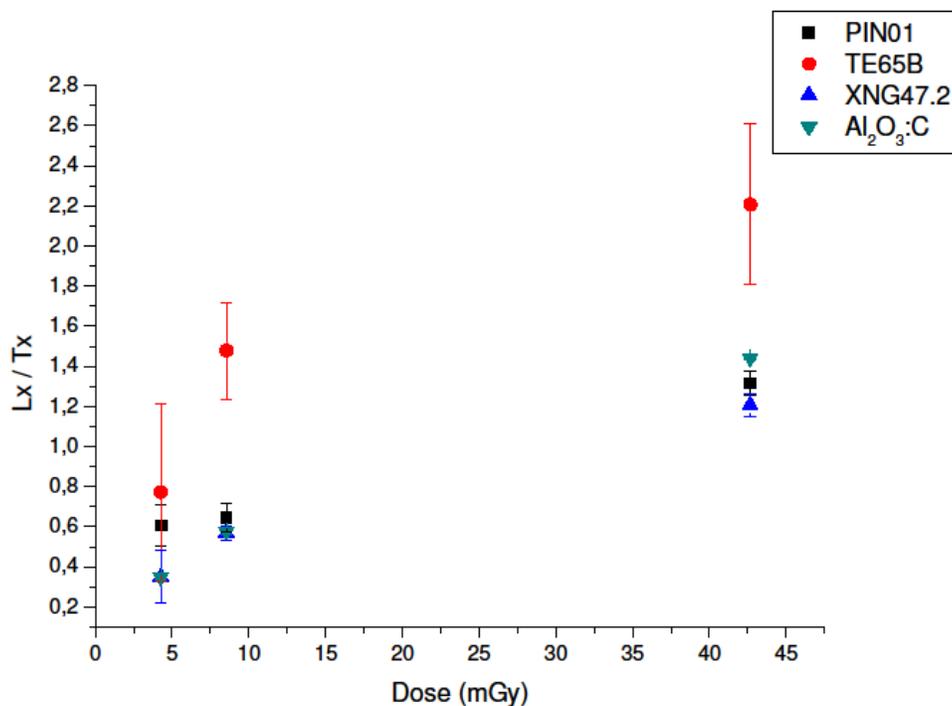


Figura 5.18 - Comparação entre os sinais OSL corrigidos por dose teste de radiação beta de amostras de quartzo e de amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  irradiadas por raios gama com energias de 1,17 MeV e 1,33 MeV (fonte de  $\text{Co}^{60}$ ).

Todas as amostras apresentaram crescimento do sinal OSL com a dose administrada. A amostra TE65B apresentou maior sensibilidade OSL para radiação gama. Foram feitas curvas de calibração com ajuste exponencial para as amostras de quartzo TE65B e XNG47.2 e para amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  (Figura 5.19). Destaca-se que estas curvas de calibração foram elaboradas por meio de alíquotas múltiplas, sendo que cada ponto corresponde à medida em alíquotas distintas.

