

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

Radiografia com partículas alfa induzida por nêutrons

MARCO ANTÔNIO STANOJEV PEREIRA

Tese apresentada como parte dos requisitos para a obtenção do Grau de Doutor em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Aplicações.

Orientador:
Prof. Dr. Reynaldo Pugliesi

São Paulo
2008

Dedico este trabalho ao meu pai Sr. Antônio Pacheco Pereira, minha mãe Sra. Dna. Valquíria Stanojev Coelho Pereira, meu caro orientador Dr. Reynaldo Pugliesi e à Sra. Dna. Marilene Ap. Pugliesi, meus irmãos Márcio, Marcelo, Marcel, Michele, Fábio, Eduardo, Maurício, Arago, Erasto, Augusto Medeiros e Militão Pacheco, minhas cunhadas Sras. Dna Margarete e Nádia, meu cunhado Sr. Marcelo, meus sobrinhos Guilherme, Kauê, Letícia, Raquel e Nathália. Porto seguro nas tempestades.

À Deus, que confia em nós. Apesar de nós mesmo.

Agradecimentos

Ao Prof. Dr. Reynaldo Pugliesi, meu orientador na ciência e na vida, meu amigo e meu irmão.

Aos meus queridos papai e mamãe. Mais uma etapa, graças à vocês.

Aos colegas do grupo de Radiografia com nêutrons Fábio Pugliesi, Marcos Leandro Garcia Andrade e Mário Olímpio de Menezes, pela amizade e grande ajuda na conclusão desta etapa da vida.

À Divisão de Física Nuclear –TFF- do IPEN-CNEN/SP pela oportunidade que me ofereceu de realizar este trabalho e aos amigos que me proporcionou.

À Sra. Irene de Cássia dos Santos, pelo auxílio técnico na secretaria

À Capes, pelo Suporte Financeiro.

Aos amigos Fábio de Toledo e Cláudio Domienikan, sempre prontos a ajudar.

Aos amigos da Divisão de Oficinas, na pessoa do Sr. Idacir Mantovani pela competência e prestatividade

Aos amigos Dr. Jean Arago, Dr. Augusto Medeiros, Dr. Militão Pacheco, Dr. Murtinho, Dr. Erasto, Dr. Cáritas e todos os amigos da C.C.S. pela ajuda por todos estes anos e no aguardo do porvir.

Ao meu querido tio Amaury Roldan Pereira, sempre presente.

Ao Dr. Afonso Rodrigues de Aquino, Dra. Martha Marques Ferreira Vieira, Dra. Sandra Ap. Bellintani e Dr. José Cláudio Dellamano pelo apoio fundamental em um momento crucial. Muito obrigado!

À Sra. Vera Lucia Mariano Garcia e Ilze Cristina Puglia por todos estes anos no apoio administrativo da CPG.

“A ciência marcha com os homens, sem os homens e apesar dos homens.”

Allan Kardec

“Há, verdadeiramente, duas coisas diferentes: saber e crer que se sabe. A ciência consiste em saber; em crer que se sabe reside a ignorância.”

Hipócrates

Radiografia com partículas alfa induzida por nêutrons

Marco Antônio Stanojev Pereira

RESUMO

No presente trabalho foi desenvolvida uma técnica radiográfica para a inspeção de amostras finas, que emprega feixes de partículas - α como radiação penetrante e, detectores de traços nucleares de estado sólido para o registro da imagem. O feixe é gerado em uma tela de boro natural quando irradiada com nêutrons térmicos e o detector utilizado foi o CR-39. A interação das partículas - α com o detector geram danos, os quais sob a ação de uma solução química adequada transformam-se em traços, as unidades básicas formadoras da imagem. Foi desenvolvido um sistema digital próprio para a aquisição, análise e processamento dos dados e das imagens registradas nos detectores. As condições ótimas de irradiação e de revelação para a obtenção de uma radiografia são 1,3 horas e 25 minutos a 70°C, respectivamente. Nestas condições a técnica é capaz de analisar amostras com até 10 μ m de espessura, com uma resolução espacial de 32 μ m.

O emprego do sistema digital permitiu uma redução significativa no tempo despendido para a aquisição e análise de dados e, uma melhoria na visualização das imagens radiográficas registradas. Além disto permitiu acesso a novos dados referentes aos traços registrados, o que abriu novas perspectivas de pesquisa pois, tem-se acesso aos parâmetros fundamentais que norteiam a teoria da formação da imagem em detectores de traços nucleares utilizada neste trabalho. São apresentadas algumas radiografias que demonstram a potencialidade da técnica desenvolvida.

Quando comparada com as outras técnicas radiográficas usuais, empregadas para inspecionar amostras finas, a desenvolvida no presente trabalho permite um menor tempo para a obtenção da imagem, não é necessário a manipulação de materiais radioativos líquidos e, o filme empregado é praticamente insensível às radiações β , γ , raios - X e luz visível.

Neutron-Induced alpha radiography

Marco Antônio Stanojev Pereira

ABSTRACT

A new radiography technique to inspect thin samples was developed. Low energy alpha particles, generated by a boron based screen under thermal neutron irradiation, are used as penetrating radiation. The solid state nuclear track detector CR-39 has been used to register the image. The interaction of the α - particles with the CR-39 gives rise to damages which under an adequate chemical etching became tracks the basic units forming the image.

A digital system was developed for data acquisition and data analysis as well as for image processing.

The irradiation and etching conditions to obtain the best radiography are 1,3 hours and 25 minutes at 70°C respectively. For such conditions samples having 10 μ m in thickness can be inspected with a spatial resolution of 32 μ m.

The use of the digital system has reduced the time spent for data acquisition and data analysis and has improved the radiography image visualization. Furthermore, by using the digital system, it was possible to study several new parameters regarding the tracks which are very important to understand and study the image formation theory in solid state nuclear track detectors, the one used in this thesis. Some radiography images are also shown which demonstrate the potential of the proposed radiography technique.

When compared with the other radiography techniques already in use to inspect thin samples, the present one developed in the present paper allows a smaller time to obtain the image, it is not necessary to handle liquid radioactive substances, the detector is insensitive to β , γ , X-ray and visible light.

Índice

1 - Introdução.....	01
1.1 – Objetivos.....	06
1.2 – Originalidade.....	06
1.3 – Metodologia.....	06
1.4 - Visão geral do trabalho.....	06
2 - Fundamentos Básicos da Técnica da Radiografia com Partículas-α induzidas por Nêutrons.....	09
2.1 - Os Nêutrons e a Matéria.....	09
2.2 - Transmissão de Nêutrons pela Matéria	11
2.3 - A Técnica da Radiografia com Nêutrons	11
2.3.1 - Fontes de Nêutrons.....	13
2.3.2 – Colimador.....	15
2.3.3 – Filtros.....	16
2.4 - Propriedades das partículas- α	16
2.5 - A Técnica da Radiografia com partículas- α	18
2.6 - Detectores de Traços Nucleares de Estado Sólido – SSNTD.....	20
2.7 - Teoria da Formação da Imagem Radiográfica.....	22
2.8 - Processamento de Imagens Digitais	26
2.9 - Considerações Gerais a Respeito da Técnica da Radiografia Induzida.....	29
3 - Parte experimental.....	31
3.1 - Tela Conversora	31
3.2 – Detectores.....	31
3.2.1 - Makrofol-DE.....	32
3.2.2 - Makrofol-E.....	32
3.2.3 - CR-39.....	32
3.3 – Irradiações.....	33
3.3.1 - Obtenção de uma Radiografia com partículas- α	38
3.4 - Ataque Químico (revelação).....	39
3.5 - Sistema Digital.....	40

3.6 - Sistema Analógico.....	43
4 - Obtenção e Análise de Dados.....	45
4.1 - Viabilidade do Sistema Digital.....	45
4.1.1 - Taxa de Crescimento do Diâmetro do Traço.....	45
4.1.2 - Taxa de Produção de Traços.....	48
4.1.3 - Intervalo de Exposição	51
4.1.4 - Análise e Comparação dos Resultados.....	52
4.2 - Reprodutibilidade da Metodologia.....	54
4.2.1 - Diâmetro dos Traços.....	55
4.2.2 - Contagem de Traços em uma área específica.....	56
4.2.3 - Quantificação da Intensidade da luz transmitida pelo detector.....	57
4.3 - Caracterização da Metodologia Radiográfica proposta.....	58
4.3.1 - Taxa de Crescimento do Diâmetro do Traço.....	59
4.3.2 - Taxa de Produção de Traços.....	60
4.3.3 - Intervalo de Exposição e Tempo de Ataque para Obter o Melhor Contraste..	63
4.3.4 - Resolução Espacial.....	66
4.3.5 - Transparência à Luz Visível.....	69
4.4 – Comparação com outras técnicas.....	71
5 - Conclusões.....	73
5.1 - Outros Conversores.....	77
5.2 - Trabalho Proposto.....	83
Referências Bibliográficas.....	86

