

**FACULDADE DE TECNOLOGIA DE SÃO PAULO**

**Tecnologia em Materiais**

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MgO:Tb E  
MgO:Cu PARA USO NA DOSIMETRIA POR LOE**

**Caroline Ferreira Gugliotti**

**Orientadora da tese de conclusão do curso:**

**Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Lilian Satomi Hanamoto**

**Orientador do projeto:**

**Prof. Dr. Juan Mittani**

**São Paulo - 2013**

**FACULDADE DE TECNOLOGIA DE SÃO PAULO**

**Tecnologia em Materiais**

**Caroline Ferreira Gugliotti**

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MgO:Tb E  
MgO:Cu PARA USO NA DOSIMETRIA POR LOE**

Monografia apresentada no curso de Tecnologia em Materiais da FATEC-SP como requerido parcial para obter o título de Tecnólogo em Materiais.

Orientadora do trabalho de conclusão de curso: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Lilian Hanamoto.

Orientador do projeto: Prof. Dr. Juan Mittani.

Dedico este trabalho a Antenor  
Ferreira da Silva e Walkyria de  
Abreu Ferreira da Silva.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha mãe Andréa, aos meus avós maternos Marcos e Márcia, e à Maria por todo o cuidado, carinho e amor. Aos meus tios Roberto e Rodrigo por serem muito mais do que tios e sim grandes irmãos de coração. Ao meu bisavô Antenor e minha bisavó Walkyria que tenho e terei sempre em mente com muito amor.

Agradeço à Prof<sup>a</sup>. Lilian Hanamoto por todos os ensinamentos, conversas e por me fazer lidar com a entropia da vida.

Agradeço ao Prof. Juan Mittani por todo o conhecimento fornecido para a realização deste projeto durante estes dois anos e por me apresentar ao meio acadêmico.

Agradeço à Prof<sup>a</sup>. Vanessa Del Cacho e Prof. Davinson Mariano por todo o conhecimento e inspiração fornecidos ao longo deste ano.

Agradeço aos meus amigos fatecanos pelas tardes de estudos, pelas risadas e incentivo ao longo do curso.

Agradeço às minhas amigas de longa data: Camila, Catarina, Daniele e Gabriele por todos estes anos de alegrias e aflições compartilhadas.

Agradeço ao pessoal do IPEN: engenheiros Beth e Carlos do CTR pela irradiação das amostras, Dr. Nelson Batista e Rene do DRX pela amizade e a oportunidade de aprender cada vez mais.

Agradeço ao Diego por todo amor e paciência.

*“Never forget what you are, for surely the world will not. Make it your strength. Then it can never be your weakness. Armor yourself in it and it will never be used to hurt you.”*

Tyrion Lannister

## RESUMO

A técnica da Luminescência Opticamente Estimulada (LOE) é uma técnica antiga, quando comparada com seu uso. O avanço da LOE se deu com o uso do material óxido de alumínio -  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  como um dosímetro pessoal, devido a sua alta sensibilidade frente a pequenas doses de radiação e pela estabilidade do seu sinal quando este material é armazenado.

Com o objetivo de aumentar o número de materiais luminescentes para uso na LOE e contribuir para as pesquisas sobre dosimetria no país, o presente trabalho apresenta uma nova técnica de produção de óxido de magnésio, assim como a investigação de suas propriedades luminescentes para futuro uso na LOE.

Dessa forma, óxido de magnésio dopado com térbio e cobre em diferentes concentrações em mol% foram produzidos utilizando a técnica de evaporação. Inicialmente, fez-se um estudo detalhado no que se refere a Termoluminescência (TL) nas amostras dopadas em diferentes concentrações em mol% seja de térbio ou cobre para verificar a melhor concentração que fornecesse uma alta intensidade luminescente, logo, foram realizadas medidas de fluorescência e de espectro TL para conhecer os comprimentos de onda emitidos na luminescência. A seguir, realizou-se um estudo no que se refere a LOE deste material.

Com as propriedades luminescentes do material conhecidas, fez-se a confecção do dosímetro para uso na LOE. Os dosímetros propostos devem ser um filme compósito resina/material dosimétrico. Assim, foram confeccionados artesanalmente dosímetros através da mistura em diferentes proporções de resina/MgO:Tb sobre um filme polimérico PET.

Através do presente estudo, foi concluído que é possível a confecção de um dosímetro LOE de modo simples e econômico.

**Palavras-chave: Dosimetria, Luminescência Opticamente Estimulada (LOE), Óxido de Magnésio.**

## Lista de figuras

<b>Figura 1:</b> Representação dos níveis de energia das armadilhas de elétrons e buracos.....	18
<b>Figura 2:</b> Esquema de bandas de energia para visualizar o processo TL ou LOE.....	19
<b>Figura 3:</b> Métodos de preparação do PET.....	22
<b>Figura 4:</b> Representação das moléculas de epícloridrina, bisfenol A e bisfenol F.....	23
<b>Figura 5:</b> Reação entre bisfenol A e epícloridrina formando epóxi.....	24
<b>Figura 6:</b> Fluxuograma do preparo do pó de MgO através da técnica de pirólise.....	25
<b>Figura 7:</b> Fluxuograma do preparo do pó de MgO:Tb através da técnica de pirólise.....	27
<b>Figura 8:</b> Pastilhas de MgO:Tb antes de serem desaglomeradas.....	27
<b>Figura 9:</b> Produção de MgO:Cu através da técnica de pirólise.....	29
<b>Figura 10:</b> Rigaku Miniflex Spectrometer.....	30
<b>Figura 11:</b> Daybreak 1100 Automatic TL/LOE System.....	31
<b>Figura 12:</b> Equipamento Riso OSL/TL DA – 20.....	32
<b>Figura 13:</b> Transmitâncias do filtro óptico BG-39 e do filtro óptico Koop.....	32
<b>Figura 14:</b> Transmitância do filtro óptico U-340.....	33
<b>Figura 15:</b> Fluorímetro Cary Eclipse.....	34
<b>Figura 16:</b> Difração de raios x da amostra de MgO produzido.....	35
<b>Figura 17:</b> Amostras de MgO pura e dopadas com térbio em diferentes concentrações em mol%, irradiadas com 5 Gy e sua intensidade TL medida usando o filtro BG-39.....	36
<b>Figura 18:</b> Representação da intensidade do pico TL de ~200°C em função da concentração de térbio, utilizando o filtro óptico BG-39.....	37
<b>Figura 19:</b> Amostras de MgO pura e dopadas com térbio em diferentes concentrações em mol%, irradiadas com 5 Gy e sua intensidade TL medida usando a combinação dos filtros ópticos BG-39 e Koop.....	37

<b>Figura 20:</b> Representação da intensidade do pico TL de ~200°C em função da concentração de térbio em mol%, utilizando a combinação dos filtros ópticos BG-39 e Koop.....	38
<b>Figura 21:</b> Amostras de MgO pura e dopadas com térbio em diferentes concentrações em mol%, irradiadas com 5 Gy e sua intensidade TL medida usando o filtro óptico U-340.....	38
<b>Figura 22:</b> Representação da intensidade do pico TL de ~200°C em função da concentração de térbio em mol%, utilizando o filtro óptico U-340.....	39
<b>Figura 23:</b> Amostras de MgO:Tb dopadas com 0,1 mol% de térbio e irradiadas com diferentes doses e sua TL medida usando os filtros ópticos BG-39 e Koop. ....	40
<b>Figura 24:</b> Representação da intensidade dos picos TL em ~200°C em função da dose de radiação absorvida. ....	40
<b>Figura 25:</b> Intensidade luminescente obtida pela medida de fluorescência para diferentes comprimentos de excitação. ....	41
<b>Figura 26:</b> Fluorescência em 2d do MgO:Tb quando estimulado com diferentes comprimentos de onda. ....	42
<b>Figura 27:</b> Espectro TL da amostra de MgO dopada com 0,1 mol% de térbio.	43
<b>Figura 28:</b> Espectro TL 2d da amostra de MgO dopada com 0,1 mol% de térbio. ....	43
<b>Figura 29:</b> Amostras de MgO pura e dopadas com térbio em diferentes concentrações em mol%, irradiadas com 5 Gy e sua intensidade LOE medida usando o filtro U-340. ....	44
<b>Figura 30:</b> Amostras de MgO:Tb (0,1 mol%) irradiadas com 0,1 Gy a 1 Gy e sua LOE medida.....	45
<b>Figura 31:</b> Amostras de MgO:Tb (0,1 mol%) irradiadas com 1 Gy a 20 Gy e sua LOE medida.....	46
<b>Figura 32:</b> Representação da intensidade LOE em função da dose absorvida (0,1 Gy a 1 Gy).....	46
<b>Figura 33:</b> Representação da intensidade LOE em função da dose absorvida (1 Gy a 20 Gy).....	47
<b>Figura 34:</b> Filmes dosimétricos compósitos polímero/MgO:Tb (0,1 mol% Tb) (1) Filipaper e (2) Radex.....	47

<b>Figura 35:</b> Pastilhas de MgO dopadas com diferentes concentrações de cobre em mol% utilizadas para medidas TL.....	49
<b>Figura 36:</b> Representação da intensidade do pico TL de ~200°C em função da concentração de dopante cobre em mol% das amostras de MgO em forma de pastilhas, utilizando o filtro óptico BG-39.....	50
<b>Figura 37:</b> Amostra de MgO dopada com 0,4 mol% de cobre em forma de pastilhas irradiadas com 5 Gy e sua TL medida utilizando diferentes filtros ópticos.....	50
<b>Figura 38:</b> Amostras de MgO dopadas com 0,4 mol% de cobre na forma de pastilhas e irradiadas com diferentes doses e sua TL medida usando o filtro óptico BG-39. ....	51
<b>Figura 39:</b> Representação da intensidade dos picos TL em ~200°C em função da dose absorvida das amostras em pastilha de MgO dopadas com 0,4 mol% de cobre usando o filtro óptico BG-39. ....	51
<b>Figura 40:</b> Representação da intensidade do pico TL de ~200°C em função da concentração em mol% de cobre, utilizando o filtro óptico BG-39. ....	53
<b>Figura 41:</b> Amostras em pó de MgO dopado com 0,4 mol% de cobre, irradiadas com diferentes doses e sua TL medida usando o filtro óptico BG-39. ....	53
<b>Figura 42:</b> Representação da intensidade dos picos TL em ~200°C em função da dose absorvida das amostras em pó de MgO dopadas com 0,4 mol% de cobre usando o filtro óptico BG-39. ....	54
<b>Figura 43:</b> Amostras de MgO dopadas com 0,4 mol% de cobre em pó e em pastilha irradiadas com 5 Gy e sua intensidade TL usando o filtro óptico BG-39. ....	55
<b>Figura 44:</b> Amostras em pó de MgO:Tb (0,1 mol% térbio) e MgO:Cu (0,4 mol% cobre) irradiadas com 5 Gy e sua intensidade TL usando o filtro óptico BG-39. ....	56

## Lista de tabelas

**Tabela 1:** Precursores e suas respectivas massas molares e quantidades para a produção de MgO:Tb..... 62

**Tabela 2:** Valores de  $\text{Tb}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  utilizados para a preparação das amostras de MgO:Tb dopadas com diferentes concentrações. .... 64

**Tabela 3:** Precursores e suas respectivas massas molares e quantidades para a produção de MgO:Cu. .... 64

**Tabela 4:** Valores de  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  utilizados para a preparação das amostras de MgO:Cu dopadas com diferentes concentrações..... 66

## Sumário

1	Introdução.....	13
1.1	Objetivos específicos .....	14
1.2	Organização do trabalho .....	14
2	Desenvolvimento teórico.....	16
2.1	Dosimetria .....	16
2.2	Termoluminescência e Luminescência Opticamente Estimulada.....	17
2.3	Óxido de Magnésio .....	19
2.4	Térbio .....	20
2.5	Cobre .....	21
2.6	Polietileno de Tereftalato (PET) .....	21
2.7	Resinas .....	23
2.8	Agentes de Cura/Endurecedores .....	24
3	Metodologia .....	25
3.1	MgO .....	25
3.1.1	MgO:Tb.....	26
3.1.2	Filmes dosimétricos polímero/MgO:Tb .....	28
3.1.3	MgO:Cu .....	28
3.2	Equipamentos utilizados .....	29
3.2.1	Difratômetro de raios x Rigaku Miniflex Spectrometer .....	29
3.2.2	Daybreak 1100 Automatic TL/OSL System .....	30
3.2.3	Riso OSL/TL DA – 20 .....	31
3.2.4	Filtros ópticos.....	32
3.2.5	Fluorímetro Cary Eclipse .....	33
3.3	Caracterização dos filmes dosimétricos .....	34
3.4	Irradiação das amostras .....	34
4	Resultados e discussão .....	35
4.1	MgO .....	35
4.2	MgO:Tb .....	36
4.2.1	Medidas de termoluminescência .....	36
4.2.2	Fluorescência .....	41
4.2.3	Espectro TL .....	42
4.2.4	Medidas de luminescência opticamente estimulada – LOE.....	44

4.3	Filmes dosimétricos polímero MgO:Tb (0,1 mol%).....	47
4.4	MgO:Cu.....	48
4.4.1	Medidas de termoluminescência .....	48
4.5	Comparação das amostras de MgO:Cu e MgO:Tb .....	55
5	Conclusões .....	57
6	Trabalhos futuros.....	59
7	Bibliografia .....	60
	ANEXO.....	62
	Memorial de cálculos.....	62
	I. Amostras MgO:Tb .....	62
	I.I Massa atômica dos precursores e a quantidade em massa necessárias para a produção de MgO:Tb.....	62
	I. II Fórmula utilizada para os cálculos.....	62
	I.III Cálculos .....	62
	II. Amostras MgO:Cu.....	64
	II. I Massa atômica dos precursores e a quantidades em massa necessárias para a produção de MgO:Cu .....	64
	II.II Cálculos .....	64

## 1 Introdução

A luminescência opticamente estimulada (LOE) é a luminescência emitida por um isolante ou semicondutor previamente irradiado após exposição a algum comprimento de onda de estimulação.

O uso da LOE na dosimetria foi proposto inicialmente por Antonov-Romanovskii et. al. (1956) [1] e então mais tarde, usado por Braunlich et. al. (1967) [2] e Sanborn e Beard (1967) [3].

Apesar de já existirem estes estudos iniciais, o uso da LOE em dosimetria de radiação não foi devidamente reportado nas décadas seguintes, devido à falta de bons materiais luminescentes, os quais tinham que ser altamente sensíveis à radiação e principalmente, com boa eficiência ao estímulo óptico, baixo número atômico e outras características como, por exemplo, sinal de luminescência estável à temperatura ambiente.

O grande crescimento e avanço da LOE na dosimetria se deu nos anos 90 com o uso da safira sintética, também conhecida como óxido de alumínio dopado com carbono ( $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ ) como dosímetro LOE, devido a alta sensibilidade do material para baixas doses de radiação (mínima dose de detecção de até 30  $\mu\text{Gy}$ ) e por ter um sinal bastante estável quando armazenada em temperatura ambiente.

A LOE possui características interessantes que fazem com que a técnica seja bem sucedida, como por exemplo, a eficiência luminescente e a simplicidade da leitura, pois é preciso apenas de milissegundos para estimular o material e efetuar a leitura luminescente.

A técnica LOE possui vantagens sobre a convencional técnica TL por um número de razões. A vantagem mais óbvia está no fato de que o método de leitura é todo óptico, ou seja, não requer aquecimento das amostras, apesar de que haja vantagens adicionais ao realizar um estímulo óptico a elevadas temperaturas causando um aumento de sensibilidade do material, por essa razão podemos produzir dosímetros compósitos: “Dosímetro/Polímero”, pois assim obtém-se dosímetros mais resistentes.

Recentemente, a LOE tem se tornado um procedimento para a determinação de doses de radiação absorvidas por materiais geológicos e arqueológicos com a finalidade de datar esses materiais. Neste processo as amostras são expostas no laboratório a uma fonte de luz com uma intensidade e comprimento de onda apropriada (luz azul 470 nm) e a luminescência do material durante esse processo é monitorada como uma função por tempo de estímulo [4].

Atualmente na dosimetria, a aplicação LOE é dominada pelo  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ , o qual pode ser considerado um material padrão nesse campo.

Nos últimos anos o Laboratório de Vidros e Datação da Fatec-SP realizou grandes avanços no desenvolvimento de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e outros materiais como  $\text{MgB}_4\text{O}_7$  dopados com terras raras para uso na dosimetria [5].

Em estudos recentes, verificou-se que o MgO possui  $Z_{\text{eff}} = 10,8$ , ou seja, é um material com  $Z_{\text{eff}}$  mais próximo a pele ( $Z_{\text{eff}} = 7,4$ ) do que o material padrão  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  cujo  $Z_{\text{eff}} = 11,3$ . Isso faz com que este material já apresente uma vantagem em relação ao  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$  [6].

Assim, com o propósito de aumentar o número de materiais para uso na dosimetria por LOE e continuar os avanços nessa área, o presente trabalho apresenta um estudo sobre a sinterização e a caracterização luminescente de MgO dopado com cobre e térbio para uso na dosimetria por LOE. Foram utilizados térbio e cobre, uma vez que o primeiro, por ser uma terra rara, possui propriedades luminescentes interessantes no espectro visível e já o segundo que por ser um elemento metálico, apresenta uma intensa luminescência na região UV [7].

## 1.1 Objetivos específicos

- Produção de MgO através da técnica de evaporação
- Dopagem de MgO com térbio e cobre
- Estudo das propriedades luminescentes de MgO:Tb e MgO:Cu através de técnicas de caracterização: Difração de raios x, Termoluminescência, Espectro TL e medidas LOE.
- Produção do filme dosimétrico MgO:Tb/Polímero.