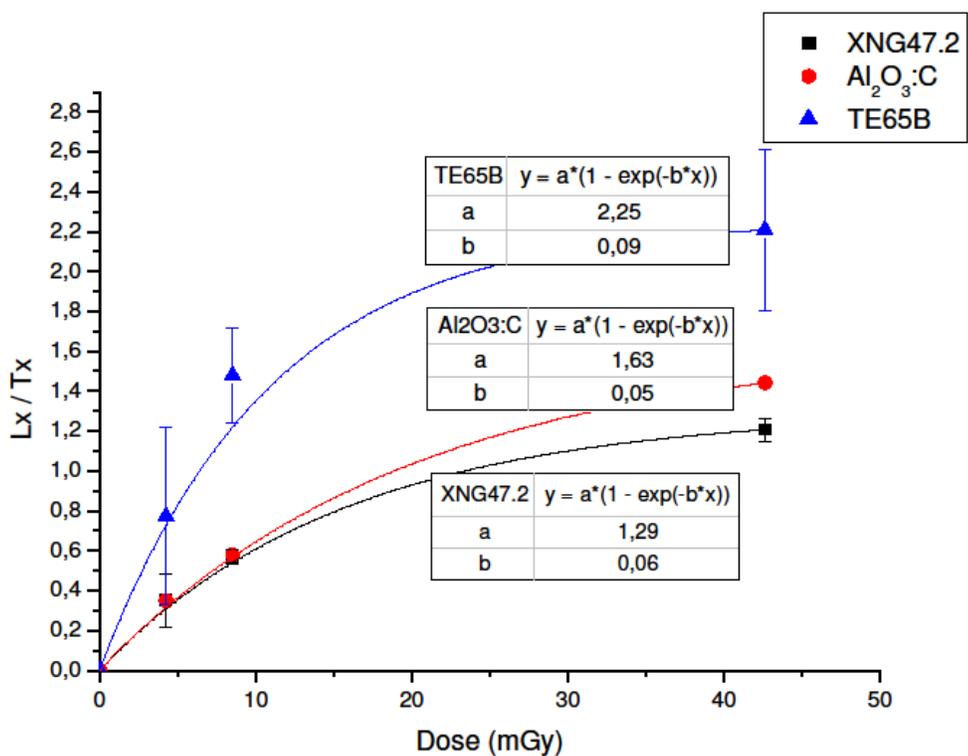


Figura 5.19 - Curva de calibração para as amostras de quartzo XNG47.2 e TE65B e a para a amostra de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C.

Na Figura 5.20 tem-se o sinal OSL (em contagens) em função da dose administrada para as amostras de quartzo XNG47.2 e TE65B e para a amostra de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C. As curvas de calibrações foram feitas por ajuste linear, assumindo que para baixas doses a relação dose-resposta é linear.