Lista de Tabelas

Tabela 2.1 – Classificação dos nêutrons em função de sua energia cinética.....	11
Tabela 2.2 - Características das fontes de nêutrons utilizadas para fins radiográficos.....	14
Tabela - 3.1 - Características do feixe de nêutrons extraído do arranjo experimental.....	35
Tabela 4.1 - Resultados obtidos para o MK-DE utilizando os sistemas analógico e digital.....	52
Tabela 4.2 - Resultados obtidos para o MK-E utilizando os sistemas analógico e digital.....	53
Tabela 4.3 - Resultados Comparativos das taxas de crescimento do diâmetro do traço para o CR-39 e Mk-DE.....	60
Tabela 4.4 - Resultados Comparativos das taxas de produção de traços.....	63
Tabela 4.5 - Resolução total (Ut) da imagem radiográfica.....	68
Tabela 4.6 - Valores de Nível de Cinza para detectores não irradiados.....	70
Tabela 5.1 - Resumo das condições e das características radiográficas do método proposto.....	73
Tabela 5.2 - Resumo das condições e das características radiográficas do método proposto para o sistema CR-39/LiF.....	82
Tabela 5.3 - Resumo das condições e das características radiográficas do método proposto para o sistema CR-39/Li ₂ B ₄ O ₇	82

Lista de Figuras

Figura 1.1 – Radiografia de um inseto obtida pela técnica proposta.....	08
Figura 2.1 – Coeficiente de atenuação de massa dos elementos para nêutrons e raios-X.....	13
Figura 2.2 – Colimador cônico divergente e o efeito penumbra.....	15
Figura 2.3 – Típica curva de alcance para uma partícula - α	18
Figura 2.4 – Esquema da formação do traço em função do tempo de revelação por incidência oblíqua da partícula carregada.....	22
Figura 2.5 – Representação geométrica de um traço no detector.....	23
Figura 2.6 – Distribuição da densidade ótica no interior de um traço.....	24
Figura 2.7 – Perda da densidade ótica causada pela sobreposição de dois traços, mostrada pela área de tonalidade mais clara.....	25
Figura 2.8 – Diagrama esquemático mostrando a metodologia para a determinação da resolução.....	26
Figura 3.1 – Esquema do arranjo experimental.....	36
Figura 3.2 – Interior da blindagem do arranjo experimental de radiografia com nêutrons.....	37
Figura 3.3 – Visão externa do arranjo experimental de radiografia com nêutrons.....	37
Figura 3.4 – Representação esquemática para obtenção de uma radiografia com partículas- α induzidas por nêutrons.....	38
Figura 3.5 – Montagem do conjunto cassete de alumínio, detector e conversor para obtenção da radiografia.....	39
Figura 3.6 – Banho Maria para a revelação dos detectores.....	40
Figura 3.7 - Sistema digital – SACT.....	42
Figura 3.8 - Sistema digital – SATI.....	42
Figura 3.9 – Sistema analógico de leitura com microscópio.....	44
Figura 3.10 – Sistema de leitura – Microfotômetro.....	44
Figura 4.1 - Aparência de um traço processado para leitura do diâmetro.....	46
Figura 4.2 - Comportamento do diâmetro do traço em função do tempo de revelação.....	47

Figura 4.3 - Leitura do diâmetro do traço no sistema analógico.....	47
Figura 4.4 - Comportamento da densidade de traços em função do tempo de revelação.....	49
Figura 4.5 – Contagem de traços no sistema digital.....	49
Figura 4.6 - Comportamento da densidade de traços em função da exposição...	50
Figura 4.7 - Contagem de traços no sistema analógico.....	50
Figura 4.8 - Comportamento do nível de cinza em função da exposição.....	52
Figura 4.9 – Comportamento dos diâmetros externo e interno do traço em função do tempo de revelação.....	59
Figura 4.10 – Variação da densidade de traços em função do tempo de revelação.....	61
Figura 4.11 – Crescimento da densidade de traços em função da exposição.....	62
Figura 4.12 – Distribuição do Nível de Cinza em função da exposição para os tempos de ataque de 10, 25 e 65 minutos.....	64
Figura 4.13 – Representação esquemática de um traço individual.....	65
Figura 4.14 - Área do anel externo do traço (coroa) em função do tempo de revelação.....	65
Figura 4.15 – Distribuição da intensidade do Nível de Cinza e o ajuste da ESF..	67
Figura 4.16 - Comportamento da transparência do detector a luz visível em função do tempo de revelação.....	70
Figura 5.1 – Radiografia. Corte histológico de cérebro de camundongo com 10 μm de espessura.....	75
Figura 5.2 – Radiografia. Digital do dedo polegar direito.....	75
Figura 5.3 – Radiografia. Colônia de bactérias de Staphylococcus.....	76
Figura 5.4 – Radiografia. Colônia de bactérias de Escherichia coli.....	76
Figura 5.5 – Radiografia. Asa de mariposa.....	77
Figura 5.6 – Radiografia. Asa interna de mariposa.....	77
Figura 5.7 - Comportamento do nível de cinza em função da exposição para os tempos de revelação de 15, 35 e 65 minutos.....	80
Figura 5.8 - Comportamento do nível de cinza em função da exposição para os tempos de revelação de 15, 25 e 65 minutos.....	80

Figura 5.9 - Distribuição da intensidade do Nível de Cinza e o ajuste da ESF para o sistema CR-39/LiF.....	82
Figura 5.10 - Distribuição da intensidade do Nível de Cinza e o ajuste da ESF para o sistema CR-39/Li ₂ B ₄ O ₇	82
Figura 5.11 - Imagem de um único traço capturado no sistema digital.....	85
Figura 5.12 – Distribuição de luz por um único traço de 25 minutos de revelação.....	85

CAPITULO 1 - INTRODUÇÃO

Existe grande interesse científico e tecnológico em se investigar a estrutura interna de amostras pouco espessas, da ordem de dezenas de micra ou menores, em biologia, medicina, tecnologia forense, metalurgia etc. Dentre as técnicas disponíveis para esta finalidade destacam-se as de radiografia, microscopia ótica e eletrônica sendo que, para o interesse deste trabalho, será dada ênfase a primeira.

A radiografia é uma técnica de ensaio não destrutivo que fundamentalmente visa a investigação da estrutura interna dos objetos. A radiografia é obtida fazendo incidir no objeto, um certo tipo de radiação penetrante e, registrando o padrão da intensidade transmitido em um meio adequado. Em sua forma mais tradicional este meio é um filme composto basicamente por uma base plástica coberta por uma emulsão de sal de prata sensível a passagem desta radiação. Após um processo padrão de revelação, as regiões sensibilizadas pela radiação adquirem diversos tons de enegrecimento formando uma imagem radiográfica que é uma projeção bidimensional da estrutura interna do objeto. A quantificação destes tons de enegrecimento é feita mediante uma grandeza denominada densidade ótica definida por [1]:

$$D = \log(I_0/I) \quad (1.1)$$

onde I_0 e I são as intensidades da luz incidente e transmitida pelo filme respectivamente.

Um valor de densidade ótica 1 corresponde a uma transmissão de luz de 10% pela região enegrecida, 2 de 1% e assim por diante. A densidade ótica é medida utilizando um densitômetro ótico numa escala que tipicamente varia de 0 a 4.

Dentre os muitos esforços voltados à melhoria das técnicas radiográficas estão a disponibilização de câmeras de vídeo tipo CCD (charged coupled devices), de telas cintiladoras e o desenvolvimento de sistemas eletrônicos para captura e processamento de imagens digitais. Neste caso o grau de enegrecimento da imagem é quantificado em uma escala de níveis de cinza e, se a imagem for de 8 bits haverão 256 níveis diferentes. Estes dispositivos

propiciaram desde a década de 60 o desenvolvimento de sistemas para radiografias em tempo - real. No estado atual da arte a melhor qualidade de uma imagem radiográfica é obtida mediante a utilização de “imaging plates” [2,3]. Nestas telas a incidência da radiação leva os átomos do meio a estados meta - estáveis os quais retornam ao estado fundamental mediante des-excitação estimulada por uma varredura a laser. A sua principal característica é a linearidade de resposta em toda a sua faixa dinâmica. Além disto, existem hoje acessíveis softwares para reconstrução e visualização de imagens os quais juntamente com os sistemas para radiografias em tempo-real [4] propiciaram a implementação de equipamentos para tomografia digital capazes de prover imagens tridimensionais, o que levou a análise radiográfica à um nível de qualidade tão incontestável que a tornou indispensável em muitos segmentos da indústria e da pesquisa acadêmica.