## 1.2 Organização do trabalho

O presente trabalho está dividido em oito partes. Após esta introdução, tem-se a segunda parte que apresenta todo o fundamento teórico da LOE e TL, assim como a característica do material em estudo MgO, dos dopantes utilizados térbio e cobre, do filme polimérico e das resinas utilizadas para a confecção do dosímetro.

Na terceira parte, se encontra a metodologia utilizada neste trabalho e na quarta parte têm-se os resultados obtidos na forma de gráficos e discussão. Na quinta parte encontra-se a conclusão e a seguir, trabalhos futuros e a bibliografia na sétima parte.

Ao final deste trabalho, se encontra o anexo que contém o memorial de cálculos utilizado para a produção dos materiais luminescentes.

## 2 Desenvolvimento teórico

### 2.1 Dosimetria

Denomina-se dosimetria, a medida da dose de radiação absorvida pela matéria como resultado da interação desta com algum tipo de radiação ionizante, seja radiação- $\gamma$ , partícula- $\beta$ , raios x, radiação UV, etc. A dose de radiação absorvida é a energia por unidade de massa entregue ao material pela fonte radioativa. No entanto, na prática a dosimetria é a determinação da dose de radiação absorvida por algum meio de interesse que no caso é o dosímetro. Assim, a dose medida no dosímetro está relacionada com a dose absorvida do material irradiado. Tipicamente, medir a dose envolve medir algum fenômeno intrínseco do dosímetro como temperatura, carga eletrônica ou no presente caso, a intensidade luminescente, sendo esta, proporcional à dose absorvida [8].

No Brasil, a radiação ionizante possui muitas aplicações em diversas áreas, como por exemplo:

- Medicina, onde são utilizados os radioisótopos, devido à propriedade de emitirem radiações, tanto em diagnósticos como em terapias. O exemplo mais comum dessa aplicação é a utilização do iodo-131, que emite partícula  $\beta$  e radiação gama.
- Agricultura, onde é possível acompanhar insetos e o metabolismo de plantas através da absorção de um traçador radioativo.
- Indústria farmacêutica, onde fontes radioativas de grande porte realizam a esterilização de seringas, luvas cirúrgicas, gaze e material farmacêutico descartável em geral [9].
- Indústria alimentícia, onde os alimentos são submetidos a uma quantidade minuciosamente controlada de radiação ionizante, dessa forma, a irradiação desses alimentos pode impedir a multiplicação de microorganismos que causam a deterioração do alimento, tais como bactérias e fungos, através da alteração de sua estrutura molecular e também inibir a maturação de algumas frutas e legumes [10].

Com o avanço da tecnologia das aplicações das radiações ionizantes em diagnósticos e tratamentos médicos ou em outras áreas que envolvem a radiação, deve haver também uma constante evolução na radioproteção dos indivíduos que estão expostos a esta radiação. O indivíduo pode estar sob

risco ao receber quantidade de radiação acima dos limites estabelecidos. Assim, é de extrema importância que os métodos de detecção de radiação evoluam também, aumentando juntamente a precisão, exatidão, confiabilidade e praticidade no uso.

Todo indivíduo que estiver exposto a radiação ionizante, deve ser monitorado periodicamente em relação às doses de radiação recebidas. Uma forma de avaliar a dose de radiação recebida é feita através da utilização de monitores individuais que são chamados de dosímetros [11].

Os dosímetros podem avaliar a dose de radiação pessoal e doses de regiões dentro do corpo (dosimetria *in vivo*) e dessa forma, podem determinar condições satisfatórias de trabalho a partir de estimativas das doses recebidas pelos indivíduos.

## **2.2 Termoluminescência e Luminescência Opticamente Estimulada**

A Termoluminescência é a luminescência emitida por um material isolante ou semicondutor previamente irradiado após aquecimento.

Enquanto que, a luminescência opticamente estimulada é a luminescência emitida por um material isolante ou semicondutor previamente irradiado após estimulação por algum comprimento de onda apropriado.

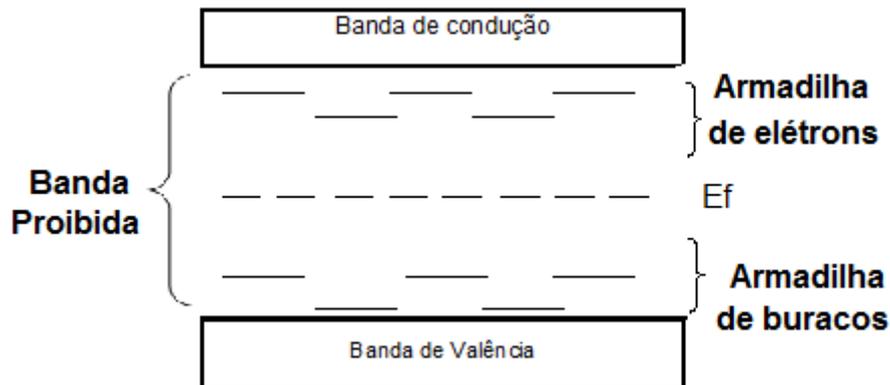
O fenômeno retrata o que ocorre com os elétrons que estão na última camada da eletrosfera, quando um material absorve radiação ionizante (radiação- $\gamma$ , partícula-  $\beta$ , raios x, radiação UV, etc). Assim que o material recebe radiação, os elétrons deixam a banda de valência rumo a banda de condução e então são armadilhados em armadilhas localizadas na banda proibida (BP).

Para que a luminescência ocorra, o material deve ser estimulado, por exemplo, com a incidência de luz com um determinado comprimento de onda (LOE) ou através do aquecimento (TL).

A luminescência pode ser explicada através da teoria de bandas de energia para os sólidos.

Em uma rede cristalina os níveis de energia de um átomo isolado se desdobram para formar bandas de energia, separadas por bandas proibidas, isto é, onde nenhum elétron pode ocupar, a não ser que haja defeitos no material. Os defeitos pontuais dão origem aos níveis de energia localizados na banda proibida, uma vez que estes interferem na periodicidade da rede,

ocasionando os níveis de energia com a possibilidade de capturar elétrons e outros buracos, deixados pela saída dos elétrons (figura 1) [12].

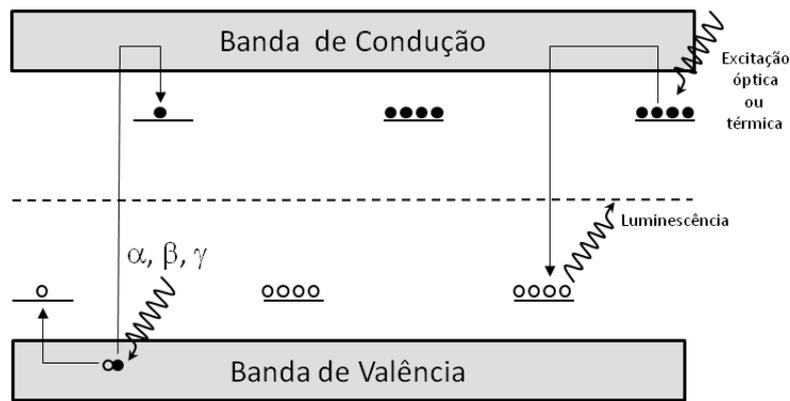


**Figura 1:** Representação dos níveis de energia das armadilhas de elétrons e buracos.

As bandas de menor energia são mais estreitas que as de maior energia, isso ocorre porque os elétrons que ocupam as bandas de menor energia estão mais próximos do núcleo atômico.

O processo de luminescência ocorre quando um elétron da banda de valência (BV) é excitado por uma radiação ionizante, fazendo com que o elétron absorva energia suficiente para pular para a banda de condução (BC). Ao voltar para a BV, o elétron emite um fóton com frequência  $\nu = E_g/h$ , onde  $E_g$  se refere ao valor de energia que deve ser fornecido para que o elétron se desloque da BV para BC, ou seja, se refere à energia de GAP, sendo  $\hbar$  a constante de Planck ( $\hbar = 6,63 \times 10^{-34}$  J.s ou 4,14 eV.s). Ao invés do elétron voltar para a BV, este pode ser armadilhado em um estado metaestável ou nível localizado dentro da BP formado pela presença de defeitos pontuais na rede cristalina.

Após estimulação térmica ou óptica estes elétrons armadilhados podem ser liberados para BC e então, recombinar com os buracos. Nesse processo verifica-se a emissão de luminescência do material, que é proporcional à dose de radiação absorvida (figura 2).



i) Ionização      ii) Armazenamento      iii) Excitação

**Figura 2:** Esquema de bandas de energia para visualizar o processo TL ou LOE.

## 2.3 Óxido de Magnésio

O óxido de magnésio possui fórmula empírica  $MgO$  e é formado por uma ligação predominantemente iônica (73% de caráter iônico) entre o átomo de magnésio e átomo de oxigênio. O  $MgO$  é higroscópico na natureza e cuidados devem ser tomados para protegê-lo da umidade.

Esta substância apresenta massa molar igual a  $40.3044 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ , ponto de fusão de  $2852^\circ\text{C}$ , ponto de ebulição de  $3600^\circ\text{C}$ , densidade igual a  $3.58 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$  e módulo de Young igual a  $207 \text{ GPa}$  [13].

Devido às suas características físico-químicas o óxido de magnésio pode ser utilizado em diversas aplicações, tais como bactericida, fungicida, anti-chamas em tintas, plásticos, borracha e silicone, refratários devido à elevada resistência mecânica, química e capacidade refratária em cimentos [14].

O  $MgO$  é um mineral sólido branco que ocorre naturalmente como periclásio, encontrado em calcários metamórficos magnesianos formados em ambiente de alta temperatura [15].

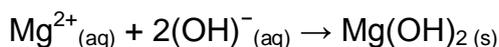
Industrialmente,  $MgO$  pode ser obtido através da calcinação controlada do minério de Magnesita ( $MgCO_3$ ) ou da precipitação de hidróxido de magnésio ( $Mg(OH)_2$ ).

Os maiores depósitos de magnesita estão na Turquia, China e Rússia. A magnesita pode conter uma variedade de impurezas como ferro, manganês, cálcio e sílica. Após a mineração, o minério passa por tratamentos mecânicos como cominuição, classificação, lavagem, separação magnética e separação

de materiais hidrofóbicos dos materiais hidrofílicos. Após a separação de impurezas, o  $\text{MgCO}_3$  é calcinado em temperaturas acima de  $1700^\circ\text{C}$ , ocorrendo a seguinte reação:



Outra forma de se produzir  $\text{MgO}$  é através da água do mar. Cerca de 60% da produção de  $\text{MgO}$  dos Estados Unidos utiliza esta fonte para produção do material e isto pode ser explicado pelo fato de haver 1,28 g de  $\text{Mg}^{2+}$  por quilograma de água do mar. O processo mais importante para a produção de  $\text{MgO}$  através da água do mar é a precipitação de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  a partir de soluções de sal de magnésio por uma base forte:



O  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  precipitado é lavado, filtrado e calcinado para produzir  $\text{MgO}$  [16].

Até o presente momento, não há publicações relacionadas a este material na área da dosimetria no Brasil.

## 2.4 Térbio

O térbio, cujo símbolo químico é Tb, é um metal de transição interna. Este é o nono elemento da série dos lantanídeos e pertence ao grupo 3 da tabela periódica.

Apresenta massa atômica igual a  $158.9253 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ , ponto de fusão de  $1356^\circ\text{C}$ , ponto de ebulição de  $3230^\circ\text{C}$  e densidade igual a  $8,219 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ .

Este elemento foi descoberto em 1843 por Carl Gustav Mosander, que detectou o térbio como impureza no mineral "yttria" (óxido de ítrio -  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) na Suécia.

O térbio foi utilizado como dopante neste trabalho, pois apresenta propriedades luminescentes satisfatórias devido aos seus orbitais 4f incompletos e também porque emite luminescência no visível

## 2.5 Cobre

O cobre, cujo símbolo químico é Cu, é um metal de transição interna pertencente ao grupo I-B da tabela periódica, possui coloração vermelha discretamente amarelada com um brilho levemente opaco.

O Cobre apresenta massa atômica igual a  $63,55 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ , ponto de fusão de  $1038^\circ\text{C}$ , ponto de ebulição a  $2927^\circ\text{C}$  e densidade igual a  $8,9 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ .

Este elemento é usado como dopante em alguns materiais com propriedades luminescentes para a TL, como por exemplo LiF e  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$  [17].

## 2.6 Polietileno de Tereftalato (PET)

No Brasil o PET surgiu em 1988 sendo utilizado primeiramente na indústria têxtil.

O Polietileno Tereftalato é um poliéster, transparente, brilhante, leve, com bom desempenho de design e facilidade de moldagem que proporciona alta resistência mecânica (impactos) e química além de ter barreiras para gases e odores [18].

Este material possui ponto de fusão entre  $250^\circ\text{C}$  e  $270^\circ\text{C}$ .

A resina PET está em expansão no mercado de embalagens de refrigerante, substituindo cada vez mais outros tipos de embalagens, como o vidro, pois apresenta diversas vantagens na produção e transporte. Outros mercados de embalagens de PET como, por exemplo, envase de água mineral e óleo comestível, estão contribuindo para o aumento da quantidade de PET produzido.

Os processos usados para a síntese do PET variam entre duas a três etapas dependendo da aplicação do PET: a pré-polimerização, a policondensação e a polimerização ou policondensação no estado sólido.

A etapa da pré-polimerização consiste fundamentalmente na fabricação do bis-2-hidroxieterftalato, que é o monômero precursor do PET; mais conhecido pela sigla BHET.

Existem duas rotas principais para a promoção dessa etapa: a rota de esterificação direta do ácido tereftálico (TPA) com o etileno glicol (EG) e a rota de transesterificação do tereftalato de dimetila (DMT) com o etileno glicol (EG).

A rota de esterificação direta tornou-se mais atrativa recentemente, graças ao desenvolvimento de processos mais adequados à purificação do monômero TPA e tende a tornar o processo com DMT ultrapassado. Nesta rota a reação é heterogênea, autocatalítica e realizada numa faixa de temperatura que varia entre 240 e 260°C.

Na etapa da policondensação produz-se o PET a partir do aquecimento dos monômeros BHET produzidos na etapa anterior a 280°C. O PET produzido nesta etapa possui massa molar em torno de 33.000 g.mol<sup>-1</sup>, podendo ser utilizado para a fabricação de fibras têxteis.

Para aplicações que requerem elevado esforço mecânico e propriedades reológicas mais nobres, é ainda necessário conduzir a etapa de policondensação ou polimerização no estado sólido. Esta etapa ocorre a uma temperatura entre a transição vítrea e a temperatura de fusão e é usada para produzir PET com alta massa molar (>33.000 g.mol<sup>-1</sup>), como por exemplo, as embalagens de bebidas carbonatadas [19].

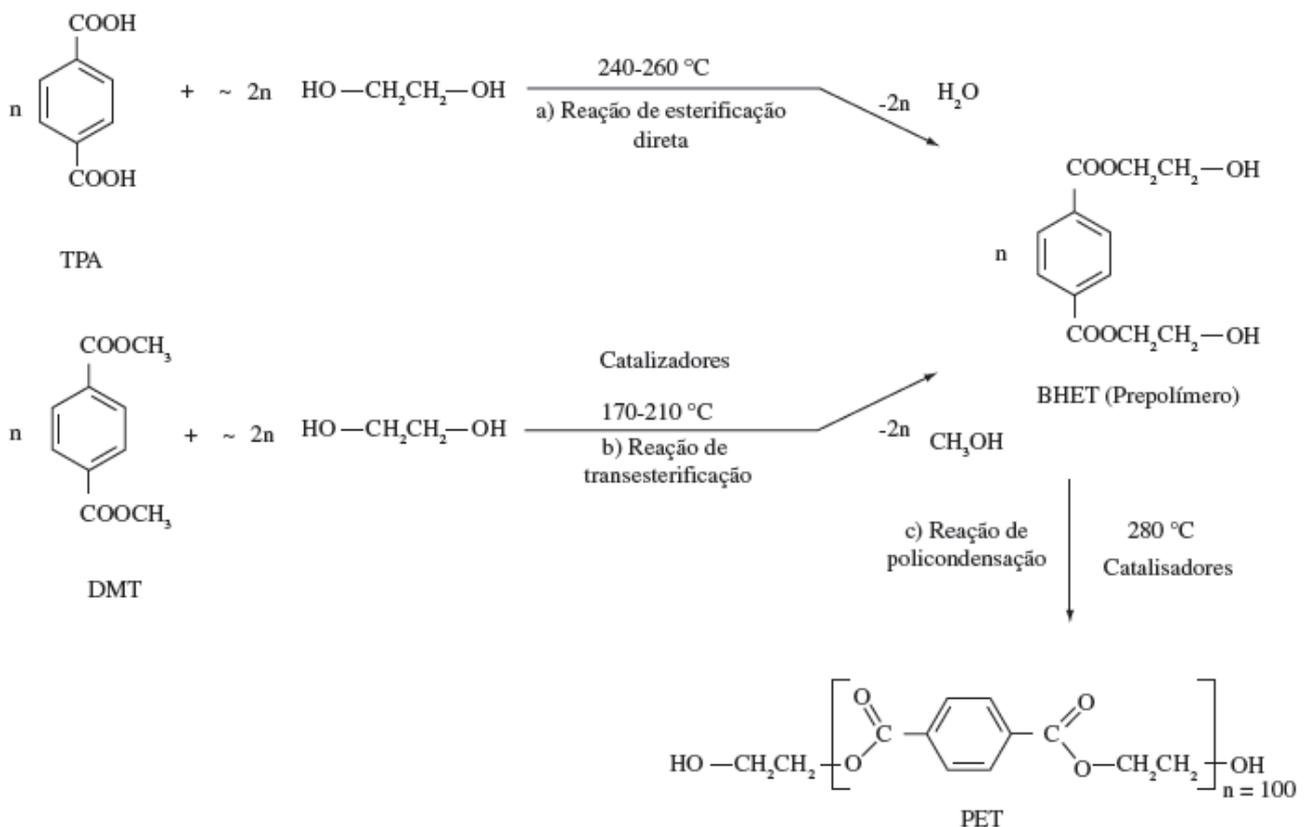


Figura 3: Métodos de preparação do PET.