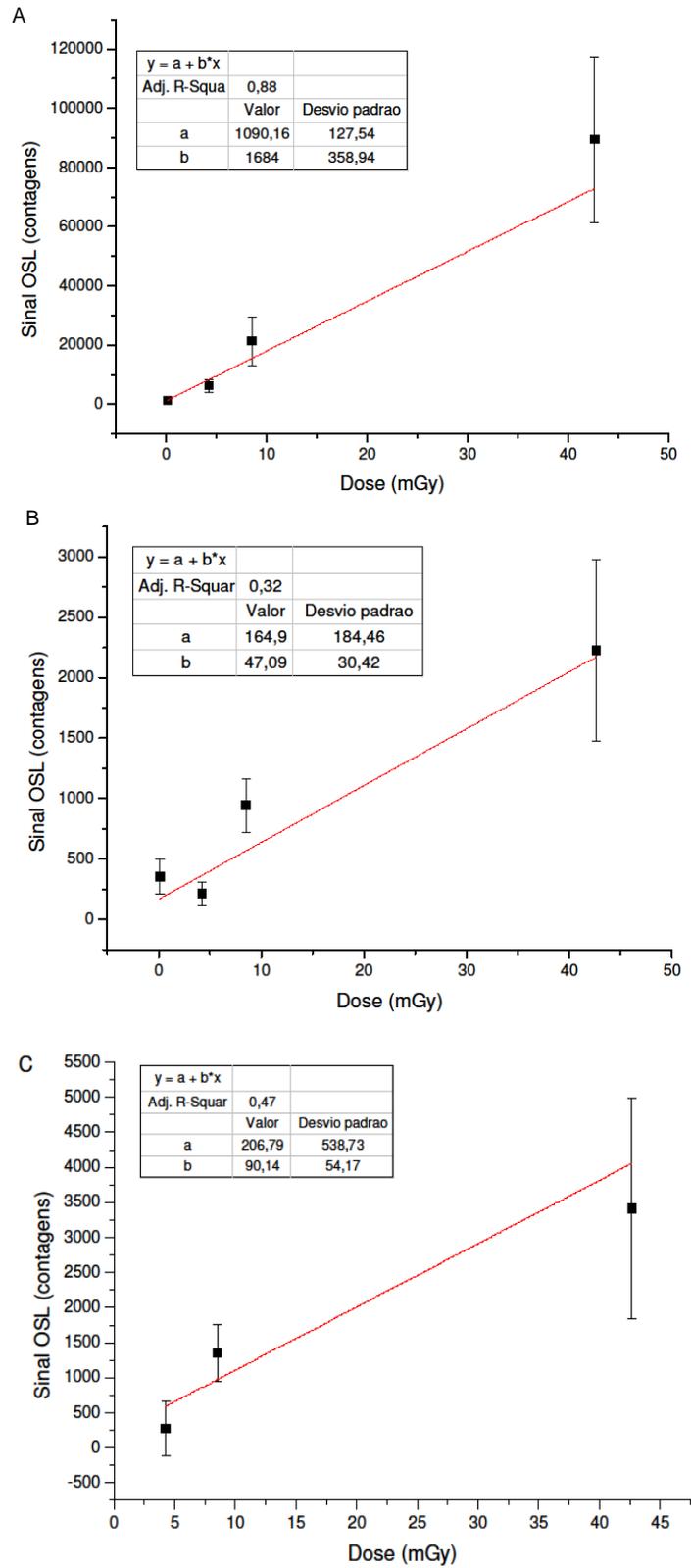


Figura 5.20- Sinal OSL em contagens, em função da dose, para a amostra de  $Al_2O_3:C$  (A), para a amostra de quartzo XNG47.2 (B) e para a amostra de quartzo TE65B (C).

Para melhor visualização, as curvas da Figura 5.20 foram colocadas em escala logarítmica (Figura 5.21). Tanto a amostra de quartzo XNG47.2 quanto a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  apresentam sensibilidade suficiente para detecção de doses de radiação gama da ordem de pelo menos 5 mGy.

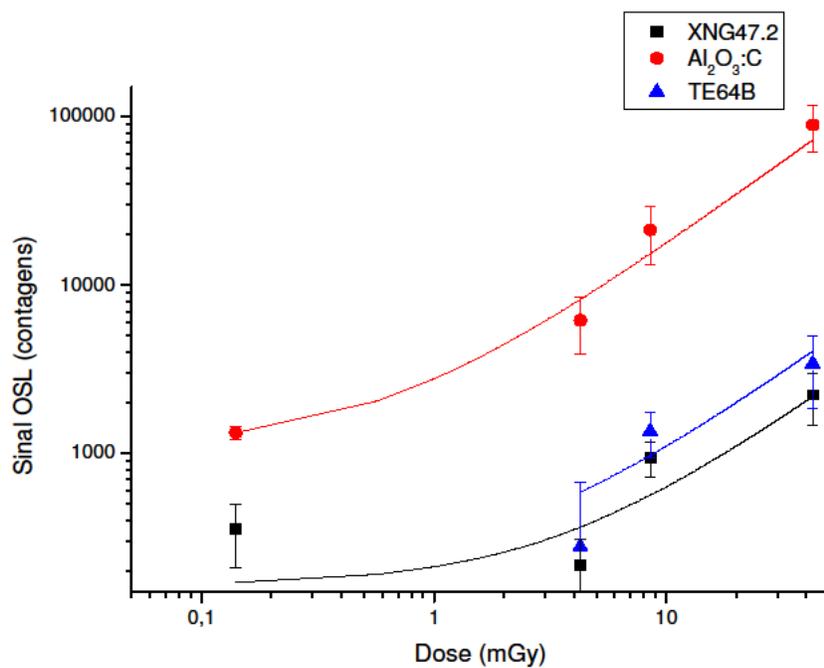


Figura 5.21 - Sinal OSL em contagens, em função de dose de radiação gama (escala logarítmica).