Dentre as técnicas radiográficas, disponíveis para a inspeção de amostras finas, destacam-se aquelas que utilizam partículas carregadas como radiação penetrante e, dentre estas, uma das mais utilizadas é a da auto - radiografia. Neste caso as partículas são originárias de um material radioativo inserido no interior da própria amostra e, a imagem pode ser registrada em um filme convencional para raios - X. Os isótopos ^3H , ^{14}C e, ^{210}Po são comumente empregados para esta finalidade [5,6]. Quanto aos filmes radiográficos, estes devem ser selecionados de acordo com o isótopo empregado e com a informação que se deseja extrair da imagem. Existe um compromisso entre velocidade, resolução e contraste de modo que filmes rápidos exibem alto contraste e baixa resolução e filmes lentos mostram um comportamento inverso.

Dentre as principais características destas técnicas destacam-se:

- tempo de irradiação elevado para obter a imagem (dias, semanas ou meses);
- problemas de manipulação de substâncias tóxicas e radioativas;
- meia - vida do radioisótopo;
- necessidade de filmes específicos.

No final de 2002 durante uma conversa no IPEN – CNEN/SP na qual discutíamos as possibilidades de ampliar as atividades do grupo de trabalho para

novas áreas de pesquisa, surgiu a idéia de desenvolver uma nova técnica radiográfica para a inspeção de amostras finas. Do conhecimento adquirido da literatura referente às técnicas de auto - radiografia, sabíamos que o feixe de radiação penetrante deveria ser de partículas carregadas, de modo a ter um pequeno alcance na matéria e, o filme para o registro da imagem deveria possuir características específicas tais como um tamanho de grão pequeno e preferencialmente ser de emulsão simples, ou seja, emulsão depositada em um único lado da base plástica. Ambas as características são condições necessárias para se ter uma imagem de boa qualidade para esta finalidade em termos de contraste e resolução.

Baseado em nossa experiência prévia, sabíamos como obter este feixe de partículas penetrantes e também qual filme utilizar para tentar substituir o mencionado acima, uma vez que estes filmes especiais são extremamente difíceis de se conseguir em pequenas quantidades. Estas respostas viriam dos conhecimentos adquiridos da técnica da radiografia com nêutrons em detectores de traços nucleares de estado sólido – SSNTD (Solid State Nuclear Track Detectors), a qual foi desenvolvida e vem sendo utilizada pelo grupo de trabalho desde 1988 [7]. Nesta técnica, a radiografia é feita posicionando a amostra em um feixe de nêutrons e, a intensidade transmitida é registrada utilizando uma tela conversora e um detector. Estas telas, normalmente confeccionadas a base de boro, tem a função de transformar, mediante reações nucleares, a radiação neutrônica transmitida em um feixe de partículas - α capaz de sensibilizar o detector [8] originando danos os quais sob a ação de uma solução química são ampliados formando traços e conseqüentemente a imagem radiográfica [9,10]. Assim possuíamos então um feixe de nêutrons adequado para a geração do feixe de radiação penetrante e, utilizaríamos como filme radiográfico os detectores de traços nucleares os quais, dentre os meios de registro, são um dos que oferecem a melhor resolução intrínseca na imagem e também são praticamente insensíveis as outras radiações.

Este foi o ponto de partida para o desenvolvimento da técnica radiográfica proposta neste trabalho, denominada radiografia com partículas - α induzida por nêutrons – NIAR. A radiografia é obtida posicionando o detector a amostra e a tela conversora e nesta ordem com relação ao feixe de nêutrons em firme contato, no interior de um cassete de alumínio, durante a irradiação. O

nêutron passa pelo detector, passa pela amostra e induzirá reações nucleares na tela. O feixe de partículas gerado atinge a amostra e a fração transmitida sensibiliza o detector o qual após ser revelado forma a imagem radiográfica [11].

Na figura 1.1 está mostrada a primeira radiografia com partículas- α induzidas por nêutrons obtida pelo grupo de trabalho do IPEN.

Como filme radiográfico estes detectores exibem duas importantes características: um baixo contraste ótico intrínseco e, uma elevada resolução na imagem [12]. Desde que o primeiro é a principal restrição de seu uso em radiografia, a determinação das condições de revelação e de irradiação que os detectores devem ser submetidos para se obter o melhor contraste na imagem e a avaliação da resolução espacial nestas mesmas condições são importantes parâmetros a serem determinados.

A informação radiográfica registrada foi interpretada pela teoria da formação da imagem em SSNTD o que requer a quantificação da intensidade da luz transmitida pelo detector, da taxa de crescimento do diâmetro do traço e, da taxa de produção de traços por nêutron incidente [12]. Entre 1988 e 2002, os estudos destes três parâmetros eram realizados no IPEN mediante o emprego de técnicas analógicas para aquisição e análise de dados fornecendo, ao longo destes anos, resultados confiáveis e consistentes [7, 8, 13, 14, 15, 16]. Apesar de confiáveis, medidas analógicas neste tipo de estudo significam determinar diâmetros de traços a partir de uma imagem pouco definida, contar traços visualmente e, determinar a intensidade da luz transmitida em um microfotômetro ótico, equipamento pouco adequado para tal finalidade [17].

Em meados de 2003 o grupo de radiografia com nêutrons do IPEN, motivado pelas possibilidades desta nova técnica radiográfica e pela indisponibilidade “inesperada” do microfotômetro ótico, que vinha sendo utilizado, bem como pela possibilidade de medir, contar traços e analisar intensidade de luz transmitida por um detector utilizando um computador e um software, iniciou estudos para o emprego de um sistema digital para esta finalidade cuja viabilidade e praticidade foram verificadas em 2004 [18, 19]. Uma versão otimizada deste sistema foi a utilizada neste trabalho. Este sistema permitiu inclusive o acesso a outros dados importantes como o diâmetro interno dos traços e a distribuição de luz no interior de um único traço o que abre novas perspectivas de pesquisa pois

tem-se acesso aos parâmetros fundamentais que norteiam esta teoria da formação da imagem [20, 21, 22, 23].

Dentre as principais características desta nova técnica destacam-se:

- o ensaio não é destrutivo pois não é necessário inserir material radioativo no interior da amostra;
- o feixe de radiação penetrante é gerado por meio de uma reação nuclear com nêutrons;
- a radiação gerada penetra por toda a espessura da amostra;
- os detectores empregados são praticamente insensíveis à interação direta tanto com nêutrons quanto com radiação gama, esta última sempre presente em reatores nucleares;
- o emprego de um sistema digital para a aquisição de dados e para a captura e processamento das imagens radiográficas.

Quando comparada com a auto - radiografia a técnica proposta apresenta:

- menor tempo de irradiação para a obtenção de uma radiografia;
- não é necessário manipular substâncias tóxicas e radioativas;
- o detector para o registro da imagem existe disponível no mercado interno.

Suas principais limitações são:

- utilização de um reator nuclear, o que restringe a obtenção da radiografia ao seu local de instalação;
- tamanho mínimo do pixel na imagem digital é de aproximadamente $8\mu\text{m}$ o que limita a resolução obtida na imagem;
- a energia da partícula - α emitida pelo conversor de boro é de 1,47 MeV, a qual limita inspeções de amostras com espessuras de até $10\mu\text{m}$.

1.1 - Objetivos

O objetivo principal deste trabalho foi desenvolver e tornar operacional a técnica da radiografia com partículas- α induzidas por nêutrons para inspecionar amostras pouco espessas (unidades de micra) empregando um sistema digital para a aquisição e processamento de dados e de imagens.

1.2 - Originalidade

A originalidade do trabalho baseia-se fundamentalmente nos seguintes pontos:

- na metodologia proposta, pois a obtenção da radiografia difere das existentes pela maneira que o feixe de radiação penetrante é gerado, o que veio a evitar a manipulação de substâncias radioativas líquidas e permitiu um tempo inferior para a obtenção da radiografia;
- projeto, desenvolvimento e, implementação de um sistema digital para aquisição, análise e processamento de imagens e de dados registrados em detectores de traços nucleares.

1.3 - Metodologia

A metodologia utilizada no presente trabalho seguiu as seguintes etapas:

1. Seleção do SSNTD a ser utilizado;
2. Verificação da viabilidade do sistema digital;
3. Caracterização da metodologia radiográfica proposta, utilizando o sistema digital;
4. Aplicações;
5. Acesso a novos dados referentes a teoria da formação da imagem.

1.4 - Visão Geral do Trabalho

A Tese foi dividida em 5 capítulos e os assuntos abordados em cada um, são os seguintes:

No Capítulo 2 são apresentados os processos básicos de interação nêutron-matéria e partícula - α -matéria, que são importantes para a compreensão da técnica radiográfica proposta. Além disto, são descritos um breve histórico a respeito destas técnicas, os componentes fundamentais de um equipamento radiográfico, bem como alguns dos aspectos importantes a respeito dos

detectores de traços nucleares de estado sólido, da teoria da formação da imagem e do processamento de imagens digitais.