## 2.7 Resinas

As primeiras tentativas comerciais de preparo da resina epóxi através da epicloridrina aconteceram em 1927 nos Estados Unidos.

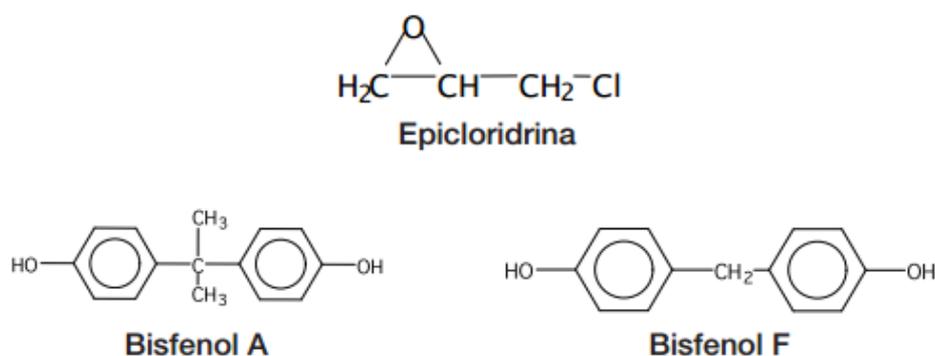
O mérito da primeira síntese de uma resina baseada no bisfenol A foi compartilhado entre o Dr. Pierre Castan da Suíça e o norte-americano Dr. S. O. Greenlee em 1936 [20].

Os sistemas de resina epóxi são misturas feitas de quantidades variáveis de vários componentes. Os principais componentes do sistema de resina epóxi são a resina epóxi e o agente de cura, também conhecido como endurecedor. Além disso, outros possíveis componentes do sistema de resina epóxi são os solventes, diluentes reativos e cargas.

As resinas epóxi são utilizadas em várias aplicações na indústria elétrica e eletrônica, como isoladores, encapsulantes, adesivos, etc. As resinas epóxi possuem alta rigidez dielétrica, alta dureza, excelente aderência, alta resistência química e podem ser aplicadas a temperatura ambiente ou curadas em estufa.

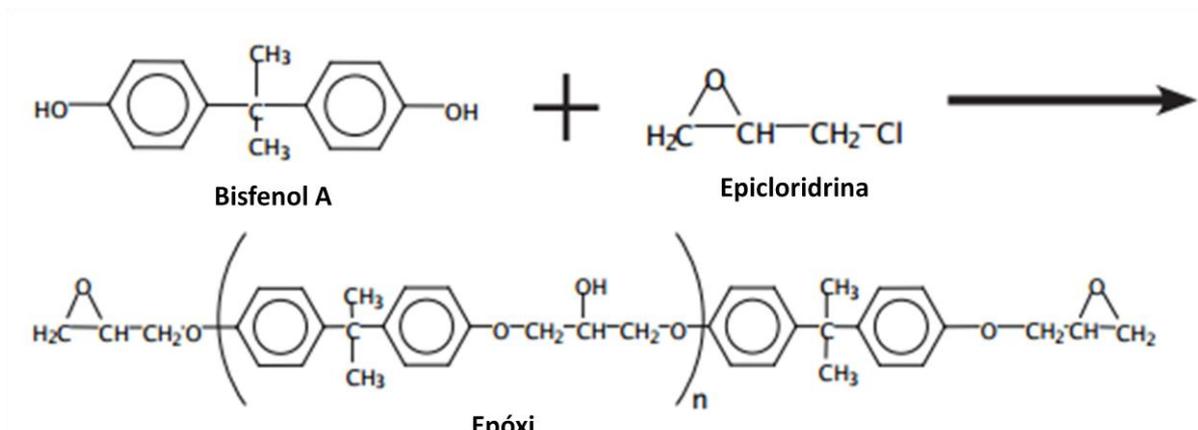
As resinas epóxi são extremamente versáteis. Depois de aplicadas e curadas as resinas epóxi são extremamente resistentes e impermeáveis, ficando os componentes encapsulados totalmente invioláveis, pois qualquer método mecânico, químico ou térmico para remover a resina com certeza irá destruir os componentes encapsulados antes.

As resinas epóxi são uma família de resinas sintéticas, incluindo produtos que variam de líquidos a sólidos. Elas são formadas pela reação de qualquer diol de alto peso molecular com epicloridrina. As resinas mais comuns são produzidas pela reação da epicloridrina com o bisfenol A ou bisfenol F. As estruturas para essas três moléculas são mostradas abaixo na figura 4.



**Figura 4:** Representação das moléculas de epicloridrina, bisfenol A e bisfenol F.

Tipicamente, epícloridrina e bisfenol A ou bisfenol F reagem junto para formar a epóxi (figura 5).



**Figura 5:** Reação entre bisfenol A e epícloridrina formando epóxi.

As resinas utilizadas neste trabalho possuem o nome comercial de 2001 – resina rígida e 2220 – resina flexível obtidas da marca Avipol. Ambas as resinas são a base de bisfenol A, sendo que a segunda resina possui dibutilftalato (DBP), um aditivo utilizado para tornar a resina maleável.

## 2.8 Agentes de Cura/Endurecedores

A finalidade do agente de cura epóxi ou endurecedor é formar ligações cruzadas com grupos da resina epóxi (grupos funcionais) para formar um polímero com reação completa ou curado. Do mesmo modo que há muitas resinas epóxi, há uma variedade de agentes de cura geralmente usados que contribuem para as características dos produtos finais.

Aminas são os agentes de cura mais comumente usados em sistemas de resina epóxi. Os agentes de cura amina estão em várias famílias químicas que incluem as aminas alifáticas, aminas cicloalifáticas e aminas aromáticas.

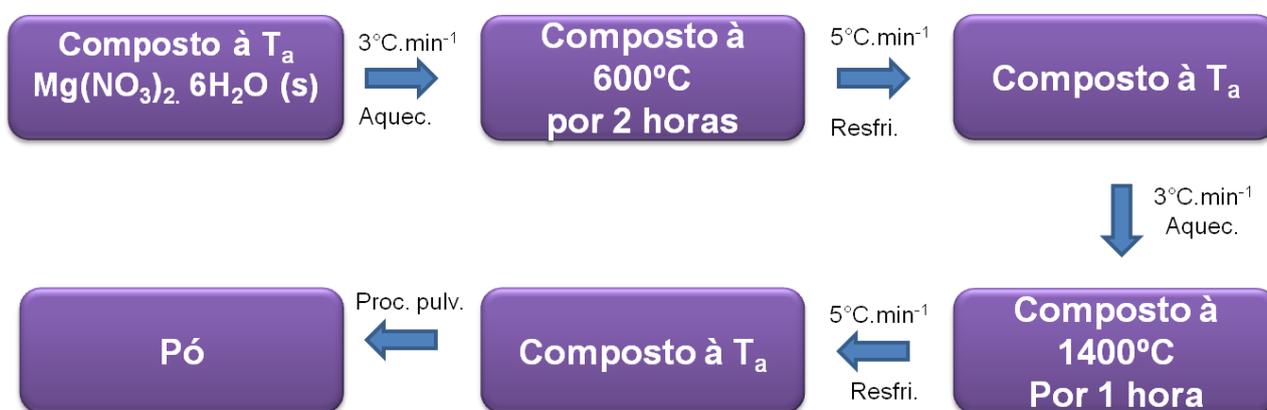
O endurecedor utilizado neste trabalho, também obtido da marca Avipol, consiste em uma amina cicloalifática.

### 3 Metodologia

Nesta parte, serão descritos todos os equipamentos utilizados e procedimentos realizados para a produção de MgO, MgO:Tb, MgO:Cu e filmes dosimétricos. Todos os cálculos estão presentes no anexo presente no final deste trabalho.

#### 3.1 MgO

A produção de MgO foi obtida através da técnica de pirólise. Esta técnica utilizou o precursor  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , sem grau de pureza definido, que foi colocado em um cadinho de porcelana e então levado ao forno mufla a  $600^\circ\text{C}$  durante 2 horas, após este processo o conteúdo foi transportado para um cadinho de alumina e passou por outro tratamento térmico a  $1400^\circ\text{C}$ , ambos tratamentos térmicos utilizaram uma rampa de aquecimento de  $3^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$  e resfriamento de  $5^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ . Após estes dois processos, a amostra foi moída usando um almofariz de ágata a fim de se obter uma granulometria uniforme (figura 6). O teor de pureza do composto obtido não foi determinado.



**Figura 6:** Fluxograma do preparo do pó de MgO através da técnica de pirólise.

### 3.1.1 MgO:Tb

Para a obtenção do MgO:Tb foram utilizados os seguintes precursores: MgO,  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , NaCl e  $\text{Tb}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .

As quantidades dos reagentes obedeceram às seguintes proporções:

90 mol% de MgO

10 mol% de  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

3 mol% de NaCl

0,1 mol% a 0,5 mol% de  $\text{Tb}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Para a produção do MgO:Tb os reagentes foram misturados e colocados em um cadinho de porcelana e então permaneceram no forno a 1000°C por 1 hora com uma taxa de aquecimento de 3°C.min<sup>-1</sup> e uma taxa de resfriamento de 10°C.min<sup>-1</sup>.

Após este tratamento, as amostras foram conformadas utilizando pastilhador com dimensões de 12 mm de diâmetro e 4 mm de espessura (figura 7), então transferidas para um cadinho de alumina para serem tratadas termicamente na temperatura de 1500°C por 1 hora. Após os tratamentos térmicos as amostras foram moídas utilizando um almofariz e pistilo de ágata e armazenadas para a realização das caracterizações.



**Figura 7:** Fluxograma do preparo do pó de MgO:Tb através da técnica de pirólise.



**Figura 8:** Pastilhas de MgO:Tb antes de serem desaglomeradas.

### 3.1.2 Filmes dosimétricos polímero/MgO:Tb

Para a produção dos filmes dosimétricos compósito polímero/MgO:Tb (0,1 mol% térbio) foram necessários os seguintes precursores:

MgO:Tb (0,1 mol% térbio) produzido anteriormente

Filme Radex; filme Filipaper

Resina 2001 da marca Avipol (resina rígida)

Resina 2220 da marca Avipol (resina maleável)

Endurecedor da marca Avipol.

Inicialmente foi produzida uma mistura de resina que foi feita na seguinte proporção: 0,5 resina 2001: 1,5 resina 2220: 1 endurecedor. Os respectivos precursores foram pesados em uma balança analítica e misturados com uma espátula em um copo plástico.

A amostra de MgO:Tb (0,1 mol% térbio) foi adicionada à mistura previamente preparada em duas proporções; primeira proporção: 1 mistura : 1 MgO:Tb e segunda proporção: 1 mistura: 0.5 MgO:Tb. A seguir, o conteúdo do copo foi misturado novamente com uma espátula e a mistura final foi obtida.

Foram utilizados dois tipos de filmes poliméricos (PET – polietileno de tereftalato) com os nomes comerciais Radex e Filipaper, que foram cortados em retângulos nas dimensões 2 cm x 4 cm.

Os filmes dosimétricos compósitos foram produzidos através da deposição da mistura final de forma artesanal sobre os pedaços recortados anteriormente dos filmes Radex e Filipaper. Os filmes levaram três dias para secar.

### 3.1.3 MgO:Cu

Para a obtenção de MgO:Cu foram utilizados os seguintes precursores: MgO,  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ , NaCl e  $CuCl_2 \cdot 2H_2O$ .

As quantidades de reagentes obedeceram às seguintes proporções:

90 mol% de MgO

10 mol% de  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$

3 mol% de NaCl

0,2 a 1 mol% de  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

A produção do MgO:Cu foi realizada na mesma maneira e condições das amostras de MgO:Tb.

Inicialmente produziu-se MgO dopado com cobre nas concentrações entre 0,2 mol% e 1 mol% de cobre utilizando NaCl, parte de cada amostra foi reservada para a produção de pequenas pastilhas com 4,5 mm de diâmetro aproximadamente. Portanto, fez-se medidas nas amostras em pó e também em pastilha para estas concentrações.



Figura 9: Produção de MgO:Cu através da técnica de pirólise.

## 3.2 Equipamentos utilizados

### 3.2.1 Difratorômetro de raios x Rigaku Miniflex Spectrometer

A análise de difração de raios x foi feita utilizando o difratorômetro de raios x Rigaku Miniflex Spectrometer, que possui uma linha de radiação de cobre  $K_\alpha$  ( $\lambda=1,54060 \text{ \AA}$ ). A escala de varredura ( $2\theta$ ) usada foi de  $3^\circ$  a  $80^\circ$ .

A análise de difração de raios x foi feita para verificar se a amostra em pó produzida no laboratório através da técnica de pirólise era de fato MgO. A

medida de difração foi realizada no difratômetro Rigaku Miniflex Spectrometer citado anteriormente.



**Figura 10:** Rigaku Miniflex Spectrometer.

### **3.2.2 Daybreak 1100 Automatic TL/OSL System**

Algumas medidas de TL, LOE e a medida de espectro TL foram realizadas na Daybreak 1100 Automatic TL/LOE System equipada com um tubo fotomultiplicador padrão (PMT), sistemas de estimulação óptica (azul, verde e infravermelho) e um sistema de estimulação térmica.

As medidas TL feitas neste equipamento foram realizadas com uma taxa de aquecimento de  $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  até temperatura máxima de  $450^{\circ}\text{C}$  utilizando os filtros ópticos Schott BG-39, Corning 7-59 e U-340.

As medidas LOE feitas neste equipamento foram realizadas durante 600 segundos com estimulação de luz verde (532 nm) utilizando os filtros ópticos BG-39 e Corning 7-59. Foram utilizados 60 canais, levando 10 segundos de leitura para cada canal.

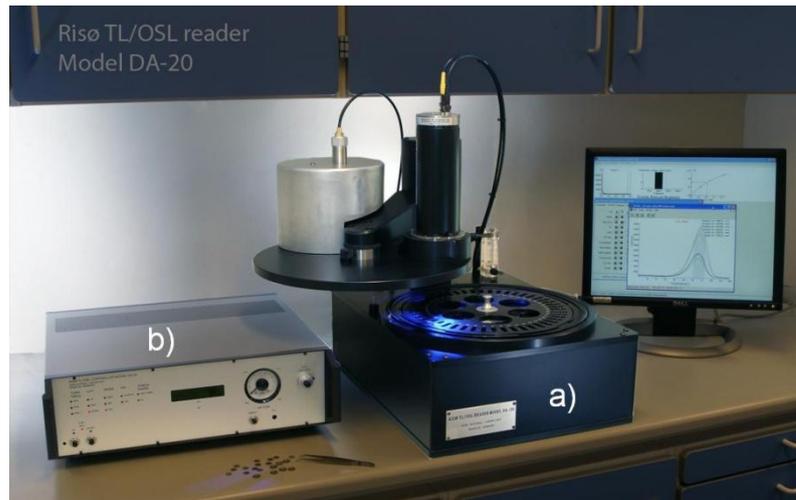


**Figura 11:** Daybreak 1100 Automatic TL/LOE System.

### 3.2.3 Riso OSL/TL DA – 20

O equipamento RISO OSL/TL DA - 20 está equipado com um tubo fotomultiplicador padrão (PMT), sistemas de estimulação óptica (azul e infravermelho), um sistema de estimulação térmica e uma fonte beta ( $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$  com 40 mCi) de irradiação interna.

Todas as medidas TL feitas neste equipamento foram realizadas com uma taxa de aquecimento de  $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ . Já, as medidas de LOE foram realizadas com luz azul (470 nm) durante 100 s usando o filtro óptico U-340 em frente da fotomultiplicadora.