## 6. Discussão

### 6.1. Sensibilidade OSL

O  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  tem sido considerado um material de grande sensibilidade e estabilidade OSL. Estas propriedades proporcionam o uso deste material para dosimetria (Yukihara & McKeever, 2008). Materiais naturais com sensibilidade OSL semelhante à do  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  ainda não foram encontrados. A amostra de quartzo TE65B é a amostra de quartzo com maior sensibilidade OSL. As amostras de quartzo estudadas possuem sensibilidades OSL médias que variam de 0,4% a 1,4% da sensibilidade média da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  para a dose de 0,42 Gy. Já para a dose de 8,33 Gy, a sensibilidade OSL média do quartzo varia de 0,7% a 2,6% quando comparada com a sensibilidade média da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ . A comparação entre o desvio padrão e a média das sensibilidades OSL (radiação beta), a amostra XNG47.2 apresentou a menor variação da sensibilidade entre as amostras de quartzo. O desvio padrão da sensibilidade desta amostra variou de 15% (dose de 8,33 Gy) a 22% (dose de 11,9 Gy) em relação à média. Já para a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ , essa variação foi de 10% (dose de 0,42 Gy) a 14% (dose de 8,33 Gy). Assim, a amostra XNG47.2 apresenta homogeneidade da sensibilidade comparável à da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ .

Para radiação beta, a sensibilidade das amostras de quartzo estudadas ( $10^3$ - $10^4$  contagens  $\text{mg}^{-1} \text{Gy}^{-1}$ ) é até 2 ordens de grandeza menor do que a sensibilidade medida para a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  ( $10^5$ - $10^6$  contagens  $\text{mg}^{-1} \text{Gy}^{-1}$ ). Levando-se em conta os resultados da Tabela 5.2 e os sinais obtidos quando as amostras foram irradiadas com dose beta de 0 Gy, as amostras de quartzo devem ser capazes de medir doses da ordem de dezenas de mGy (de 24 mGy para a amostra XNG47.2 até 42 mGy para a amostra PIN 01), considerando que a maioria das alíquotas de quartzo medidas apresentaram contagens 3 vezes maiores do que o *background*.

Para radiação gama, a amostra TE65B apresentou sensibilidade maior (quase o dobro) que a do  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  (Figura 5.18). O sinal OSL corrigido da amostra de quartzo XNG47.2 apresenta resposta semelhante à amostra  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  (Figura 5.18). Todas as amostras de quartzo analisadas apresentaram sinal OSL detectável para doses de pelo menos 5 mGy. Todas as curvas dose-resposta crescem com a dose (Figura 5.19).

Comparando a Figura 5.20 (A), (B) e (C) verifica-se que a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  é a amostra que possui mais contagens para uma mesma dose. A amostra de quartzo TE65B

possui mais contagens para uma mesma dose que a amostra de quartzo XNG47.2. Embora as três curvas cresçam linearmente com a dose, a curva para a amostra  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  possui maior inclinação. Assim, pequenas variações na dose implicam em uma maior diferença nas contagens para a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  do que para as amostras de quartzo. Nota-se também que para a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  e para a amostra de quartzo XNG47.2 as curvas tendem a um limite mínimo de detecção de contagens (Figura 5.21). Para a amostra  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  esse limite é pouco maior do que 0,1 mGy, enquanto que para a amostra de quartzo XNG47.2 esse limite está entre 0,2 e 0,3 mGy.

## 6.2. Estimativa de dose

Diversos estudos demonstram que o quartzo pode ser utilizado para estimar doses de radiação no intervalo de centenas de miligrays até aproximadamente 150 Gy (Murray & Wintle, 2003; Wintle & Murray, 2006; Preusser *et al.*, 2009). Tipos de quartzo com sensibilidade alta o suficiente para estimar doses da ordem de dezenas de miligrays ou menores já são raros. A estimativa de dose de radiação por meio de quartzo também requer correções das variações de sensibilidade provocadas por meio dos procedimentos de medida, tais como aquecimento, irradiação e iluminação (Murray, 1998; Murray & Wintle, 2003). Deste modo, a estimativa de doses de radiação por meio de quartzo tem sido feita por meio de protocolos de regeneração de dose em alíquota única (*Single Aliquot Regenerative Dose* – SAR). Estes protocolos visam à correção de variações de sensibilidade de luminescência ocorridas durante os procedimentos de medida. No entanto, as características de luminescência do quartzo extraído de rochas e sedimentos são altamente variáveis (Yoshida *et al.*, 2000; Pietsch *et al.*, 2008; Sawakuchi *et al.*, 2011). Neste contexto, o desafio para desenvolvimento de dosímetros baseados em quartzo envolve a busca de tipos de quartzo capazes de estimar doses baixas (menores que dezenas de miligrays) sem necessidade de correção de variações de sensibilidade OSL.