No Capítulo 3 são feitas descrições detalhadas a respeito de toda a parte experimental empregada no presente trabalho. São descritos, a tela conversora, os detectores de traços e o equipamento de radiografia com nêutrons onde as irradiações foram realizadas. São também explicadas como as radiografias são obtidas e, como os detectores foram revelados. Para finalizar é dada uma descrição pormenorizada a respeito do sistema digital desenvolvido para a análise de traços individuais e para as leituras de transmissão de luz.

No Capítulo 4 é verificada a viabilidade do sistema digital desenvolvido, mediante a comparação dos valores que foram determinados para os parâmetros fundamentais que caracterizam a metodologia radiográfica proposta que são a taxa de crescimento do diâmetro do traço, taxa de produção de traços e, o intervalo de exposição bem como o tempo de revelação para a obtenção do melhor contraste ótico para os detectores Mk-DE e Mk-E, com aqueles obtidos, para estes mesmos detectores, utilizando o sistema analógico empregado até 2002. Fez também parte desta verificação, a avaliação da reprodutibilidade deste sistema digital. Finalmente a técnica radiográfica proposta foi caracterizada em função do estudo e da quantificação destes mesmos parâmetros mencionados acima e são descritos alguns aspectos econômicos referentes a obtenção de uma radiografia pela técnica proposta.

No Capítulo 5 são apresentadas as conclusões relevantes deste trabalho, bem como as condições ótimas para a obtenção de uma radiografia, ou seja, aquelas para as quais se obtém o melhor contraste e resolução na imagem. Ainda neste capítulo são apresentadas algumas imagens obtidas pela técnica da radiografia com partículas - α induzida por nêutrons nas quais, a técnica do processamento digital foi empregada para otimizar a sua visualização.

Para finalizar são apresentados alguns resultados obtidos mediante o emprego de outros tipos de conversores e, também é sugerido um trabalho referente ao emprego dos recursos do sistema digital para a análise da distribuição de luz por um único traço para se ter acesso a teoria da formação da imagem em SSNTD.

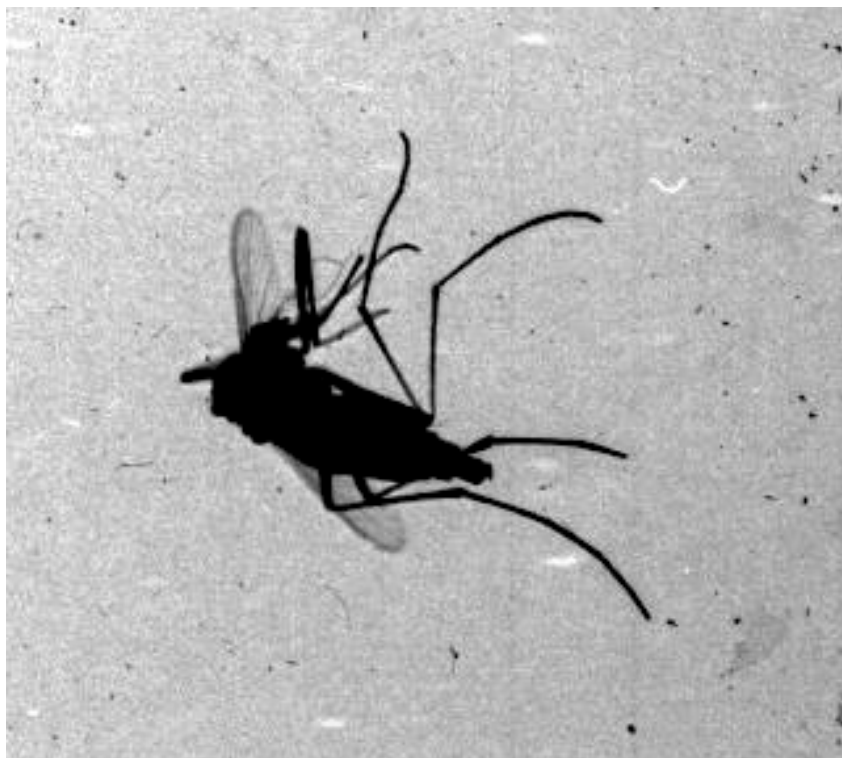


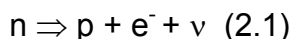
FIGURA 1.1 – Radiografia de um inseto obtida pela técnica proposta.

CAPÍTULO-2 - FUNDAMENTOS BÁSICOS DA TÉCNICA DA RADIOGRAFIA COM PARTÍCULAS - α INDUZIDAS POR NÊUTRONS.

Como explicado no Capítulo anterior, a técnica proposta neste trabalho foi desenvolvida a partir da técnica da radiografia com nêutrons em detectores de traços nucleares de estado sólido. Desta forma, além da abordagem dos processos de interação das partículas - α com a matéria, da técnica da auto - radiografia e, dos princípios de registro de sinal e de formação da imagem em um SSNTD torna-se necessário também uma abordagem dos processos básicos da interação do nêutron com a matéria bem como da técnica da radiografia com nêutrons. Além disto é apresentada uma introdução a respeito do processamento de imagens digitais.

2.1 - Os nêutrons e a matéria [24, 25]

O nêutron foi descoberto em 1932 por J. Chadwick. É uma partícula de massa ligeiramente maior que a do próton, isto é, 1,00866 u.m.a e, se possuir carga líquida, deverá ser menor do que $1,5 \times 10^{-20}e$ ($e \equiv$ carga do elétron), possui spin ($s=1/2$) e momento de dipolo magnético ($\mu=-1,913\mu_N$ - $\mu_N \equiv$ magneton nuclear). A meia - vida do nêutron livre é de 12,8 minutos, decaindo pela emissão de um próton, de um elétron e de um anti - neutrino:



A interação do nêutron com a matéria ocorre por dois processos, nuclear e magnético e, devido a sua importância para o presente trabalho, será dada ênfase ao primeiro.

No estudo das reações nucleares é de fundamental importância o conceito de “Secção de Choque Microscópica”. Qualitativamente pode ser compreendida como uma área efetiva que o núcleo alvo apresenta ao nêutron de modo que se atingida, ocorrerá uma reação nuclear. Quantitativamente representa a sua probabilidade de ocorrência. A secção de choque microscópica “ σ ” é expressa na unidade “barn” ($1\text{barn} \equiv 10^{-24}\text{cm}^2$). No processo nuclear o

nêutron poderá ser absorvido e/ou espalhado e a secção de choque total pode ser representada por:

$$\sigma_T = \sigma_{\text{esp}} + \sigma_{\text{abs}} \quad (2.2)$$

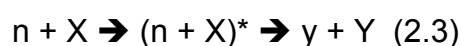
onde σ_T , σ_{esp} e σ_{abs} são as secções de choque total, de espalhamento e de absorção, respectivamente.

Em 1936 Niels Bohr [26] propôs a teoria do núcleo composto para a explicação das reações nucleares as quais ocorrem fundamentalmente em duas etapas:

a) formação do “núcleo composto”. Nesta fase o nêutron incidente perde a sua identidade e fica incorporado a este núcleo. A energia de excitação introduzida pelo nêutron (cinética + ligação) é dividida entre os nucleons.

b) desintegração do núcleo composto nos produtos da reação. Nesta fase o núcleo composto permanece excitado até que um ou mais nucleons adquiram energia suficiente para serem emitidos. Caso esta energia seja insuficiente, ele decairá emitindo radiação - γ . A desintegração do núcleo composto independe da maneira pela qual foi formado, sendo função exclusiva de suas características tais como, energia de excitação, momento angular, etc. Em alguns casos o núcleo produto formado também é instável e decairá até atingir a estabilidade.

Assim uma reação nuclear pode ser esquematizada da seguinte forma:



sendo:

n - nêutron incidente

y - partícula ou radiação emergente

X, Y - núcleos alvo e produto

(n + X)* - núcleo composto excitado

Baseados nestas considerações, Breit e Wigner deduziram uma expressão teórica para o cálculo da secção de choque na vizinhança de um nível de ressonância do núcleo composto. Esta expressão, na região térmica de energia, prevê um comportamento proporcional a $1/v$ para secção de choque de absorção e um comportamento constante para a de espalhamento. Neste caso a expressão (2.2) para a secção de choque total, pode ser escrita como [27]:

$$\sigma_T = \sigma_{\text{esp}} + \sigma_{\text{abs}} = a + b/v \quad (2.4)$$

onde a e b são constantes para cada núcleo.

Devido a especificidade das interações, os nêutrons são classificados de acordo com sua energia cinética. A tabela 2.1 [25] apresenta uma classificação usualmente utilizada.