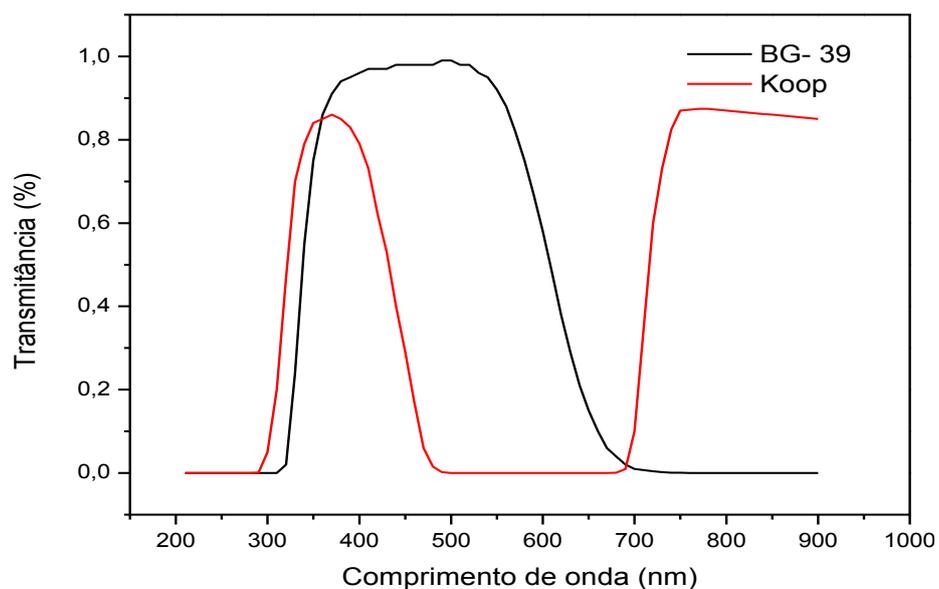


**Figura 12:** Equipamento Riso OSL/TL DA – 20.

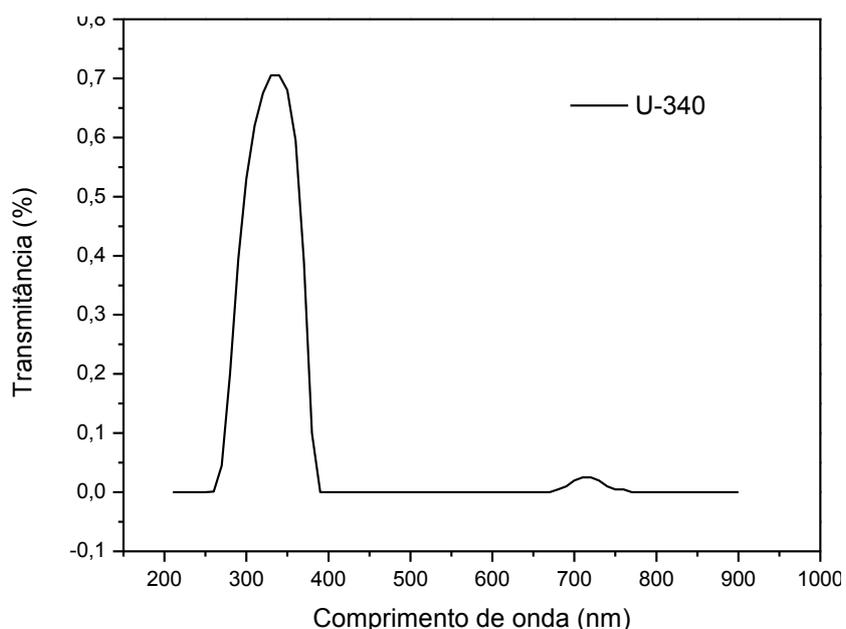
### 3.2.4 Filtros ópticos

Os filtros ópticos Schott BG-39, U-340 e Corning 7-59 (Koop) foram utilizados em frente à fotomultiplicadora dos equipamentos Riso OSL/TL DA – 20 e Daybreak 1100 Automatic TL/OSL para a realização das medidas TL e LOE das amostras de MgO:Tb e MgO:Cu.

Nas figuras a seguir são mostradas as transmitâncias dos filtros BG-39, Koop (figura 13) e U-340 (figura 14).



**Figura 13:** Transmitâncias do filtro óptico BG-39 e do filtro óptico Koop.



**Figura 14:** Transmitância do filtro óptico U-340.

### 3.2.5 Fluorímetro Cary Eclipse

Medidas de fluorescência nas amostras de MgO:Tb (0,1 mol%) foram realizadas no fluorímetro Cary Eclipse da marca VARIAN. Estas medidas foram realizadas com estimulação pulsada – “delay time” de 5 ms e a luminescência detectada entre os pulsos com “gate time” de 10 ms. O comprimento de onda utilizado para a excitação foi de 290 nm até 350 nm e a luminescência detectada na região entre 400 nm e 800 nm.

A medida de fluorescência fornece informações sobre os centros luminescentes do material.

Este equipamento juntamente com a Daybreak 1100 possibilitou a realização da medida de espectro TL, de forma que, foi utilizado o estímulo térmico do equipamento Daybreak acoplado ao fluorímetro através de uma fibra ótica.



**Figura 15:** Fluorímetro Cary Eclipse.

### **3.3 Caracterização dos filmes dosimétricos**

Para a produção de filmes dosimétricos de MgO:Tb/Polímero deste presente estudo foram selecionados filmes poliméricos previamente estudados.

Os filmes escolhidos possuem nomes comerciais de Filipaper e Radex e de acordo com medidas no infravermelho, estes filmes possuem a presença de Polietileno de Tereftalato (PET). O PET foi o filme polimérico escolhido devido às suas características como fina espessura e transparência [21].

Para que o material produzido MgO:Tb fosse aderido à superfície do filme polimérico foi utilizado dois tipos de resina e endurecedor.

Para que o compósito polímero/MgO:Tb se apresente como dosímetro, o compósito deve apresentar uma mistura homogênea. Para isso, analisou-se a homogeneidade e adesão da mistura feita.

### **3.4 Irradiação das amostras**

Para a realização das medidas TL, LOE e espectro TL das amostras, todas as amostras foram irradiadas utilizando duas diferentes fontes de irradiação, uma primeira fonte do tipo gamma (Co 60) pertencente ao Instituto de Pesquisas Energéticas Nucleares (IPEN - CTR) e outra fonte do tipo beta ( $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$  com 40 mCi), como citado anteriormente, acoplada ao equipamento Riso OSL/TL DA – 20.

## 4 Resultados e discussão

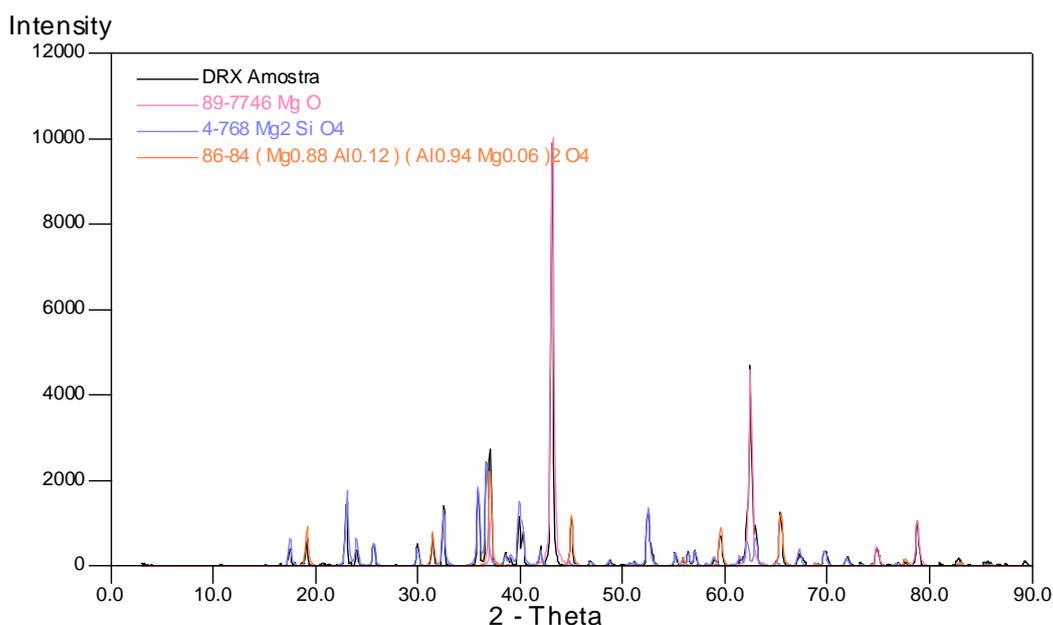
No primeiro item há uma breve discussão sobre a formação do MgO, enquanto que no segundo item, os resultados da TL, LOE (com estimulação azul e verde), espectro TL e fluorescência do MgO:Tb. Neste mesmo item também será abordada a confecção do dosímetro LOE do compósito polímero/MgO:Tb.

No terceiro item serão mostrados os resultados da TL obtidos das amostras de MgO:Cu com NaCl na forma de pó e pastilhas.

### 4.1 MgO

Para comprovar a produção e cristalinidade de MgO através da técnica de evaporação foi realizada a difração de raios x no material.

A figura 16 mostra o espectro da difração de raios x assim como a análise feita com o programa “Match”. Das análises, pode-se observar que grande parte do material produzido é MgO e uma pequena quantidade  $Mg_2SiO_4$  e  $(Mg_{0,88}Al_{0,12})(Al_{0,94}Mg_{0,06})_2O_4$ , estes dois últimos componentes devido a reação do material com o cadinho utilizado durante o processo de tratamento térmico em alta temperatura.



**Figura 16:** Difração de raios x da amostra de MgO produzido.

## 4.2 MgO:Tb

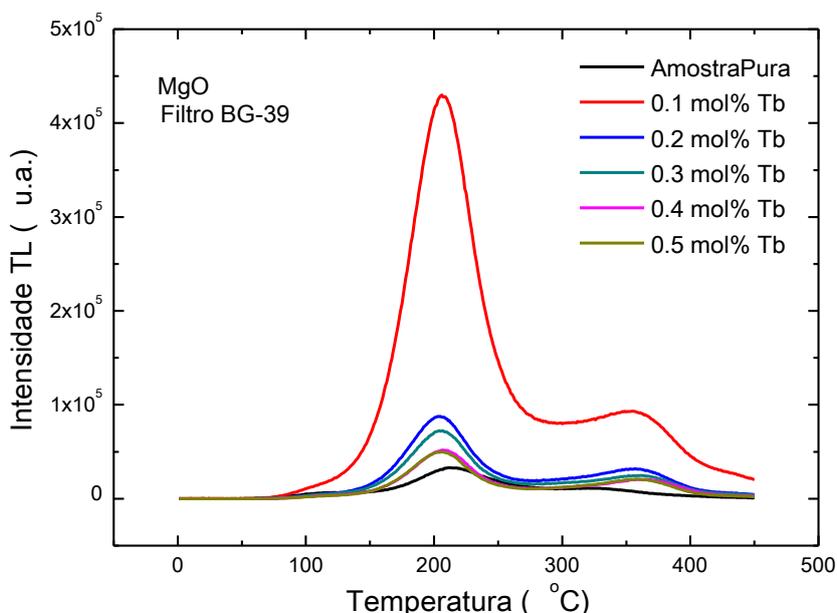
### 4.2.1 Medidas de termoluminescência

Medidas TL foram realizadas nas amostras de MgO dopadas com diferentes concentrações de térbio (0,1 a 0,5 mol%) previamente irradiadas com 5 Gy por uma fonte beta (equipamento RISO OSL/TL DA – 20) em 3 diferentes regiões do espectro visível utilizando filtros ópticos apropriados tais como BG-39, a combinação dos filtros ópticos BG-39 e Koop e U-340 mostrados nas figuras 17, 19 e 21 respectivamente. Em geral, as curvas TL mostram 2 picos bem definidos, o primeiro em  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  e outro em  $\sim 360^{\circ}\text{C}$ .

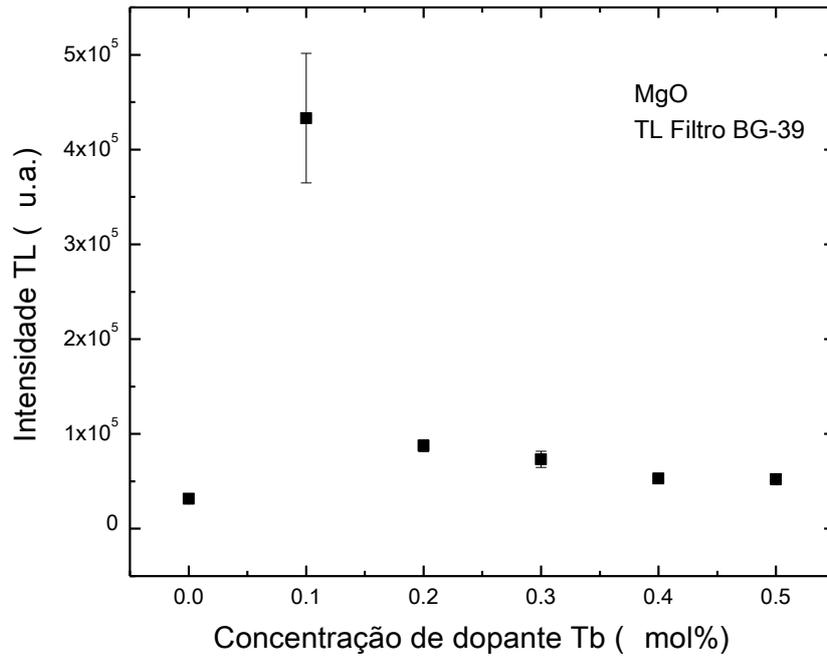
Gráficos da intensidade TL em função da concentração de térbio para os 3 diferentes filtros ópticos usados são mostrados nas figuras 18, 20 e 22.

Em todos os casos a amostra dopada com 0,1 mol% de térbio apresentou uma alta intensidade luminescente do pico de  $\sim 200^{\circ}\text{C}$ . Nota-se uma redução de quase 50% da luminescência nas curvas TL feitas com a combinação dos filtros ópticos BG-39 e Koop quando comparada com as curvas TL feitas com o filtro óptico BG-39.

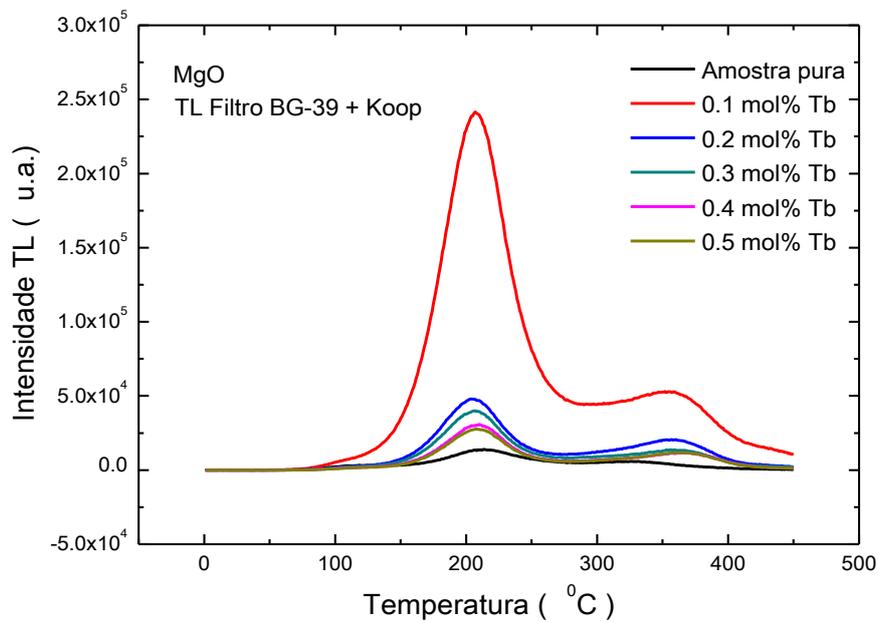
Para as curvas TL feitas com o filtro óptico U-340, foi observada uma expressiva redução na luminescência quando comparadas com as duas anteriores, indicando-nos assim que o MgO:Tb possui pouca luminescência na região UV.



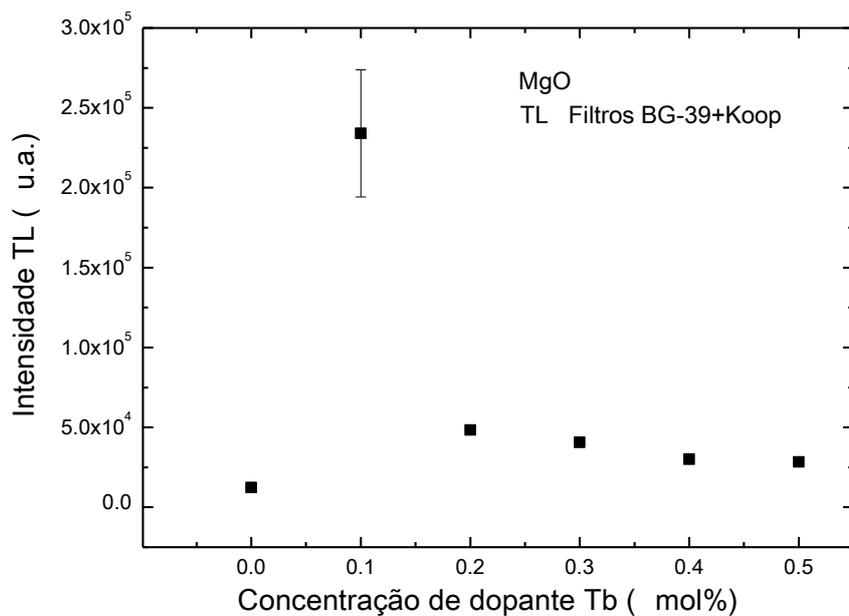
**Figura 17:** Amostras de MgO pura e dopadas com térbio em diferentes concentrações em mol%, irradiadas com 5 Gy e sua intensidade TL medida usando o filtro BG-39.



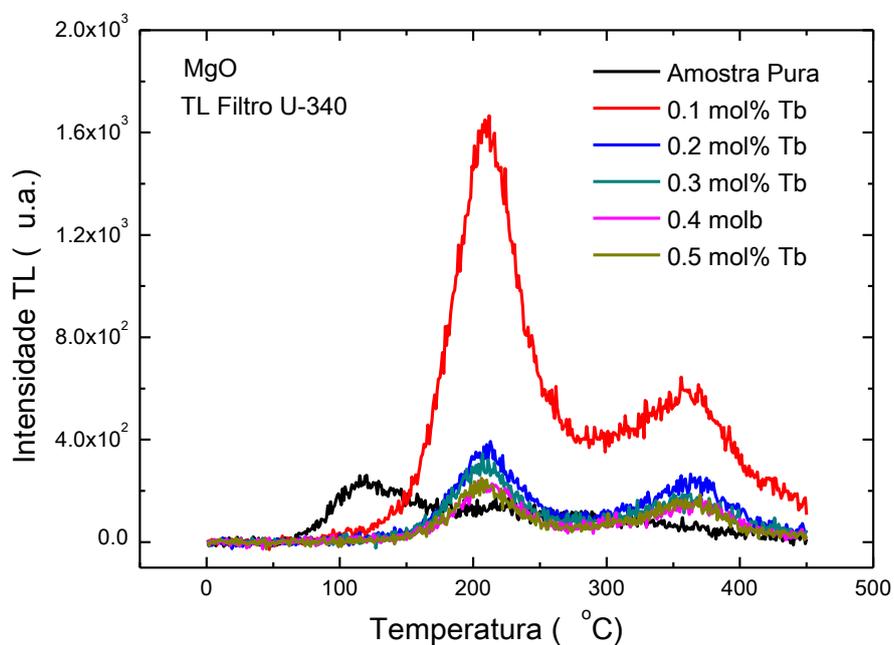
**Figura 18:** Representação da intensidade do pico TL de  $\sim 200^\circ\text{C}$  em função da concentração de térbio, utilizando o filtro óptico BG-39.