Todas as amostras de quartzo estudadas apresentaram curvas dose-resposta crescentes com o aumento da dose, conforme as Figuras 5.4, 5.5, 5.6 e 5.7. Nota-se que há tendência linear para a curva dose-resposta para a dose recuperada de 0,42 Gy. O crescimento é linear até ao menos 1 Gy. Tendência em função exponencial foi observada para doses maiores, como se percebe para curva dose-resposta para a dose recuperada de 35,70 Gy. A amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  recuperou com exatidão e precisão a dose de 0,42 Gy.

Porém, para o teste de *dose recovery* de 35,70 Gy, a razão entre a dose calculada e a dose administrada foi de 0,69 para a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  (Figura 5.11).

As amostras de quartzo selecionadas são capazes de recuperar doses de radiação beta no intervalo estudado de 50,00 mGy a 49,98 Gy. Os erros estimados para as amostras de quartzo foram no máximo 5%. Para amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ , o erro estimado para a dose de 0,42 Gy é semelhante ao erro estimado para o quartzo (em torno de 1%). Já para a dose de 35,70 Gy, o erro estimado para a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  é maior que 30%, enquanto que, para as amostras de quartzo, o erro para esta dose não é maior que 3%. A estimativa de erro de 30% para a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  quando administrada a dose de 35,70 Gy está de acordo com a literatura (McKeever & Yukihiro, 2011; Yukihiro & McKeever, 2006), pois o  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  apresenta uma sublinearidade para doses maiores de 10 Gy.

Devido à baixa variação na sensibilidade OSL (Figura 5.12) durante os ciclos do protocolo SAR, as amostras de quartzo estudadas são capazes de recuperar doses confiáveis usando o sinal OSL sem a correção pela dose teste (Figura 5.13). A curva dose-resposta comporta-se de forma linear para as baixas doses até ao menos a dose de 0,42 Gy. As doses calculadas sem a correção do sinal pela dose teste desviaram de 1% a 11% da dose administrada. As doses calculadas para as amostras de quartzo obtiveram uma precisão melhor do que as doses calculadas para a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ .

O teste de reciclagem obteve resultados dentro do intervalo de 0,9 a 1,1 para todas as amostras estudadas. No teste de recuperação, foram obtidos valores menores que 5% para todas as amostras estudadas. Deste modo, conclui-se que as amostras de quartzo estudadas não apresentam transferência térmica significativa nas condições adotadas para medidas do sinal OSL. Todas as amostras de quartzo estudadas apresentaram resultados satisfatórios (erro máximo de 10%, segundo Wintley & Murray, 2006) nos testes de reciclagem, de feldspato e de recuperação, com destaque para a amostra XNG47.2, a qual apresentou o melhor teste de recuperação, inclusive para a dose de 50,00 mGy. Todos os testes foram realizados utilizando valores médios.

As amostras de quartzo estudadas apresentaram sinal OSL com saturação média em doses da ordem de 113-175 Gy, o que está de acordo com a literatura (Wintley & Murray, 2006). A saturação média da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  foi cerca de 35 Gy, também de acordo com a literatura (Yukihiro & McKeever, 2006). Assim, as amostras de quartzo estudadas seriam capazes de estimar doses superiores às estimadas pelo  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . Isto seria vantajoso na dosimetria industrial, na pesquisa, na dosimetria devido à irradiação por

partículas pesadas de alta energia, dosimetria espacial (Yukihara *et al.*, 2004; Yukihara *et al.*, 2006).