TABELA 2.1- Classificação dos nêutrons em função de sua energia cinética

Classe	Faixa de Energia
Nêutrons Frios	$E < 0,01 \text{ (eV)}$
Nêutrons Térmicos	$0,01 < E < 0,5 \text{ (eV)}$
Nêutrons Epitérmicos	$0,3 < E < 10^4 \text{ (eV)}$
Nêutrons Rápidos	$10^4 \text{ (eV)} < E < 20 \text{ MeV}$
Nêutrons Relativísticos	$E > 20 \text{ MeV}$

2.2 - Transmissão de Nêutrons pela Matéria

Teoricamente a transmissão de nêutrons pela matéria é governada por uma lei exponencial do tipo [25]:

$$\phi(x) = \phi_0 e^{-N\sigma_T(v).x} \quad (2.5)$$

sendo:

ϕ_0 = fluxo de nêutrons incidente no material

$\phi(x)$ = fluxo de nêutrons que não sofreu interação após atravessar o material de espessura “x”

N = densidade atômica do material (cm^{-3})

O produto $N.\sigma_T$ é denominado secção de choque total macroscópica e representa a probabilidade do nêutron, com velocidade “v”, sofrer qualquer tipo de interação por unidade de caminho percorrido neste material, ou seja:

$$\Sigma_T(v) = N.\sigma_T(v) \quad (2.6)$$

2.3 – A técnica da radiografia com nêutrons [29]

De modo análogo à descoberta dos raios - X, em 1885 por Röntgen e, a sua conseqüente aplicação em uma técnica radiográfica, a radiografia com

nêutrons surgiu cinco anos após a sua descoberta em 1932. Neste primeiro trabalho, publicado em 1937, Kallmann e Khun utilizaram como fonte de nêutrons um pequeno acelerador de partículas e, relataram os princípios e idéias básicas fundamentais desta técnica. Em 1946, O. Peter, produziu algumas radiografias de melhor qualidade, pois dispunha de um feixe de nêutrons mais intenso, obtido em um acelerador mais potente que o utilizado por Kallmann. Com o advento dos reatores nucleares Thewlis e Derbyshire em 1956, fixaram um marco decisivo referente à técnica da radiografia com nêutrons, demonstrando as possíveis aplicações desta nova técnica de ensaio não destrutivo, as quais viriam a ampliar e complementar os campos de aplicação das convencionais, que utilizam raios - X e raios - γ , como radiação penetrante. Dentre estas aplicações destacam-se a visualização de materiais ricos em hidrogênio mesmo quando envoltos por espessas camadas de metais como o chumbo, aço, alumínio e, a possibilidade de inspecionar materiais altamente radioativos. A figura 2.1 apresenta os coeficientes de atenuação para raios - X (com energia 125 keV, típicos para radiografia) e, para nêutrons térmicos (25meV) em função do número atômico dos elementos. Para os nêutrons, os coeficientes de atenuação, para os elementos leves, são superiores aqueles dos pesados. Para os raios - X ocorre o inverso, demonstrando que neste caso as informações fornecidas pelas técnicas são complementares. Além disto alguns elementos de números atômicos vizinhos bem como alguns isótopos apresentam valores diferentes para os coeficientes de atenuação de nêutrons, o que permite à esta técnica discerni-los, ampliando o campo de investigação deste tipo de ensaio não destrutivo.

A radiografia é feita posicionando a amostra em um feixe homogêneo de nêutrons, registrando o padrão de intensidade transmitido por meio de uma tela conversora e um filme [30,31]. Estes podendo ser os convencionais para raios - X ou os detectores de traços nucleares de estado sólido. As telas tem a função de transformar, mediante reações nucleares, a radiação neutrônica, em outra capaz de sensibilizar os filmes. Dentre os conversores mais utilizados, estão aqueles fabricados a base de boro, gadolínio, disprósio, lítio, ou seja, com elementos que possuem seções de choque para absorção elevadas.

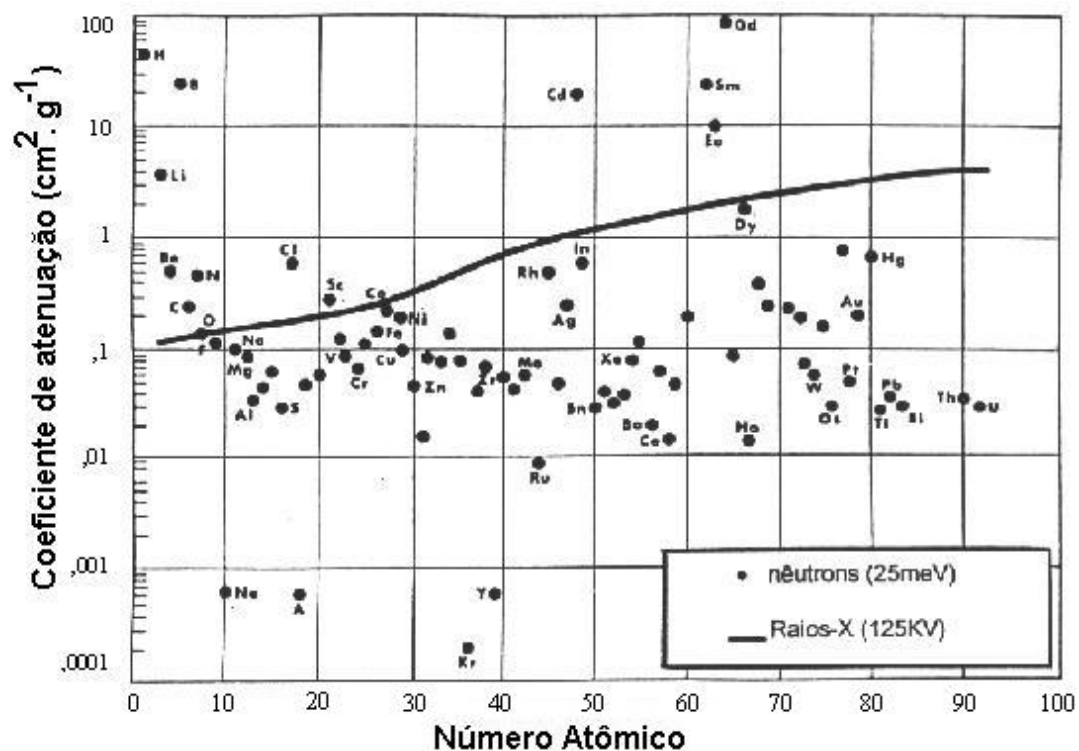


FIGURA 2.1 – Coeficiente de atenuação de massa dos elementos, para nêutrons e raios - X.

Um equipamento para radiografia com nêutrons padrão é constituído, basicamente, por uma fonte de nêutrons, um colimador e filtros.

2.3.1 - Fontes de Nêutrons [31, 32]

Um feixe de nêutrons, para propósitos radiográficos pode ser oriundo de um acelerador de partículas, de uma fonte radioisotópica ou de um reator nuclear. Como em todos estes casos os nêutrons produzidos possuem energias elevadas, ~MeV, a fonte deverá ser munida de um meio moderador de modo a reduzi-la a ~ meV. Isto porque é nesta região de energia que as telas conversoras apresentam os valores mais elevados para as seções de choque de absorção e portanto a maior eficiência de conversão.

Dentre as fontes de nêutrons, viáveis para fins radiográficos, o reator nuclear é a que fornece o feixe de nêutrons mais intenso. Um reator nuclear pode prover um feixe de nêutrons entre 100 e 10.000 vezes mais intenso do que os extraídos em aceleradores e fontes radioisotópicas propiciando desta forma a

obtenção de radiografias de melhor qualidade e um menor tempo de irradiação para a formação da imagem. A principal desvantagem na utilização de reatores nucleares é a sua falta de mobilidade o que restringe a obtenção de radiografias ao seu local de instalação.

Devido ao baixo consumo de nêutrons pelo equipamento radiográfico (~20% dos nêutrons disponíveis) [28], o reator pode, ao mesmo tempo, ser empregado para outras finalidades, tornando-o muito competitivo economicamente com as outras fontes citadas. Os reatores nucleares mais utilizados para fins radiográficos são os do tipo **Material Testing Reactor**, operando em potências entre 0,25 e 50MW com fluxo de nêutrons térmicos e rápidos entre 10^{12} e 10^{15} n/cm².s, junto ao seu núcleo.

Até o início dos anos 70 a principal desvantagem das outras fontes era o fluxo de nêutrons, relativamente pequeno, incidente na amostra. Isto limitava a obtenção de radiografias a conversores cintiladores do tipo LiF, pois estes são ~10 vezes mais rápidos do que os metálicos mas fornecem uma resolução ~10 vezes inferior na imagem. Entretanto o desenvolvimento e a operacionalização de sistemas eletrônicos para o processamento de imagens digitais associado à otimização de novos cintiladores, à base de gadolínio, tem propiciado a obtenção de radiografias de qualidade aceitável mesmo para as fontes de nêutrons de baixo fluxo.