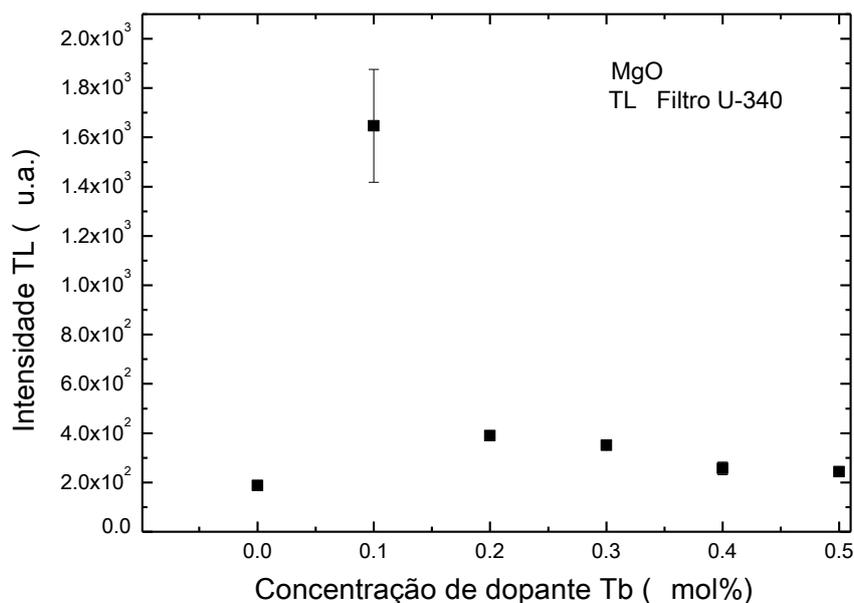
**Figura 19:** Amostras de MgO pura e dopadas com térbio em diferentes concentrações em mol%, irradiadas com 5 Gy e sua intensidade TL medida usando a combinação dos filtros ópticos BG-39 e Koop.



**Figura 20:** Representação da intensidade do pico TL de ~200°C em função da concentração de térbio em mol%, utilizando a combinação dos filtros ópticos BG-39 e Koop.



**Figura 21:** Amostras de MgO pura e dopadas com térbio em diferentes concentrações em mol%, irradiadas com 5 Gy e sua intensidade TL medida usando o filtro óptico U-340.

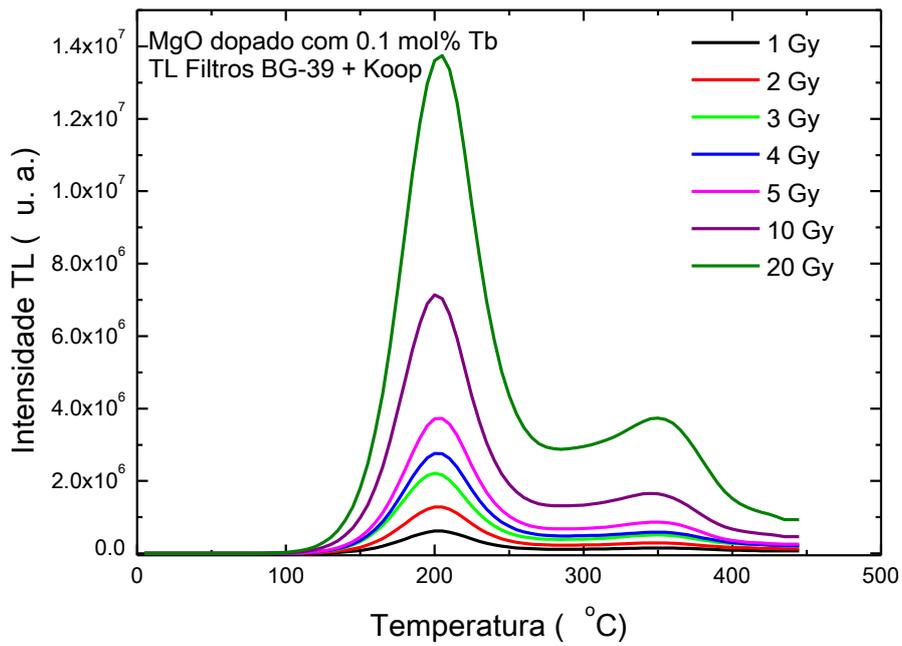


**Figura 22:** Representação da intensidade do pico TL de ~200°C em função da concentração de térbio em mol%, utilizando o filtro óptico U-340.

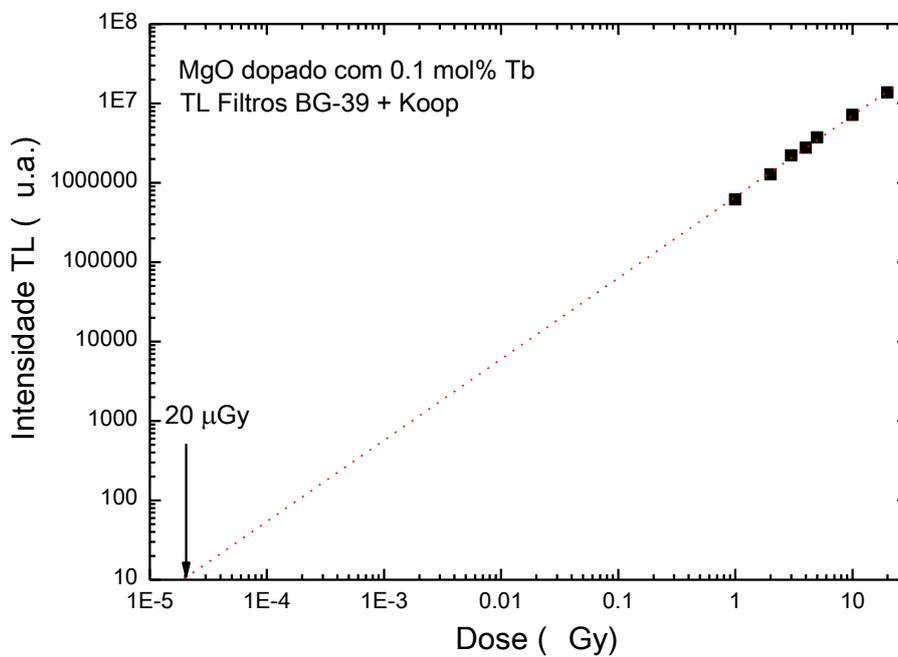
Usando a melhor amostra, isto é, aquela dopada com 0,1 mol% de térbio, foram realizadas medidas de TL para diferentes doses de radiação (1, 2, 3, 4, 5, 10 e 20 Gy) com a finalidade de avaliar o comportamento da amostra com as doses de radiação e encontrar a mínima dose de detecção (figura 23). Estas medidas foram realizadas no equipamento Daybreak utilizando taxa de aquecimento de  $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  e a combinação de filtros ópticos BG-39 e Koop e amostras irradiadas pela fonte gama.

O gráfico da intensidade TL do pico de ~200°C em função da dose de radiação é mostrado na figura 24. Observa-se que o pico TL apresenta um comportamento linear para as doses de radiação efetuadas.

Usando o mesmo gráfico, foi calculada a mínima dose de detecção interpolando a linha reta com o eixo da dose, considerando previamente  $3\sigma$  da média da leitura do sinal de uma amostra sem dose de radiação. Desta maneira, foi observado uma mínima dose de detecção de ~20  $\mu\text{Gy}$ , este valor é muito aceitável para uso na dosimetria das radiações seja na pessoal ou ambiental. Ao compararmos este valor com o valor de mínima dose de detecção do material padrão, percebeu-se que o MgO:Tb apresenta vantagem em relação a mínima dose de detecção do que o material padrão  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$



**Figura 23:** Amostras de MgO:Tb dopadas com 0,1 mol% de térbio e irradiadas com diferentes doses e sua TL medida usando os filtros ópticos BG-39 e Koop.

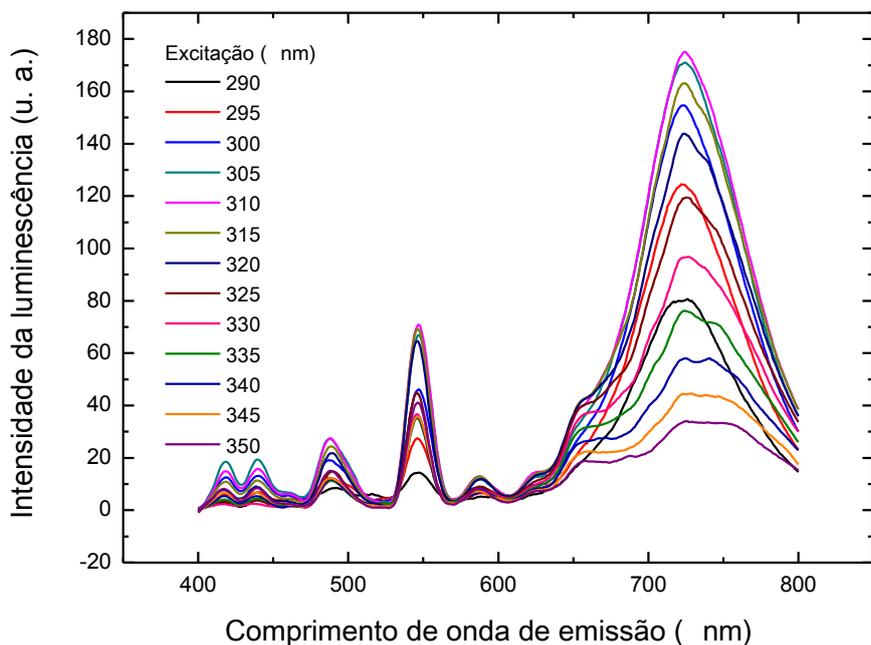


**Figura 24:** Representação da intensidade dos picos TL em  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  em função da dose de radiação absorvida.

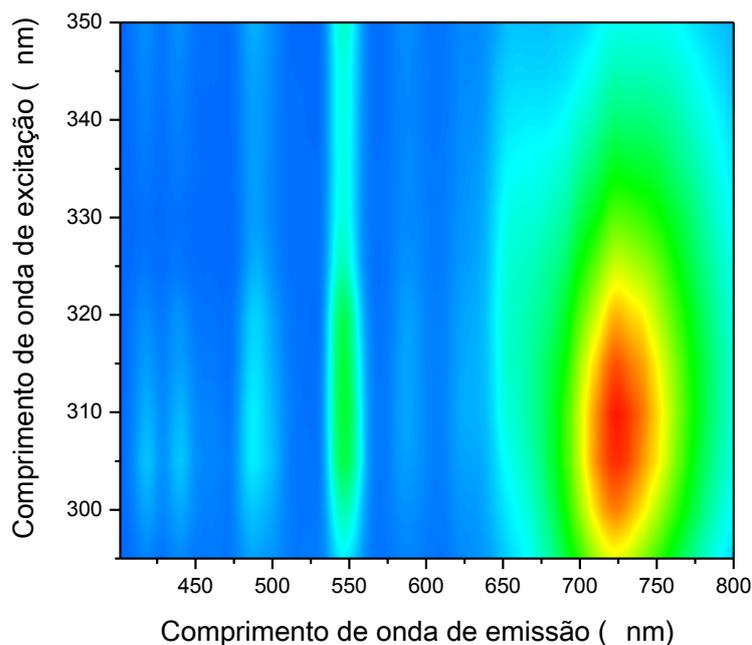
## 4.2.2 Fluorescência

Medidas de fluorescência foram realizadas na amostra de MgO:Tb (0,1 mol%) para nos fornecer informações sobre os principais centros luminescentes do material.

A figura 25 mostra a intensidade luminescente em função dos comprimentos de onda de emissão (400 a 800 nm) para diferentes comprimentos de excitação UV (290 a 350 nm) e a figura 26, a luminescência 2d do comprimento de onda de emissão em função do comprimento de onda de excitação da amostra de MgO:Tb (0,1 mol%). Em ambos os casos, são observados picos luminescentes entre 400 e 600 nm devido às transições eletrônicas do íon  $Tb^{3+}$  [22], [23] e um intenso pico luminescente na região entre 600 e 800 nm muito provavelmente proveniente dos defeitos do próprio material. Verificou-se que ao estimular o material com comprimento de onda de 305 nm há maior emissão de luminescência do material.



**Figura 25:** Intensidade luminescente obtida pela medida de fluorescência para diferentes comprimentos de excitação.

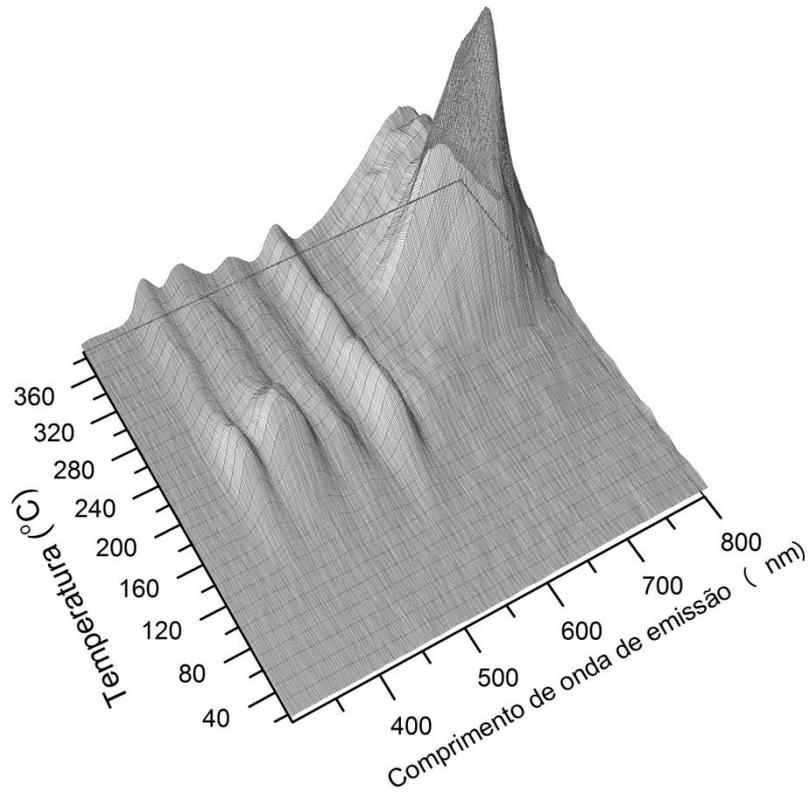


**Figura 26:** Fluorescência em 2d do MgO:Tb quando estimulado com diferentes comprimentos de onda.

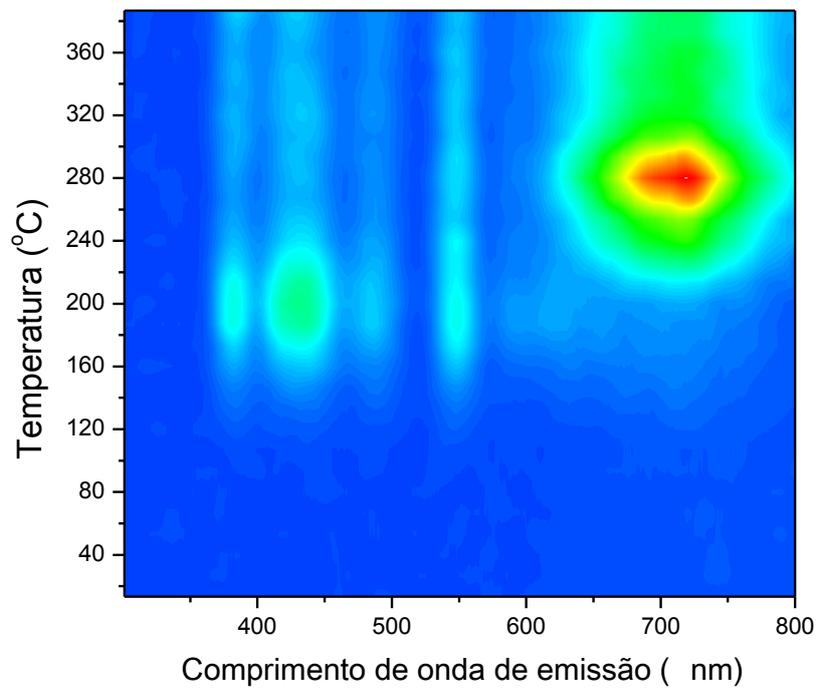
### 4.2.3 Espectro TL

Da mesma maneira que no caso da fluorescência, medidas do espectro TL foram realizadas na amostra de MgO:Tb (0,1 mol%) após irradiação com altas doses de radiação gama (83 kGy) também para verificar os centros luminescentes durante a leitura TL. Lembrando que na grande maioria dos casos, os centros luminescentes na TL são os mesmos na LOE.

Similar a fluorescência, o espectro TL da amostra apresenta vários picos luminescentes (figura 27 e 28) na região entre 350 e 600 nm devido às transições eletrônicas do íon  $Tb^{3+}$  [18] e novamente o pico entre 650 e 800 nm muito provavelmente, característico de alguns defeitos próprios do MgO provenientes das impurezas não determinadas das amostras e do tratamento térmico. Na região de temperatura entre 200°C e 240°C há somente a presença do picos luminescentes proveniente do  $Tb^{3+}$  e a partir de 240°C há também a presença do pico luminescente proveniente de defeitos próprios do MgO.