### 6.3. Estabilidade do sinal (*fading test*)

A estabilidade do sinal de luminescência é requisito para a dosimetria. O intervalo de tempo em que o sinal é estável nas condições dosimétricas influencia a sua aplicação na área de dosimetria médica e pessoal. Como dosímetros pessoais devem ser trocados mensalmente (CNEN-NN-3.01), é desejável que haja estabilidade do sinal nesse intervalo de tempo. As amostras de quartzo não apresentaram *fading* significativo no período estudado (cerca de 1 mês). Ou seja, mesmo passado 1 mês da irradiação, as amostras de quartzo conseguem recuperar a dose dada, com erro menor que 10%. A estabilidade do sinal OSL do quartzo (emissão no UV) tem sido relatada em diversos artigos (Wintle & Murray, 2006; Murray & Wintle, 2000). Porém, alguns estudos têm relatado ocorrência de *fading* significativo para alguns tipos de quartzo de origem vulcânica (Bonde *et al.*, 2001; Steffen *et al.*, 2009).

O sinal da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  cresce com o tempo. Este comportamento foi observado em estudo sobre a estabilidade do sinal OSL do  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$  na faixa do UV (Yukihara & McKeever, 2006). A literatura (Yukihara & McKeever, 2006) compara o estudo do *fading* do sinal OSL na faixa do UV e na faixa do azul, concluindo que o sinal OSL UV cresce com o tempo após a irradiação enquanto que o sinal OSL azul permanece constante com o tempo após a irradiação. Isto ocorre devido as diferenças nos centros de recombinação da estrutura do  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ , questão esta que ainda está em aberto.

## 7. Conclusões

As amostras de quartzo estudadas apresentaram características dosimétricas comparáveis à amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  na faixa de dose de 0,50 Gy a 1,00 Gy. Pela análise estatística, a amostra de quartzo XNG 47.2 respondeu de forma semelhante ao  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . A amostra TE65B foi a amostra de quartzo com maior sensibilidade, tanto para os testes com radiação beta quanto para radiação gama. A amostra TE65B destacou-se por apresentar sensibilidade para radiação gama maior que a sensibilidade da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ . Procedimentos de homogeneização podem ser realizados nas amostras de quartzo para reduzir a variação de sensibilidade entre alíquotas.

As amostras de quartzo apresentaram relação linear entre dose e sinal OSL para as doses menores que 1 Gy. Testes de *dose recovery* indicaram que as amostras de quartzo recuperam doses, inclusive para as doses de 35,70 Gy e 49,98 Gy. A dose de saturação ( $2D_0$ ) das amostras de quartzo situou-se entre 113 Gy e 175 Gy. Esta característica gera uma superioridade das amostras de quartzo em relação às amostras de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  quanto ao possível uso em dosimetria de alta dose de radiação. Considera-se ainda a melhoria das características dosimétricas das amostras de quartzo estudadas por meio de modificações nos protocolos de medidas. A dose mínima capaz de ser medida pelas amostras de quartzo não pôde ser determinada com precisão. No entanto, o estudo da sensibilidade devido à radiação beta previu que doses de até 20 mGy seriam capazes de serem medidas. O estudo a partir da irradiação com fonte gama previu que doses de até 0,2 mGy poderiam ser medidas. A relação linear entre baixas doses ( $< 1$  Gy) e sinal luminescente não corrigido permitiu calcular doses confiáveis.

As amostras de quartzo estudadas não apresentaram *fading* significativo do sinal OSL. O sinal OSL no comprimento do UV cresce com o tempo para a amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ , o que pode gerar erros de leitura de dose quando este sinal é analisado.

As amostras de quartzo estudadas podem ser utilizadas como material dosimétrico na confecção de dosímetros pessoais, pois, se a análise for repetida para outros valores de dose, a resposta continuará sendo linear para baixas doses. Novos experimentos serão necessários para se utilizar as amostras de quartzo como material de dosímetros pessoais. Uma análise de erro esperado e obtido com diferentes medições em repetições com alíquotas diferentes de uma mesma amostra de quartzo podem determinar sua faixa de utilização.