Hoje em dia, o aprimoramento de blindagens para nêutrons e a disponibilidade de aceleradores compactos, dos tipos van de Graaf e cíclotrons, permitiram o desenvolvimento de sistemas transportáveis para radiografia com nêutrons. Na tabela 2.2 [32] estão representadas algumas das características destas fontes de nêutrons.

TABELA 2.2 - Características das fontes de nêutrons utilizadas para fins radiográficos.

Fontes de nêutrons	Fluxo na amostra n/s.cm ²	Resolução	Tempo de exposição
RadioisótopoCf-252	Até 10^4	média	longo
Acelerador	10^3 a 10^6	média	médio
Reator nuclear	10^5 a 10^8	excelente	curto

2.3.2 – Colimador [12]

O colimador tem a função de dar forma ao feixe de nêutrons que incidirá na amostra. Um colimador é caracterizado pelo seu comprimento(L) e pela sua abertura de entrada do feixe(D). A razão de colimação, L/D, está relacionada à chamada resolução geométrica - U_g , a qual quantifica as distorções na imagem, denominadas penumbra, e vem dada pela equação:

$$U_g = x/(L/D) \quad (2.7)$$

sendo “ x “ a distância do objeto a ser radiografado ao filme

Basicamente os colimadores são constituídos por dois tubos coaxiais entre os quais é depositado um material opaco a nêutrons. Além disto este material deve ser tal que a radiação secundária resultante da absorção dos nêutrons, não venham a contribuir significativamente na formação da imagem. Como exemplo pode-se citar o boro.

A qualidade de uma imagem radiográfica será tanto melhor quanto menor for o valor de U_g . Isto significa elevar a razão L/D. Entretanto o fluxo “ ϕ ” de nêutrons, extraído do colimador, que incidirá na amostra vem dado pela equação:

$$\phi = \phi_o(D/4L)^2 \quad (2.8)$$

sendo ϕ_o o fluxo de nêutrons na entrada no colimador.

Assim o compromisso entre ϕ e U_g dependerá basicamente da intensidade da fonte de nêutrons utilizada.

Na figura 2.2 é mostrado um colimador do tipo cônico divergente empregado em radiografia bem como o efeito de penumbra.

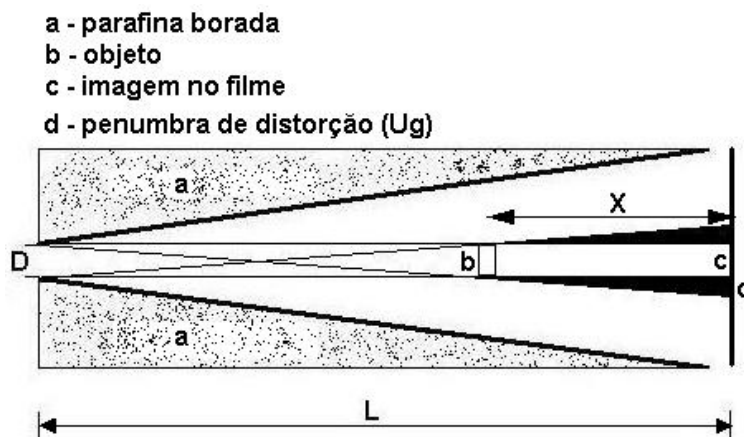


FIGURA 2.2 – Colimador cônico divergente e o efeito de penumbra

2.3.3 - Filtros [30, 31, 32]

Fundamentalmente os filtros tem a função de reduzir a intensidade da radiação - γ presente no feixe de nêutrons, de modo a viabilizar a obtenção de radiografias com nêutrons em filmes convencionais para raios - X. De acordo com a literatura, a razão entre o fluxo de nêutrons e a dose de radiação - γ no local de irradiação das amostras deverá ser $n/\gamma > 10^5 \text{ n/cm}^2 \cdot \text{mrem}$. Abaixo destes valores uma gamagrafia será sobreposta à radiografia com nêutrons.

Os materiais para esta finalidade devem possuir número atômico elevado e baixos valores para as seções de choque de absorção e de espalhamento de nêutrons de modo a não atenuar demasiadamente o feixe de nêutrons. Dentre os materiais comumente utilizados destacam-se o chumbo e o bismuto que possuem $Z=82$ e $Z=83$, seções de choque para absorção de 170mbarn e 34mbarn e de espalhamento $\sim 9\text{barn}$, ambas referentes à região térmica.

De uma forma geral um equipamento para radiografia com nêutrons deve possuir as seguintes características:

- fluxo de nêutrons térmicos na amostra entre 10^4 e $10^8 \text{ n/cm}^2 \cdot \text{s}$
- energia cinética do nêutron na faixa térmica (meV)
- sistema de colimação com, $10 \leq L/D \leq 500$
- razão (nêutron/gama), $n/\gamma > 10^5 \text{ n/cm}^2 \cdot \text{mrem}$

2.4 - Propriedades das partículas - α [33, 34, 35]

No final do século XIX, Rutherford descobriu que as partículas - α eram núcleos do elemento hélio, o segundo elemento na tabela periódica, $Z=2$ e, $A=4$.

Partículas - α interagem com a matéria principalmente por meio de forças Coulombianas através dos seguintes processos [34,35]:

1. colisão elástica com os elétrons do meio
2. colisão inelástica com os elétrons do meio
3. colisão elástica com os núcleos dos átomos
4. colisão inelástica com os núcleos dos átomos

Destes processos o segundo é o principal modo de perda de sua energia cinética. Neste caso os elétrons dos átomos do meio são levados para os

níveis de energia mais elevados adquirindo energia suficiente para serem ejetados dos átomos deixando-os ionizados.

O poder de freiamento (stopping power) “S” para um meio absorvedor é definido como a quantidade de energia “ dE ” que a partícula - α transfere para este meio ao longo da distância percorrida “ dx ”:

$$S = -(dE/dx) \quad (2.9)$$

A perda de energia pela partícula neste meio é quantificada pela equação de Bethe e Bloch:

$$-dE/dx = (4\pi e^4 z^2 / m_e v^2) * NB \quad (2.10)$$

onde:

$$B = Z[\ln(2m_0 v^2 / I) - \ln(1 - v^2/c^2) - v^2/c^2]$$

Nesta expressão, v e z são, respectivamente, velocidade e carga da partícula incidente, N e Z são a densidade e número atômico dos átomos do absorvedor, e é a carga do elétron e m_e é a massa de repouso do elétron. I representa o potencial de excitação médio e de ionização.

Esta equação mostra que a taxa da perda de energia pela partícula por unidade de comprimento é diretamente proporcional ao quadrado da carga da partícula e inversamente proporcional à sua energia. Assim uma partícula com baixa velocidade perde mais energia por unidade de comprimento do que uma partícula com velocidade maior.

O alcance é definido como a distância que a partícula - α percorre antes de perder todo o seu poder de ionização. Experimentalmente pode se quantificar o alcance registrando a intensidade de um feixe de partículas - α , colimado e monoenergético, em função da espessura do meio absorvedor. Na figura 2.3 [36] é mostrada uma curva de transmissão onde I_0 e I representam o número de partículas - α incidente e transmitido pelo material de espessura “ t ”. A extrapolação da região linear desta curva para transmissão “0” fornece o valor do alcance da partícula.

Para pequenas espessuras do meio absorvedor o efeito predominante é a perda de energia das partículas do feixe. Como a interação destas partículas com a matéria ocorre por colisões com elétrons que possuem massa ~ 8000 vezes menor, as trilhas deixadas através do absorvedor são retilíneas e, o número total de partículas permanece o mesmo. Não há diminuição do número de

partículas até que a espessura do absorvedor seja maior ou igual ao comprimento total das trilhas deixadas no meio, ou seja, que o alcance da partícula e, neste caso a intensidade do feixe cai rapidamente a zero.

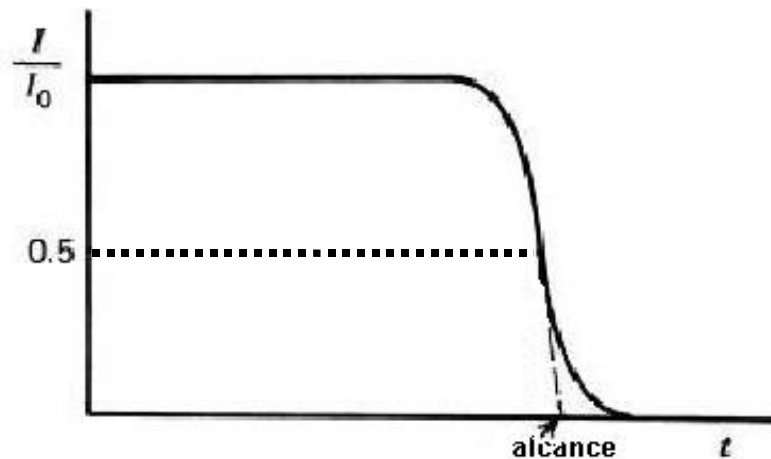


FIGURA 2.3 – Típica curva de alcance para uma partícula - α .