**Figura 27:** Espectro TL da amostra de MgO dopada com 0,1 mol% de térbio.



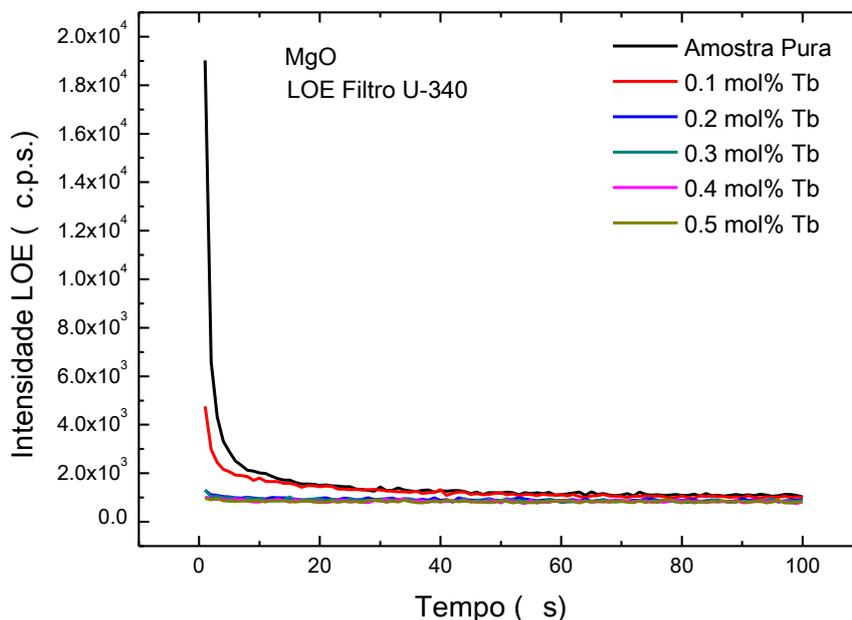
**Figura 28:** Espectro TL 2d da amostra de MgO dopada com 0,1 mol% de térbio.

#### 4.2.4 Medidas de luminescência opticamente estimulada – LOE

Medidas LOE feitas nas amostras de MgO dopadas com diferentes concentrações de térbio, previamente irradiadas com 5 Gy na fonte beta, usando estimulação azul (470 nm) e a detecção usando o filtro óptico U-340 (equipamento RISO OSL/TL DA – 20) são mostradas na figura 29. Todas as amostras com exceção da amostra pura e dopada com 0,1 mol% de térbio apresentaram um sinal extremamente baixo, similar ao obtido na TL usando o mesmo filtro óptico.

O alto sinal LOE apresentado pela amostra pura deve-se ao pico TL de  $\sim 120^{\circ}\text{C}$  mostrado na figura 21 já que esta apresenta um decaimento muito rápido. Embora o sinal LOE seja intenso, não é apropriado para dosimetria LOE já que apresenta “fading” ou diminuição da intensidade luminescente quando armazenada em temperatura ambiente.

Sendo assim, a LOE usando comprimento de onda azul (470 nm) e o filtro U-340 é inviável para uso na dosimetria das radiações.



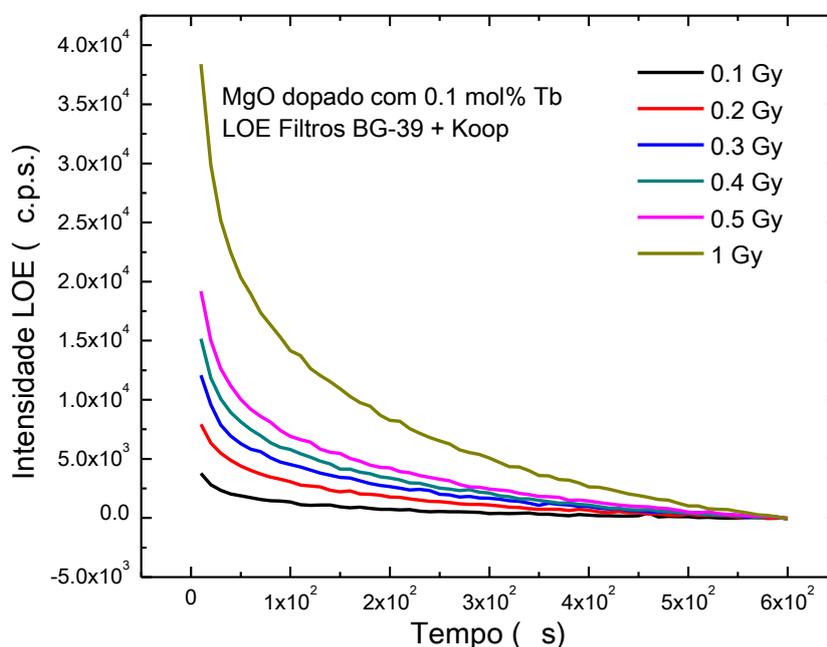
**Figura 29:** Amostras de MgO pura e dopadas com térbio em diferentes concentrações em mol%, irradiadas com 5 Gy e sua intensidade LOE medida usando o filtro U-340.

Medidas LOE foram também realizadas nas amostras de MgO:Tb (0,1 mol%) previamente irradiadas numa fonte gama entre 0,1 Gy e 20 Gy, durante 600 segundos utilizando desta vez estimulação óptica verde (laser de 532 nm) e

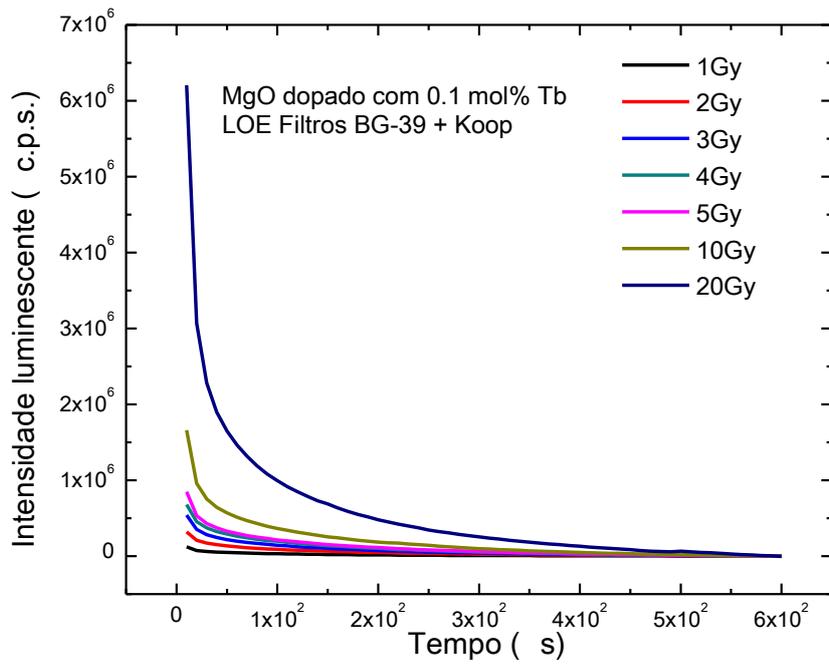
detecção na região de 330 a 480 nm usando a combinação de filtros ópticos BG-39 e Koop no equipamento Daybreak 1100 Automatic TL/LOE System. Estas medidas são mostradas nas figuras 30 e 31. Em todos os casos é observado um decaimento exponencial.

A intensidade do sinal LOE em função da dose de radiação é mostrada nas figuras 32 e 33. Similar ao caso da TL, também é observado um comportamento linear. A mínima dose de detecção foi calculada da mesma maneira que no caso da TL através da interpolação da linha reta com o eixo da dose, considerando  $3\sigma$  da média da leitura LOE de uma amostra sem dose de radiação, obtendo-se assim uma mínima dose de detecção de 2 mGy.

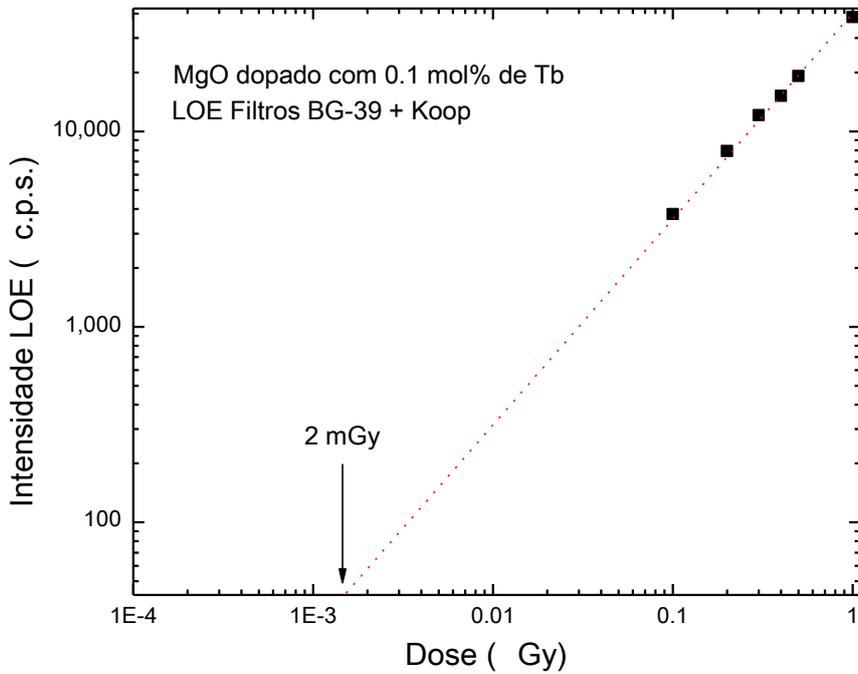
A mínima dose obtida pela TL é menor do que a dose mínima obtida pela LOE, devido principalmente a fonte de estimulação LOE não ser suficientemente potente para desarmadilhar os elétrons.



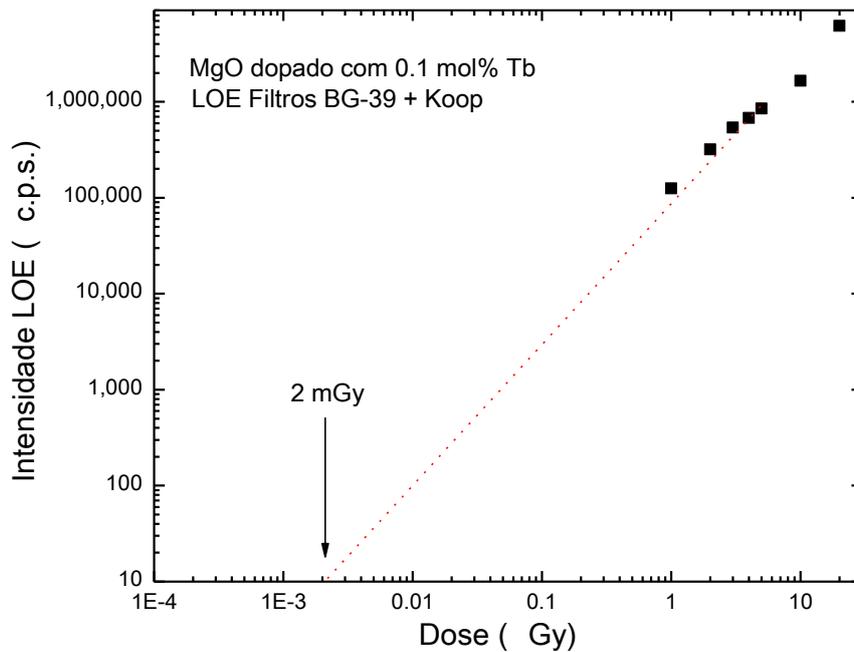
**Figura 30:** Amostras de MgO:Tb (0,1 mol%) irradiadas com 0,1 Gy a 1 Gy e sua LOE medida.



**Figura 31:** Amostras de MgO:Tb (0,1 mol%) irradiadas com 1 Gy a 20 Gy e sua LOE medida.



**Figura 32:** Representação da intensidade LOE em função da dose absorvida (0,1 Gy a 1 Gy).

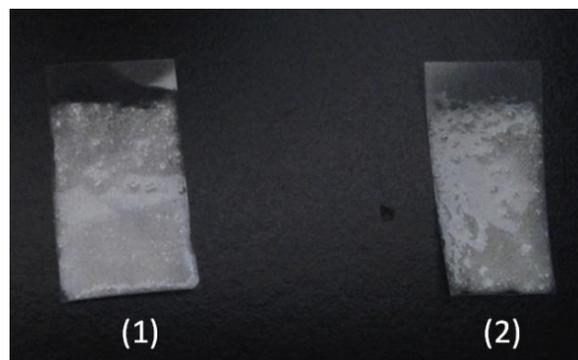


**Figura 33:** Representação da intensidade LOE em função da dose absorvida (1 Gy a 20 Gy).

### 4.3 Filmes dosimétricos polímero MgO:Tb (0,1 mol%)

Os filmes Radex e Filipaper apresentaram um ótimo resultado de homogeneidade e maleabilidade considerável para a proporção 0,5 MgO:Tb : 1 resina (figura 34).

A mistura polimérica resina/MgO:Tb se desgrudou facilmente do filme Filipaper e como se deseja uma boa adesão do compósito com o filme a fim de se obter um filme dosimétrico, o melhor filme a ser utilizado para o filme dosimétrico é o da marca Radex.



**Figura 34:** Filmes dosimétricos compósitos polímero/MgO:Tb (0,1 mol% Tb) (1) Filipaper e (2) Radex

## **4.4 MgO:Cu**

Decidiu-se dopar o MgO produzido com cobre a fim de analisar as propriedades luminescentes deste material, pois de acordo com a literatura, quando se usa cobre como dopante em algumas matrizes há emissão de luminescência na região UV e visível.

### **4.4.1 Medidas de termoluminescência**

Medidas TL foram realizadas nas amostras de MgO dopadas com diferentes concentrações de cobre entre 0,2 e 1 mol% conformadas em pastilhas utilizando o equipamento Riso OSL/TL DA-20 e os filtro ópticos BG-39, U-340 e a combinação de filtros ópticos BG-39 + Koop. Medidas de TL também foram realizadas nas amostras em forma de pó, porém utilizando somente o filtro óptico BG-39. Em todas as medidas TL foi utilizada uma taxa de aquecimento de  $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  até a temperatura de  $450^{\circ}\text{C}$ .

A leitura TL realizada nas amostras conformadas em pastilhas foi melhor do que a leitura realizada nas amostras em pó, no sentido de que as pastilhas possuem a mesma quantidade em massa de amostra e também a mesma área de superfície exposta à fotomultiplicadora (PMT) e desta maneira minimiza-se as variações nas leituras realizadas.

#### **4.4.1.1 Medidas TL realizadas nas pastilhas de MgO:Cu**

As amostras de MgO:Cu com diferentes concentrações de cobre em mol% foram conformadas em pastilhas (figura 35) utilizando um pastilhador, com 4,5 mm de diâmetro aproximadamente após sua produção descrita no item 3.1.3.

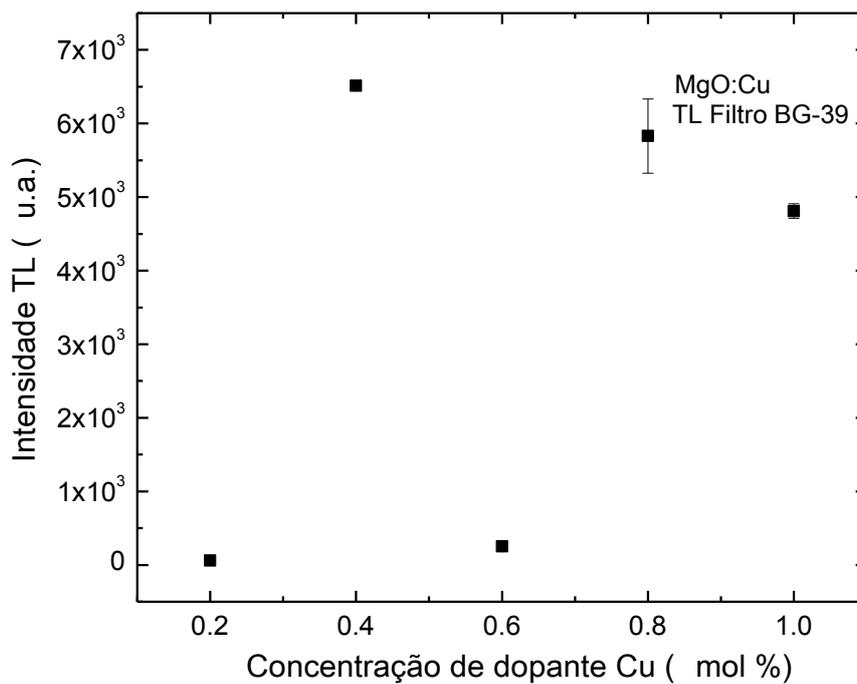


**Figura 35:** Pastilhas de MgO dopadas com diferentes concentrações de cobre em mol% utilizadas para medidas TL.

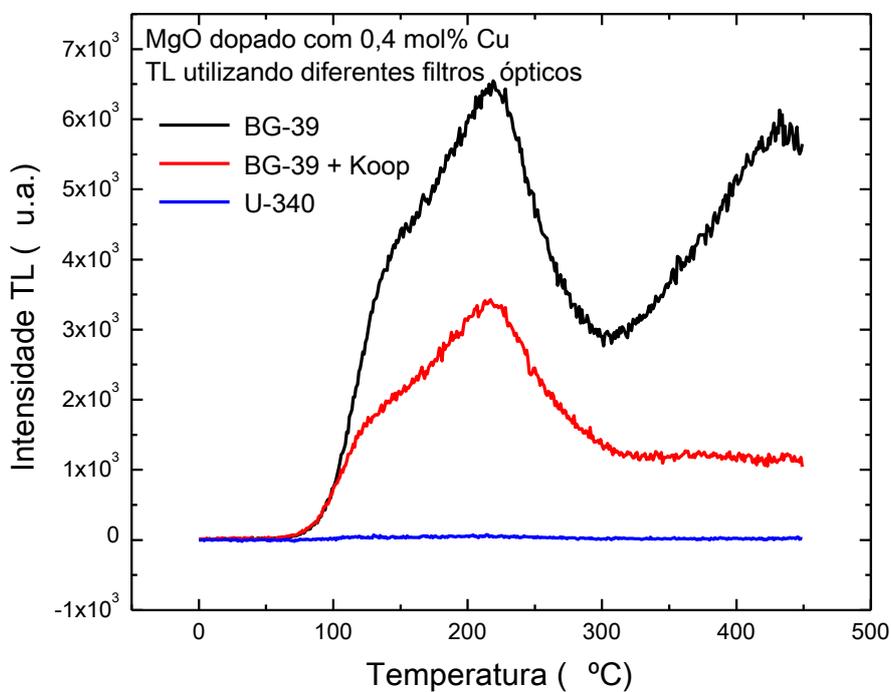
Inicialmente medidas TL foram realizadas nas amostras previamente irradiadas com 5 Gy na fonte beta usando o filtro BG-39. Na figura 36 é mostrado o gráfico da intensidade do pico TL de  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  em função da concentração de cobre. Do gráfico se pode observar que a amostra dopada com 0,4 mol% de cobre apresenta a maior intensidade luminescente.