## 8. Referências bibliográficas

Aitken, M.J. *An introduction to optical dating: The dating of quaternary sediments by the use of photon-stimulated luminescence*. Oxford University Press, 1998.

Andersen, C.E., Nielsen, S.K., Greulich, S. Characterization of a fiber-coupled Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C luminescence dosimetry system for online in vivo dose verification during <sup>192</sup>Ir brachytherapy. *Medical Physics* 36, 708–718, 2009.

Aznar, M.C., Andersen, C.E., Bøtter-Jensen, L. Real-time optical-fibre luminescence dosimetry for radiotherapy: physical characteristics and applications in photon beams. *Physics in medicine and biology* 49, 1655–1669, 2004.

Banerjee, D., Boetter-Jensen, L., Murray, A. Retrospective dosimetry: estimation of the dose to quartz using the single-aliquot regenerative-dose protocol. *Applied Radiation and Isotopes* 52, 831-844, 2000.

Boetter-Jensen, L., McKeever, S.W.S., Wintle, A.G. *Optically Stimulated Luminescence Dosimetry*. Elsevier Science, 2003.

Bonde, A., Murray, A., Friedrich, W.L. Santorini: Luminescence dating of a volcanic province using quartz. *Quaternary Science Reviews* 20, 789-793, 2001.

Bulur, E. A simple transformation for converting CW-OSL curves to LM-OSL curves. *Radiation Measurements* 32, 141-145, 2000.

Choi, J.H., Duller, G. A.T., Wintle, A.G., Cheong, C.-S. Luminescence characteristics of quartz from the Southern Kenyan Rift Valley: Dose estimation using LM-OSL SAR. *Radiation Measurements* 41, 847-854, 2006.

CNEN-NN-3.01. *Diretrizes básicas de proteção radiológica*. Comissão Nacional de Energia Nuclear, 2011.

Duller G.A. T. Equivalent dose determination using single aliquots. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements* 18, 371-378, 1991.

Gasparian, P.B.R., Ruan, C., Ahmad, S. Demonstrating the use of optically stimulated luminescence dosimeters (OSLDs) for measurement of staff radiation exposure in interventional fluoroscopy and helmet output factors in radiosurgery. *Radiation Measurement* 45, 677-680, 2010.

Guide to The Risø TL/OSL Reader. DTU, Denmark, January 2013.

Jain, M. Extending the dose range: probing deep traps in quartz with 3.06eV photons. *Radiation Measurements* 44, 445-452, 2009.

Jain, M., Murray, A.S., Botter-Jensen, L. Characterisation of blue-light stimulated luminescence components in different quartz samples: implications for dose measurement. *Radiation Measurements* 37, 441-449, 2003.