Entretanto as perdas de energia por unidade de comprimento não são rigorosamente as mesmas, mesmo para um feixe colimado e com partículas de mesma energia. Desta forma, o comprimento total das trilhas no absorvedor varia ligeiramente para cada partícula o que origina uma flutuação (straggling) de alguns percentuais em relação ao valor de seu alcance médio.

Partículas - α podem ser oriundas de fontes radioisotópicas, aceleradores ou reatores nucleares.

2.5 - A técnica da radiografia com partículas - α

Normalmente as técnicas de radiografia que empregam partículas - α como radiação penetrante são técnicas de autoradiografia. Em contraste com as técnicas de radiografia convencionais, na da autoradiografia a amostra a ser inspecionada é a própria fonte de radiação penetrante uma vez que um material radiativo é incorporado em seu interior.

A primeira autoradiografia foi obtida em 1896 quando uma emulsão de cloreto de prata foi acidentalmente enegrecida por sais de urânio. O desenvolvimento da autoradiografia como técnica operacional teve um impulso

real com o desenvolvimento de emulsões fotográficas a base de sais de prata e, com a disponibilidade do radioisótopos artificiais emissores alfa. Neste caso o mais utilizado é o polônio-210 ($T_{1/2} = 138 \text{ d}$) [6].

A autoradiografia é obtida colocando a amostra, com o material radiativo incorporado, em firme contato com um filme, convencional para raios – X, o qual após ser revelado mostra a imagem da localização deste material.

Alternativamente emulsões fotográficas líquidas e telas fluorescentes são também utilizadas.

Caso a imagem seja registrada em filmes convencionais, as principais questões a serem consideradas são:

- tempo de exposição: a característica do filme a ser utilizado dependerá da temperatura, da quantidade de material radioativo presente na amostra e da sua atividade específica. Para pequenas quantidades de material radioativo, deve-se optar pelo filme mais rápido disponível, de modo a se evitar exposições longas de semanas ou meses;

- resolução: depende da geometria de irradiação bem como das características do filme empregado. Neste caso em que as fontes de radiação são distribuídas através de toda ou quase toda a amostra, quanto menor a distância amostra – filme, melhor será a resolução. Além disto a resolução é fortemente influenciada pelas espessuras da amostra e da emulsão fotográfica e pelo alcance da radiação penetrante. Quanto mais fina for a amostra e a emulsão e, menor for o alcance da partícula - α , melhor será a resolução.

É importante salientar que embora tenhamos dado ênfase a técnica da autoradiografia com partículas - α existem ainda outras técnicas radiográficas para a inspeção de amostras finas, que empregam partículas - β como radiação penetrante, resultantes do decaimento de alguns outros radioisótopos. Dentre estes destacam-se: trítio ($T_{1/2} = 12,3 \text{ a}$), carbono-14 ($T_{1/2} = 5730 \text{ a}$), fósforo -32 ($T_{1/2} = 14,3 \text{ d}$), enxofre-35 ($T_{1/2} = 87 \text{ d}$) [37, 38, 39, 40].

Desde que em muitos casos as emissões das radiações penetrantes são acompanhadas por radiação - γ a imagem registrada em filmes convencionais, poderá exibir um fundo ótico elevado causado por esta radiação.

Estas técnicas encontram aplicações em diversos setores científicos e industriais, destacando os seguintes estudos:

- distribuição de radioatividade em agulhas de Rádio utilizadas em radioterapia;
- quantidade de Tório em fios de tungstênio utilizados na fabricação de lâmpadas e válvulas;
- eficiência de lubrificantes;
- distribuição de metais em ligas;
- restauração de fotografias;
- células, cromossomos;
- histologia, botânica etc.

O estado da arte é um equipamento digital capaz de prover imagens em tempo - real com uma resolução espacial de até 15 μ m [41].

2.6 - Detectores de traços nucleares de estado sólido - SSNTD

Tipicamente os detectores de traços nucleares de estado sólido são materiais dielétricos capazes de registrar a presença de radiação ionizante mediante danos causados em sua estrutura molecular. A sensibilização destes detectores pelas radiações ionizantes ocorre basicamente da seguinte maneira. Partículas carregadas ao interagirem com este meio causam ionizações e excitações. Os elétrons emitidos como consequência das ionizações (raios - delta) podem gerar mais ionizações secundárias e excitações. Os átomos e as moléculas excitadas podem adquirir considerável energia vibracional e passar por um processo de ruptura para formar por exemplo uma cadeia complexa de moléculas estáveis e radicais livres, levando à uma redução na massa molecular da substância. Como consequência destes processos ocorrerá uma trilha de danos, ao longo do percurso da partícula e, caso a resistividade elétrica do meio seja maior do que 2000 Ω .cm, parte destes danos serão permanentes. Neste caso este meio é denominado SSNTD [10, 36].

Estes detectores foram descobertos em 1958 por D.A.Young que observou que os fragmentos da fissão nuclear do urânio causavam danos permanentes em cristais de fluoreto de lítio. Estes danos, visíveis apenas em microscópios eletrônicos, possuíam um formato cilíndrico de diâmetro entre 50 e 100Å e comprimento igual ao alcance dos fragmentos neste material. Em 1959

Silk e Barnes observam os mesmos tipos de danos registrados em cristais de mica. Em 1960 Fleischer, Price e Walker notaram que quando estes cristais eram submetidos à ação de soluções químicas adequadas, os locais danificados eram quimicamente mais reativos do que os locais não danificados e, que suas dimensões poderiam ser ampliadas de modo a torná-los visíveis em microscópios óticos comuns. Nesta condição os danos são chamados de traços. Fleischer constatou ainda que a velocidade do ataque químico em detectores orgânicos aumenta na proporção em que a sua massa molecular média diminui [9].

No processo de ataque químico (comumente chamado de revelação), tem-se duas velocidades: uma ao longo do dano - V_t e a outra na superfície do detector - V_s . Como $V_t > V_s$, os traços adquirem o formato de cones, cujos eixos estão ao longo das trilhas dos danos. A solução química a ser utilizada, difere para cada tipo de detector. Para os orgânicos são utilizadas soluções aquosas de hidróxidos alcalinos enquanto que para os inorgânicos soluções ácidas[9]. A figura 2.4, esquematiza algumas das etapas na formação do traço durante a revelação. Para que uma trilha de danos forme um traço visível, a componente de V_t , perpendicular à superfície do detector, deverá ser maior do que V_s ou seja, $V_t \sin \theta > V_s$, sendo θ o ângulo de incidência da partícula no detector. Assim existirá um ângulo mínimo de incidência- θ_c , abaixo do qual o traço não será observado, dado por:

$$\theta_c = \arcsen(V_s/V_t) \quad (2.11)$$

em geral este ângulo é relativamente pequeno e para os detectores orgânicos, $\theta_c < 5^\circ$ [36].

A ação da solução na trilha de interação, somente será efetiva caso haja uma densidade mínima de danos em seu interior, existindo portanto um limiar energético para cada tipo de radiação ionizante, fato que explica a sensibilidade elevada dos SSNTD para radiações dos tipos α , prótons e fragmentos de fissão e sua quase total insensibilidade para radiações dos tipos β e γ e luz visível [9].

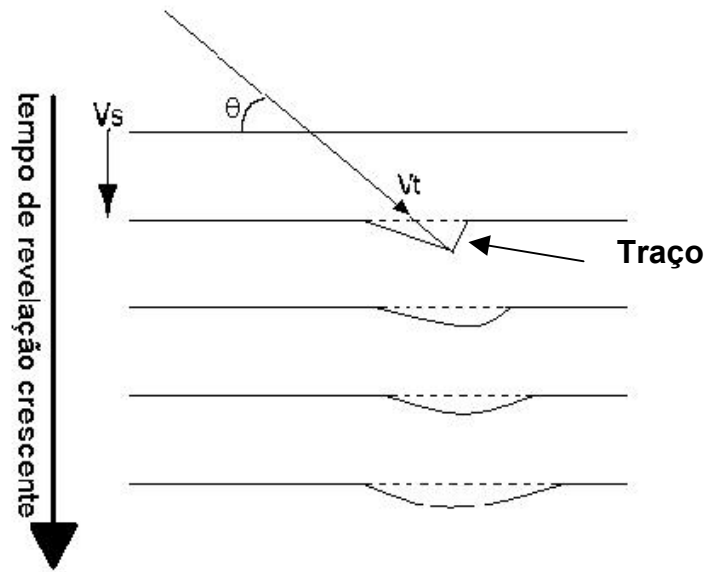


FIGURA 2.4 – Esquema da formação do traço em função do tempo de revelação por incidência oblíqua da partícula carregada. Com o aumento do tempo de revelação o traço, que inicialmente apresenta uma forma cônica, adquire um aspecto esférico.