Medidas TL utilizando o filtro óptico U-340 e a combinação dos filtros ópticos BG-39 e Koop também foram realizadas apenas na amostra dopada com 0,4 mol% de cobre (figura 37). Neste caso também é observado uma redução de quase 50% da luminescência para a combinação de filtros ópticos BG-39 e Koop quando comparada com a curva TL feita com o filtro BG-39. No caso do filtro óptico U-340, foi observada uma expressiva redução na luminescência quando comparada com os outros filtros, indicando-nos assim que o MgO:Cu possui pouca luminescência na região UV e que maior parte de sua luminescência está distribuída na região visível.

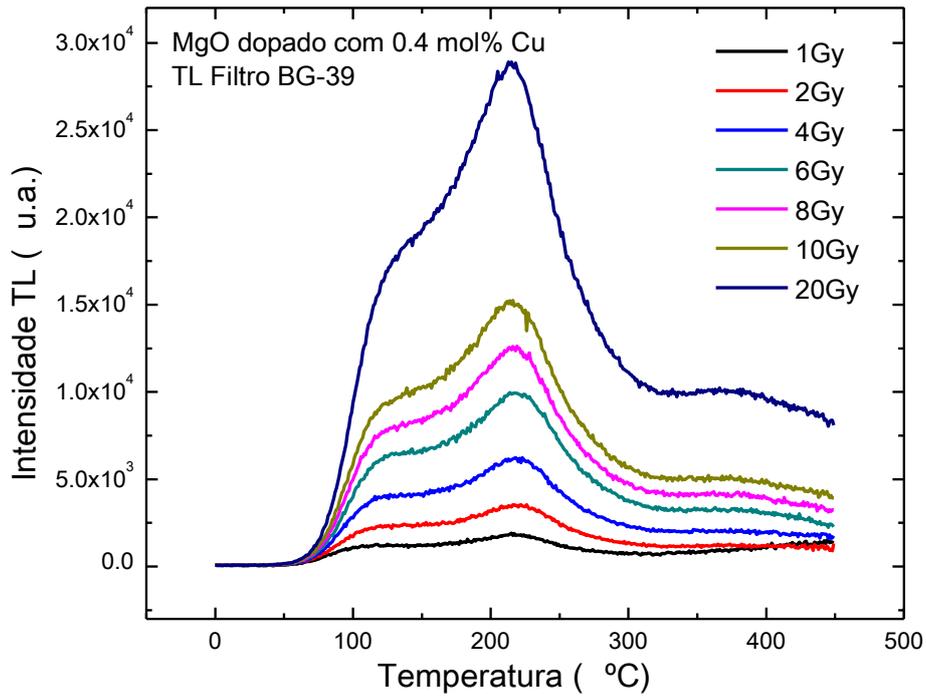
Após estes resultados, medidas TL foram feitas utilizando o filtro óptico BG-39 nas amostras de MgO:Cu (0,4 mol% cobre) previamente irradiadas com doses de radiação beta entre 1 Gy e 20 Gy novamente com a finalidade de observar o comportamento da luminescência da amostra para diferentes doses de radiação. Todas as curvas TL apresentaram três picos TL localizados em  $\sim 150^{\circ}\text{C}$ ,  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  e  $\sim 360^{\circ}\text{C}$  sendo o pico TL de  $200^{\circ}\text{C}$  o mais intenso (figura 38). O gráfico da intensidade TL do pico de  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  em função da dose de radiação é mostrado na figura 39. Na figura é observado um comportamento linear e uma mínima dose de detecção de 10 mGy, obtida após a interpolação da linha reta com o eixo da dose, considerando  $3\sigma$  da média da leitura do sinal de uma amostra sem dose de radiação.



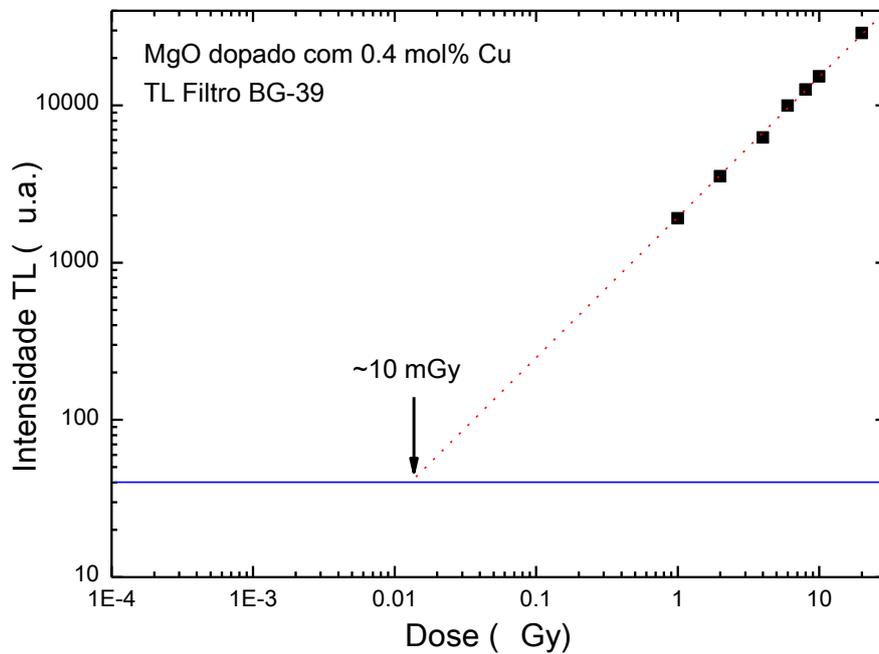
**Figura 36:** Representação da intensidade do pico TL de ~200°C em função da concentração de dopante cobre em mol% das amostras de MgO em forma de pastilhas, utilizando o filtro óptico BG-39.



**Figura 37:** Amostra de MgO dopada com 0,4 mol% de cobre em forma de pastilhas irradiadas com 5 Gy e sua TL medida utilizando diferentes filtros ópticos.



**Figura 38:** Amostras de MgO dopadas com 0,4 mol% de cobre na forma de pastilhas e irradiadas com diferentes doses e sua TL medida usando o filtro óptico BG-39.



**Figura 39:** Representação da intensidade dos picos TL em  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  em função da dose absorvida das amostras em pastilha de MgO dopadas com 0,4 mol% de cobre usando o filtro óptico BG-39.

#### 4.4.1.2 Medidas TL realizadas nas amostras de MgO:Cu em pó

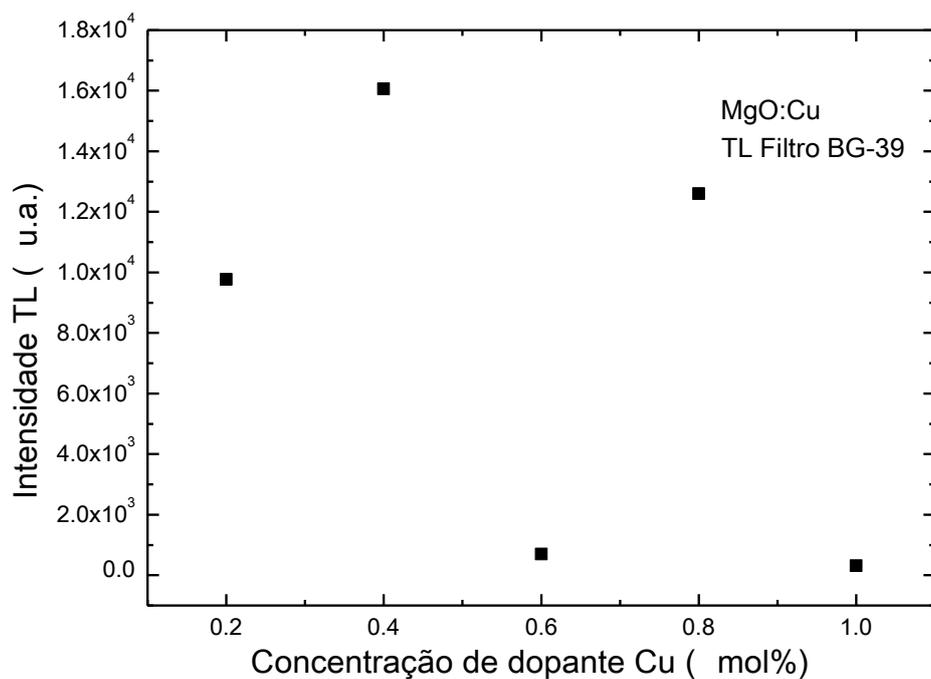
Como já foi mostrado no item anterior, a amostra de MgO:Cu em pastilha apresenta maior luminescência TL quando se utiliza o filtro óptico BG-39 em frente da multiplicadora. Assim utilizando este mesmo filtro óptico, medidas TL foram feitas nas amostras de MgO dopadas com diferentes concentrações de cobre na forma de pó (uma alíquota para cada concentração) previamente irradiadas com uma dose de 5 Gy (fonte beta).

A intensidade TL do pico de  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  em função da concentração em mol% de cobre é mostrado na figura 40.

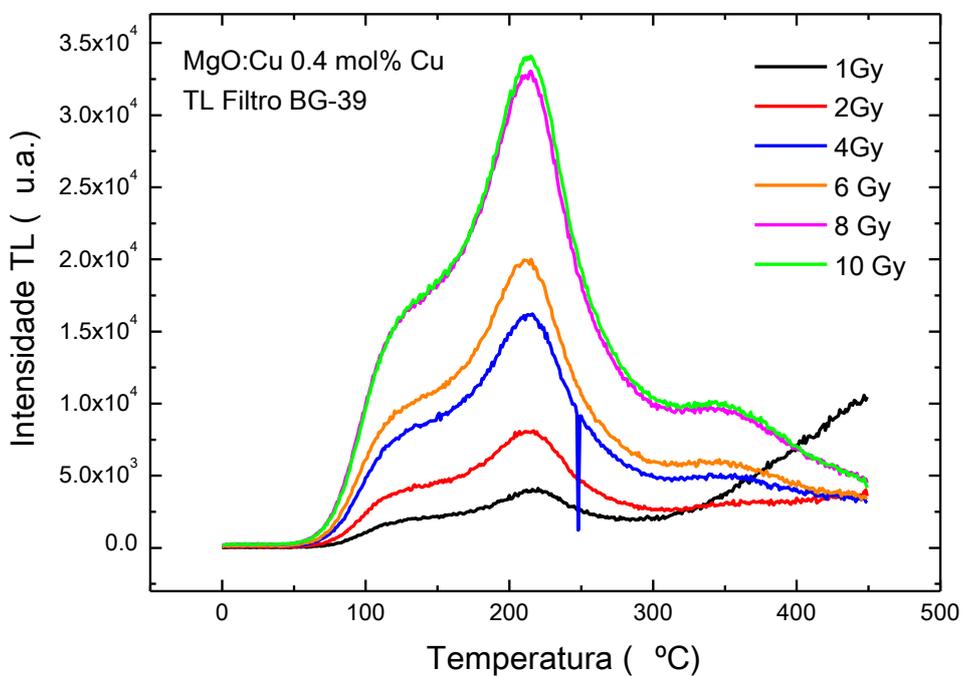
Assim como nas medidas TL feitas nas amostras em pastilhas, a amostra com maior intensidade TL do pico de  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  foi a amostra de MgO dopada com 0,4 mol% de cobre.

Usando esta amostra, foram feitas medidas de TL para diferentes doses de radiação beta entre 1 e 20 Gy novamente para verificar o comportamento do pico de  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  (figura 41).

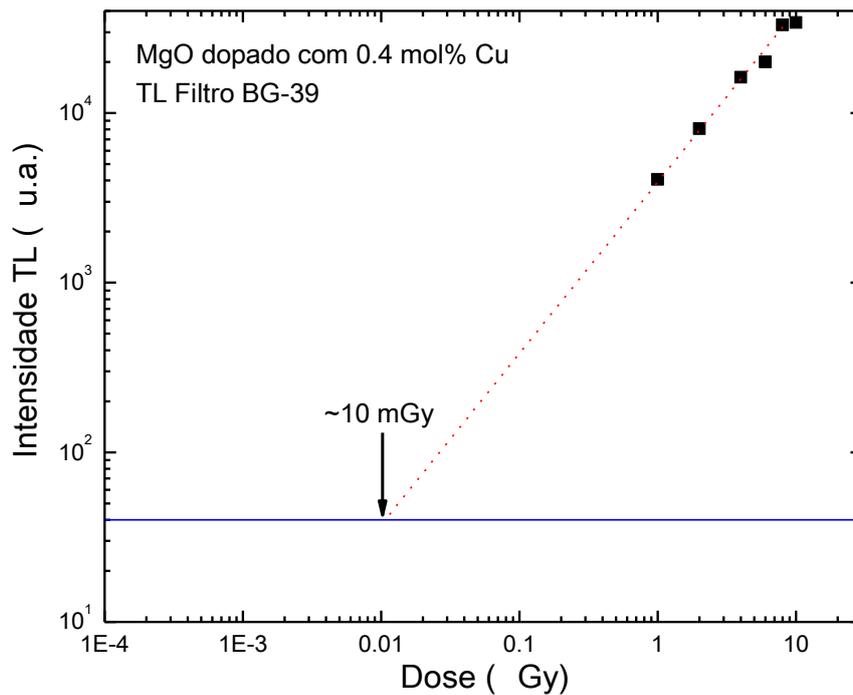
Todas as curvas TL apresentaram similaridade com as curvas TL das amostras em pastilha, isto é, três picos TL localizados em 150, 200 e  $360^{\circ}\text{C}$ . Já no caso do comportamento da intensidade TL do pico de  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  em função da dose de radiação foi observado linearidade só para as doses entre 1 e 6 Gy (figura 42), Isto ocorreu provavelmente devido a variação da massa das alíquotas usadas nas leituras TL. Nestas amostras foi observada uma mínima dose de detecção de 10 mGy, obtida após a interpolação da linha reta com o eixo da dose, considerando  $3\sigma$  da média da leitura do sinal de uma amostra sem dose de radiação.



**Figura 40:** Representação da intensidade do pico TL de ~200°C em função da concentração em mol% de cobre, utilizando o filtro óptico BG-39.



**Figura 41:** Amostras em pó de MgO dopado com 0,4 mol% de cobre, irradiadas com diferentes doses e sua TL medida usando o filtro óptico BG-39.



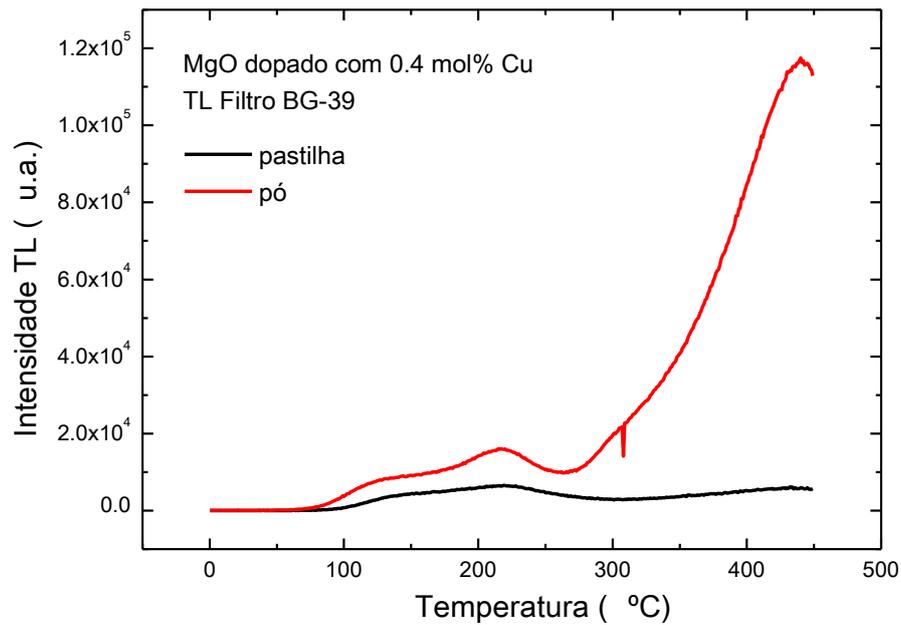
**Figura 42:** Representação da intensidade dos picos TL em  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  em função da dose absorvida das amostras em pó de MgO dopadas com 0,4 mol% de cobre usando o filtro óptico BG-39.

#### 4.4.1.3 Comparação das medidas TL das amostras de MgO:Cu em pó e em pastilha

Medidas TL das amostras de MgO:Cu (0,4 mol% cobre) na forma de pó e pastilha previamente irradiadas com 5 Gy na fonte beta e usando o filtro óptico BG-39 são mostradas na figura 43.