- Knoll, G.F. *Radiation Detection and Measurement*. John Wiley & Sons, p. 354-355, 2000.
- Kuhns, C.K., Larsen, N.A. and McKeever, S.W.S. Characteristics of LM-OSL from several different types of quartz. *Radiation Measurements* 32, 413–418, 2000.
- Landauer®. Luxel+Dosimeter for X, gamma, beta, and neutron radiation. Disponível em: [http://www.landauer.com/uploadedFiles/Healthcare\\_and\\_Education/Products/Dosimeters/LuxelSpecifications.en-US.pdf](http://www.landauer.com/uploadedFiles/Healthcare_and_Education/Products/Dosimeters/LuxelSpecifications.en-US.pdf). Acesso em: 26 de jan de 2014.
- Madsen, A. T., Murray, A. S. Optically stimulated luminescence dating of young sediments: a review. *Geomorphology* 109, 3-16, 2009.
- Mineli, T.D., Sawakuchi, A.O., Umisedo, N.K., Costa, E.T., Nogueira, L., Zular, A. OSL dosimetry characteristics of high sensitivity Brazilian quartz: a comparison with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C. *Radiation Measurements* (submetido), 2014.
- Moska, P., Murray, A.S. Stability of the quartz fast-component in insensitive samples. *Radiation Measurements* 41, 878-885, 2006.
- Murray, A., Wintle, A.G. Factors controlling the shape of the OSL decay curve in quartz. *Radiation Measurements* 29, 65-79, 1998.
- Murray, A., Wintle, A.G. Luminescence dating of quartz using an improved single-aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements* 32, 57-73, 2000.
- Murray, A., Wintle, A.G. The single aliquot regenerative dose protocol: potential for improvements in reliability. *Radiation Measurements* 37, 377-381, 2003.
- Murray, A.S., Roberts, R.G. Measurement of the equivalent dose in quartz using a regenerative-dose single-aliquot protocol. *Radiation Measurements* 29, 503-515, 1998.
- Nascimento, L.F., Hornos, Y.M.M. Proposal of a Brazilian accreditation program for personal dosimetry using OSL. *Radiation Measurements* 45, 51-59, 2010.
- Okuno, E., Yoshimura, E. *Física das Radiações*. Oficina dos textos, 2010.
- Pietsch, T.J., Olley, J.M., Nanson, G.C. Fluvial transport as a natural luminescence sensitiser of quartz. *Quaternary Geochronology* 3, 365-376, 2008.
- Preusser, F., Chithambo, M.L., Götte, T., Martini, M., Ramseyer, K., Sendezera, E.J., Susino, G.J., Wintle, A.G. Quartz as a natural luminescence dosimeter. *Earth-Science Reviews* 97, 184-214, 2009.
- Sawakuchi, A.O., Blair, M.W., DeWitt, R., Faleiros, F.M., Hyppolito, T., Guedes, C.C.F. Thermal history versus sedimentary history: OSL sensitivity of quartz grains extracted from rocks and sediments. *Quaternary Geochronology* 6, 261-271, 2011.
- Shapiro, J. *Radiation Protection*. Harvard University Press, 2002.

- Steffen, D., Preusser, F., Schlunegger, F. OSL quartz age underestimation due to unstable signal components. *Quaternary Geochronology* 4, 353-362, 2009.
- Thomsen, K.J., Jain, M., Boetter-Jensen, L., Murray, A., Jungner, H. Variation with depth of dose distributions in single grains of quartz extracted from an irradiated concrete block. *Radiation Measurements* 37, 315-321, 2003.
- Umisedo, N.K., Yoshimura, E.M., Gasparian, P.B.R., Yukihiro, E.G. Comparison between blue and green stimulated luminescence of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C. *Radiation Measurements* 45, 151-156, 2010.
- Wintle, A.G. Fifty years of luminescence dating. *Archaeometry* 5, 276–312, 2008.
- Wintle, A.G., Murray, A.S. A review of quartz optically stimulated luminescence characteristics and their relevance in single-aliquot regeneration dating protocols. *Radiation Measurements* 41, 369-391, 2006.
- Yoshida, H., Roberts, R.G., Olley, J.M., Laslett, G.M., Galbraith, R.F. Extending the age range of optical dating using single ‘supergrains’ of quartz. *Radiation Measurements* 5-6, 439-446, 2000.
- Yukihiro, E.G., Gaza, R., McKeever, S.W.S., Soares, C.G. Optically stimulated luminescence and thermoluminescence efficiencies for high-energy heavy charged particle irradiation in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C. *Radiation Measurements* 38, 59-70, 2004.
- Yukihiro, E.G., McKeever S.W.S. *Optically stimulated luminescence, fundamentals and applications*. John Wiley & Sons, 2011.
- Yukihiro, E.G., McKeever S.W.S. Optically stimulated luminescence (OSL) dosimetry in medicine. *Physics in medicine and biology* 53, 351-379, 2008.
- Yukihiro, E.G., McKeever, S.W.S. Spectroscopy and optically stimulated luminescence of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C using time-resolved measurements. *Journal of Applied Physics* 100, 083512, 2006.
- Yukihiro, E.G., Sawakuchi, G.O., Guduru, S., McKeever, S.W.S., Gaza, R., Benton, E.R., Yasuda, N., Uchihori, Y., Kitamura, H. Application of the optically stimulated luminescence (OSL) technique in space dosimetry. *Radiation Measurements* 41, 1126-1135, 2006.