Das análises feitas, em ambas as curvas é observada uma redução de  $\sim 59\%$  da luminescência da amostra em pastilha quando comparada com a curva TL na amostra em pó. Esta diferença deve-se principalmente à distribuição da amostra nos discos utilizados para a medida de TL no equipamento. No caso das amostras em pó, estas foram distribuídas numa área maior no disco fazendo com que haja uma maior área de luminescência exposta à fotomultiplicadora. Já, a pastilha por ter um menor diâmetro, possui uma menor área exposta à fotomultiplicadora.

As intensidades luminescentes obtidas para as amostras de MgO dopadas com cobre não foram satisfatórias, pois de acordo com a literatura, apenas o cobre com número de oxidação +1 fornece intensidades luminescentes satisfatórias e muito provavelmente, o cobre utilizado na produção de MgO:Cu apresentava número de oxidação +2.

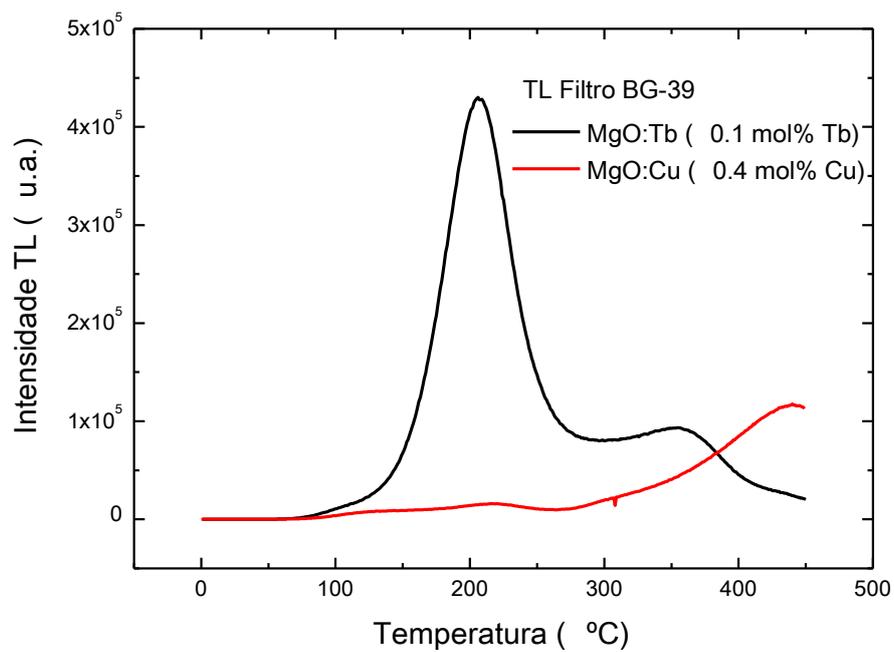


**Figura 43:** Amostras de MgO dopadas com 0,4 mol% de cobre em pó e em pastilha irradiadas com 5 Gy e sua intensidade TL usando o filtro óptico BG-39.

#### 4.5 Comparação das amostras de MgO:Cu e MgO:Tb

Medidas TL realizadas nas amostras em pó de MgO:Tb (0,1 mol% térbio) e MgO:Cu (0,4 mol% cobre), previamente irradiadas com 5 Gy (fonte beta) e utilizando filtro óptico BG-39 é mostrado na figura 44.

Uma redução de 97% da luminescência é observada na curva TL feita na amostra de MgO dopada com cobre (0,4 mol% cobre) quando comparada com curva TL feita na amostra de MgO dopada com térbio (0,1 mol% térbio).



**Figura 44:** Amostras em pó de MgO:Tb (0,1 mol% térbio) e MgO:Cu (0,4 mol% cobre) irradiadas com 5 Gy e sua intensidade TL usando o filtro óptico BG-39.

## 5 Conclusões

A produção de MgO, bem como de MgO:Tb e MgO:Cu foram obtidas com sucesso utilizando a técnica de evaporação, o que foi confirmado através da difração de raios x.

Todas as amostras de MgO:Tb apresentaram picos luminescentes em  $\sim 200^\circ\text{C}$  o que é muito bom para dosimetria. Dentre todas as amostras de MgO dopadas com diferentes concentrações em mol% de térbio, a amostra dopada com 0,1 mol% apresentou alta intensidade luminescente.

Segundo os resultados do espectro TL, a amostra de MgO dopado com térbio possui luminescência no espectro visível, apropriado para o uso na LOE com luz verde (532 nm).

Os resultados obtidos nas medidas de fluorescência e nas medidas de espectro TL apresentam os mesmos picos luminescentes provenientes das transições internas do íon  $\text{Tb}^{3+}$ .

As amostras de MgO dopadas com 0,1 mol% de térbio irradiadas com diferentes doses apresentaram um intenso pico luminescente em  $\sim 200^\circ\text{C}$ . Este material apresenta comportamento linear tanto para TL, quanto para LOE, ou seja, retrata proporcionalmente a dose absorvida, o que é uma ótima característica para a dosimetria.

A dose mínima dose de detecção obtida na pela amostra de MgO dopada com 0,1 mol% de térbio, de acordo com a leitura TL foi de  $\sim 20 \mu\text{Gy}$  e com a leitura LOE foi de  $\sim 2 \text{ mGy}$ .

O filme dosimétrico preparado de forma artesanal através da mistura das resinas 2220 e 2001 com endurecedor nas proporções 1,5:0,5:1 respectivamente, juntamente com MgO:Tb (0,1 mol% térbio) na proporção 0,5 MgO:Tb (0,1 mol% térbio):1 mistura foi a que apresentou maior homogeneidade de textura. Assim, pode-se dizer que é possível a confecção de um dosímetro para LOE de maneira eficaz e de forma artesanal.

A amostra de MgO dopada com 0,4 mol% de cobre utilizando NaCl como um dos precursores apresentou alta luminescência (pico TL  $\sim 200^\circ\text{C}$ ) dentre todas as amostras com diferentes concentrações em mol% de cobre.

A dose mínima de detecção obtida na amostra de MgO dopada com 0,4 mol% de cobre utilizando NaCl como um dos precursores foi de  $\sim 10 \text{ mGy}$ .

Comparando-se todas as amostras produzidas, a amostra de MgO dopada com 0,1 mol% de térbio apresentou a maior intensidade luminescente e a menor

dose mínima de detecção. Sendo assim, este é o material mais adequado ao uso na dosimetria.

## 6 Trabalhos futuros

- Analisar a reprodutibilidade com medidas LOE e TL das amostras de MgO:Tb
- Produção de novos dosímetros
- Novas análises de MgO:Cu com diferentes concentrações de cobre
- Análise química
- DTA
- Mudança no dopante das amostra de MgO:Cu

## 7 Bibliografia

- [1] V. V. Antonov-Romanovskii, I. F. Keirum-Marcus, M. S. Poroshina, Z. A. Trapeznikova, *Conference of the Academy of Sciences of the USSR on the Peaceful Uses of Atomic Energy*, Moscow, USAEC Report AEC-tr-2435 (Pt. 1), 239, 1956.
- [2] P. Braunlich, *Thermally Stimulated Relaxation in Solids*. In: Topics in Advanced Physics, 31, Springer, Berlin, 1979.
- [3] E. N. Sanborn, E. L. Beard, *Sulfides of strontium, calcium, and magnesium in infra-red stimulated luminescence dosimetry*, Proceedings of the First International Conference on Luminescence Dosimetry, Stanford, USAEC, 183-191, 1967.
- [4] L. Botter-Jensen, S. W. S. McKeever, A. G. Wintle, *Optically Stimulated Luminescence Dosimetry*, Elsevier Science, 2003.
- [5] Y.S. Kawashima, C.F. Gugliotti, M. Yee, S. H. Tatum, e J. C. Mittani J. C., Thermoluminescence Features of  $MgB_4O_7:Tb$  Phosphor. Radiation Physics and Chemistry, in press, 2013.
- [6] A. J. J. Bos, M. Prockic and J. C. Brouwer, *Optically and Thermally Stimulated Luminescence Characteristics of  $MgO:Tb^{3+}$* , Radiation Protection Dosimetry Advance, 119(1-4):130-3, 2006.
- [7] M. R. Rao, B. S. Rao, N. P. Rao, K. Somaiah, K. V. R. Murthy, *Thermoluminescence characteristics of  $MgB_4O_7:Mn$  and  $MgB_4O_7:Cu$  phosphors*, Indian Journal of pure & applied physics, 47, 456-458, 2009.
- [8] M. S. Akselrod, L. Botter-Jesen e S. W. S. McKeever, *Optically stimulated luminescence and its use in medical dosimetry*, Radiation Measurements, 41, 78-99, 2007.
- [9] E. M. Cardoso, *Aplicações da Energia Nuclear – Apostila Educativa, CNEN*
- [10] <http://www.cena.usp.br/irradiacao/irradiacaoalimentos.htm> acessado em Outubro de 2013.
- [11] L. F. Souza, *Produção e Caracterização de Dosímetros à base de Magnésio*. Dissertação submetida ao programa de pós-graduação em Física da Universidade Federal do Sergipe, como requisito para a obtenção do Título de Mestre em Física. São Cristóvão, Sergipe, 2012.
- [12] D. Halliday, R. Resnick e J. Walker, *Fundamentos de Física – Óptica e Física Moderna*, LTC, 4, 280-281, 2007.

- [13] <http://www.mindat.org/min-3161.html> acessado em Julho de 2013.
- [14] <http://www.nanum.com.br/interna.php?area=subproduto&idIdioma=1&idSubProduto=65> acessado em Julho de 2013
- [15] <http://www.magnesita.com.br/minerais/oxido-de-magnesio> acessado em Julho de 2013
- [16] B. Carter , G. Norton, *Ceramic Materials – Science and Engineering*, 1, 2007.
- [17] T. K. Gundurao, J. R. Sarwade, S. V. Moharil. *Correlated ESR, PL and TL studies on copper activated thermoluminescence dosimetry phosphors*. Radiation Effects and Defects in Solids. Vol 138, p. 177-184, 1996.
- [18] A. M. F. Lima, *Estudo da Cadeia Produtiva de Polietileno de Tereftalato (PET) na Região Metropolitana de Salvador como Subsídio para análise do ciclo de vida*. Monografia apresentada no curso de especialização em Gerenciamento e Tecnologias Ambientais na Indústria da Universidade Federal da Bahia, Bahia, Salvador, 2001.
- [19] W. Romão, M. Spinacé, M. Paoli, *Poli(Tereftalato de Etileno), PET: Uma Revisão Sobre os Processos de Síntese, Mecanismos de Degradação e sua Reciclagem*. Polímeros: Ciência e Tecnologia, 19, 121-132, 2009.
- [20] <http://www.krbr.com.br/resinaepoxi.php#http://www.krbr.com.br/imagens/produtos/00000087.jpg> acessado em Julho de 2013.
- [21] G. F. Domeni, *Filmes Dosimétricos Compósitos Polímeros/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Tb Para o Uso na Dosimetria LOE*. Monografia apresentada no curso de Tecnologia em Materiais - ênfase em Polímeros, Metais e Cerâmicos da FATEC-SP, como requerido parcial para obter o título de Tecnólogo em Materiais, São Paulo, São Paulo, 2011.
- [22] U. Caldino, A. Speghini, M. Bettinelli, *Optical spectroscopy of zinc metaphosphate glasses activated by Ce<sup>3+</sup> and Tb<sup>3+</sup> ions*. J.Phys.:Condens. Mater., 18: 3499, 2006.
- [23] M. A. Hongping , Z. H. U. Bangwen, Z. O. U. Fenglou. *Three-photon-excited fluorescence of Tb<sup>3+</sup> doped CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> glass by femtosecond laser irradiation*, Journal of Rare Earths, 26, 6, 928, 2008.

## ANEXO

### Memorial de cálculos

#### I. Amostras MgO:Tb

A seguir, encontram-se todos os cálculos realizados para a obtenção da massa necessária dos precursores a fim de se obter MgO dopado com diferentes concentrações em mol % de térbio.

#### I.I Massa atômica dos precursores e a quantidade em massa necessárias para a produção de MgO:Tb

**Tabela 1:** Precursores e suas respectivas massas molares e quantidades para a produção de MgO:Tb.

Precursores	Massa molar (g.mol <sup>-1</sup> )	Mol%
MgO	40,3	90
Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O	256,41	10
NaCl	58,44	3
Tb(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O	453,03	0,1 a 1

#### I. II Fórmula utilizada para os cálculos

$$n = \frac{\text{massa}}{\text{massa molar}} \quad [n] = \text{mols} \quad (1)$$

Para as amostras de MgO:Tb todas os cálculos foram realizadas a partir de 0,25g de MgO.

#### I.III Cálculos



0,25g MgO  $\longrightarrow$  a

$$a = 6.2035 \cdot 10^{-3} \text{ mols de MgO}$$

### **Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. 6H<sub>2</sub>O**

6.2035.10<sup>-3</sup> mols  $\longrightarrow$  90 mol%

b  $\longrightarrow$  10 mol%

$$b = 6,8928 \cdot 10^{-4} \text{ mols de Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$6,8928 \cdot 10^{-4} \text{ mols de Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{256.41 \text{ g de Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{1 \text{ mol de Mg(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = 0,1767\text{g}$$

de Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. 6H<sub>2</sub>O

### **NaCl**

6,2035.10<sup>-3</sup> mols  $\longrightarrow$  90 mol%

c  $\longrightarrow$  3 mol%

$$c = 2,0678 \cdot 10^{-4} \text{ mols de NaCl}$$

$$2,0678 \cdot 10^{-4} \text{ mols de NaCl} \times \frac{58.44\text{g de NaCl}}{1 \text{ mol de NaCl}} = 0,0121\text{g de NaCl}$$

### **Tb(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O**

6,2035.10<sup>-3</sup> mols  $\longrightarrow$  90 mol%

d  $\longrightarrow$  0,1 mol%

$$d = 6,8928 \cdot 10^{-6} \text{ mols de Tb(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$6,8928 \cdot 10^{-6} \text{ mols de Tb(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{453.03 \text{ g de Tb(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{1 \text{ mol de Tb(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = 0,0031\text{g de}$$

Tb(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O.

Dessa mesma forma, os valores em mol e massa de Tb(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O para as amostras dopadas com 0,2, 0,3, 0,4 e 0,5 mol% foram calculados e estão na tabela 2 a seguir.

**Tabela 2:** Valores de  $Tb(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$  utilizados para a preparação das amostras de MgO:Tb dopadas com diferentes concentrações.

Concentração de Tb (mol%)	Nº de mols	Massa de $Tb(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ (g)
0,1	$6,8928 \cdot 10^{-6}$	0,0031
0,2	$1,3786 \cdot 10^{-5}$	0,0062
0,3	$2,0678 \cdot 10^{-5}$	0,0093
0,4	$2,7571 \cdot 10^{-5}$	0,0124
0,5	$3,4464 \cdot 10^{-5}$	0,0155

## II. Amostras MgO:Cu

Da mesma forma que no item anterior, aqui se encontram todos os cálculos realizados para a obtenção da massa necessária dos precursores a fim de se obter MgO dopado com diferentes concentrações em mol% de cobre.

### II. I Massa atômica dos precursores e a quantidades em massa necessárias para a produção de MgO:Cu

**Tabela 3:** Precursores e suas respectivas massas molares e quantidades para a produção de MgO:Cu.

Precursores	Massa molar ( $g \cdot mol^{-1}$ )	Mol%
MgO	40,3	90
$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	256,41	10
NaCl	58,44	3
$CuCl_2 \cdot 2H_2O$	170,48	0,2 a 1

### II.II Cálculos

Para as amostras de MgO:Cu todas os cálculos foram realizadas a partir de 1 g de MgO.



e = 0,0248 mols de MgO

### **Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. 6H<sub>2</sub>O**

0,0248 mols → 90 mol%

f → 10 mol%

f = 2,7556.10<sup>-3</sup> mols de Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. 6H<sub>2</sub>O

2,7556.10<sup>-3</sup> mols de Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. 6H<sub>2</sub>O x  $\frac{256.41 \text{ g de Mg(NO}_3\text{)}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}}{1 \text{ mol de Mg(NO}_3\text{)}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}}$  = 0,7066 g de Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. 6H<sub>2</sub>O.

### **NaCl**

0,0248 mols → 90 mol%

g → 3 mol%

g = 8,2667.10<sup>-4</sup> mols de NaCl

8,2667.10<sup>-4</sup> mols de NaCl x  $\frac{58.44 \text{ g de NaCl}}{1 \text{ mol de NaCl}}$  = 0,0483g de NaCl

### **CuCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O**

0,0248 mols → 90 mol%

h → 0,2 mol%

h = 5.511.10<sup>-5</sup> mols de CuCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O

5,511.10<sup>-5</sup> mols de CuCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O x  $\frac{170.48 \text{ g de CuCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}}{1 \text{ mol de CuCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}}$  = 0,0094g de CuCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O

Dessa mesma forma, os valores em mol e massa de CuCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O para as amostras dopadas com 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 e 1 mol% foram calculados e estão na tabela 4 a seguir.

**Tabela 4:** Valores de  $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  utilizados para a preparação das amostras de  $\text{MgO}:\text{Cu}$  dopadas com diferentes concentrações.

<b>Concentração de Cu (mol%)</b>	<b>Nº de mols</b>	<b>Massa de <math>\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}</math> (g)</b>
0,2	$5,5112 \cdot 10^{-5}$	0,0094
0,4	$1,1022 \cdot 10^{-4}$	0,0188
0,6	$1,6534 \cdot 10^{-4}$	0,0282
0,8	$2,2045 \cdot 10^{-4}$	0,0376
1	$2,7556 \cdot 10^{-4}$	0,047