2.7 - Teoria da formação da imagem radiográfica em SSNTD

A sensação de visualização de uma imagem em um filme radiográfico está diretamente relacionada com a capacidade visual do observador, para discernir variações de intensidades luminosas.

Quando um SSNTD é irradiado em um feixe de partículas ionizantes surgirão danos em sua estrutura molecular. A partir do ataque químico (revelação) surgirão os traços que são as unidades básicas formadoras da imagem [9, 10]. O conjunto de traços dará origem à uma imagem bidimensional, visível à olho nú.

A teoria da formação da imagem radiográfica nestes detectores foi estabelecida em 1991 por R. Ilic' e baseia-se fundamentalmente na transmissão de luz por um único traço [20, 21, 22, 23]. A finalidade desta teoria foi encontrar uma expressão matemática que relacionasse intensidade da luz transmitida pelo detector em função da exposição ao feixe de partículas. Neste trabalho voltado a técnica da radiografia com nêutrons, a intensidade da luz transmitida é medida em unidades de densidade ótica " $Dop = \log(I_0/I)$ ", a fonte de radiação ionizante era uma tela conversora confeccionada a base de boro natural a qual quando irradiada em um feixe de nêutrons térmicos fornece partículas - α e núcleos de

lítio e, a exposição aos nêutrons expressa por $E = S(t) \cdot \rho$ sendo $S(t)$ a área média do traço e “ ρ ” a densidade de traços na área observada.

Considerando uma área $A(0)$ composta pela soma de outras duas, $A(t)$ coberta pelo traço e, $A(f)$ livre, conforme mostrado na figura 2.5, a transmissão de luz - T através de $A(0)$ é dada por:

$$T = I/I_0 = 1/A(0) [T(f) \cdot A(f) + \sum T_i \cdot A(t)] \quad (2.12)$$

sendo:

I_0 e I - intensidades de luz incidente e transmitida através de A_0

$T(f)$ - transmissão de luz através de $A(f)$

$\sum T_i$ - transmissão de luz integrada através de $A(t)$

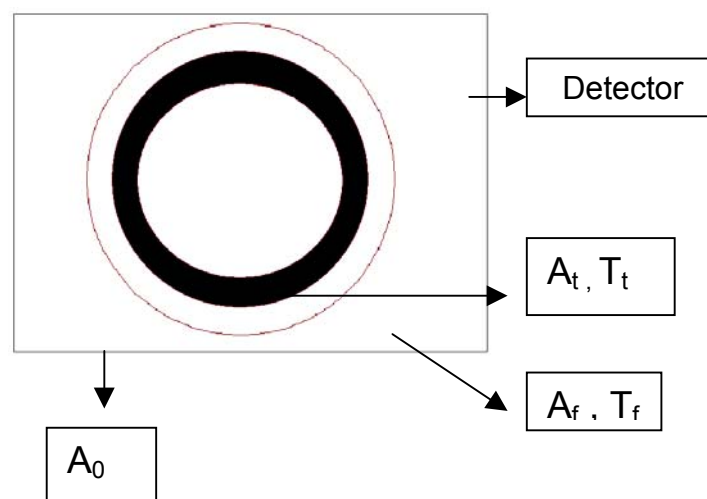


FIGURA 2.5 – Representação geométrica de um traço no detector

Esta teoria admite que:

- 1) as superfícies dos traços formados são circulares e de mesma área
- 2) a transmissão de luz é a mesma para todos os traços
- 3) existe uma dependência radial $T(r)$ para a transmissão da luz ao longo do interior do traço. A figura 2.6 [20] mostra a distribuição radial da densidade ótica no interior de um único traço, através dos quais obtém - se a função $T(r)$.

Considerando ainda o efeito de sobreposição de traços, mostrado na figura 2.7 cuja conseqüência é uma diminuição da densidade ótica e, que existem

variações da densidade de traços em função do ponto “r” de observação, a equação geral para “Dop” fica:

$$Dop(r) = -\log[T(f) \cdot \exp(-E) + 2\pi\rho(r) \int T(r) \cdot \exp(\pi \cdot \rho(r) \cdot r^2) r \cdot dr] \quad (2.13)$$

O processo de transmissão de luz pelos traços é governado pelas leis da refração [42]. Desta forma a transmissão da luz dependerá de sua forma geométrica, a qual basicamente é determinada pelas condições de revelação. Traços obtidos em pequenos tempos de revelação exibem um perfil lateral cônico enquanto que os obtidos em grandes tempos tendem à uma forma esférica (figura 2.4). Mediante considerações puramente geométricas pode-se mostrar que os cônicos espalham mais a luz do que os esféricos de modo que os primeiros fornecerão um maior contraste ótico na imagem radiográfica.

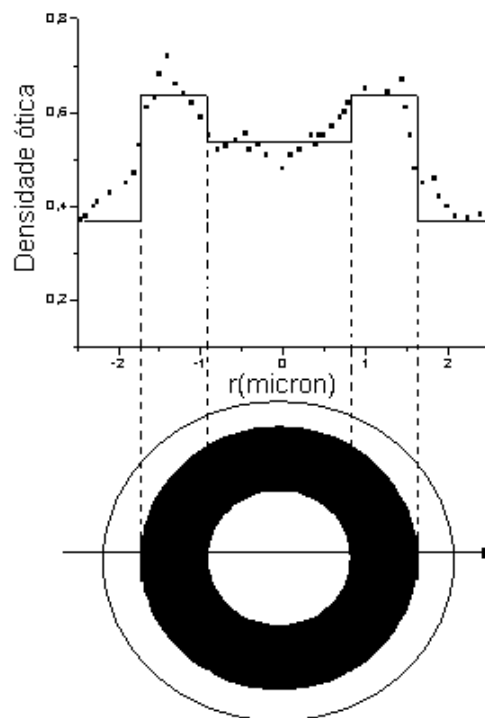


FIGURA 2.6 – Distribuição da densidade ótica no interior de um traço

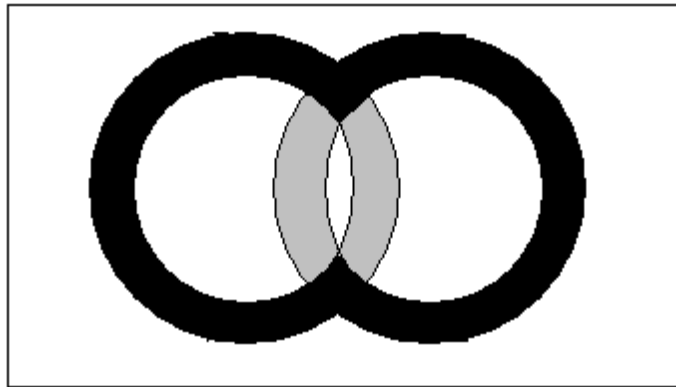


FIGURA 2.7 – Perda da densidade óptica causada pela sobreposição de dois traços, mostrada pela área de tonalidade mais clara.

A equação 2.13, pode também ser empregada para descrever o comportamento da chamada resolução intrínseca – U_i do método. Neste caso é necessário exprimir $\rho(r)$ para a imagem de um objeto opaco a nêutrons. Nestes casos as expressões para $Dop(r)$ são chamadas Edge Spread Function - ESF e Line Spread Function - LSF respectivamente, sendo $LSF = d(ESF)/dx$. O alargamento total à meia - altura(FWHM) de LSF fornecerá o valor de U_i , como mostrado na figura 2.8.

Ilic' previu também que a resolução intrínseca do método depende do alcance da partícula ionizante no conversor e do diâmetro do traço, de acordo com a expressão (2.14):

$$U_i = [(0,77 \cdot R \cdot \cos\theta)^n + (0,866 \cdot \phi)^n]^{1/n} \quad (2.14)$$

sendo:

$R, \cos\theta$ – alcance e ângulo de incidência da partícula no detetor

ϕ - diâmetro do traço

Anteriormente a estes trabalhos, A.A. Harms, Wrobel e Greim [43, 44], e outros, estudando as distribuições de densidades óticas através de fendas opacas à nêutrons, concluíram que uma das funções matemáticas que apresentava o melhor resultado em termos de ajuste, aos pontos experimentais, era a da distribuição Lorenziana e neste caso a LSF e a ESF vem dadas por:

$$LSF = C/(1+(C)^2x^2) \quad (2.15)$$

e

$$ESF = \arctg(C.x) \quad (2.16)$$

Em termos experimentais é normalmente mais simples determinar a função ESF, pois trata-se simplesmente da obtenção de uma imagem de um objeto opaco a nêutrons, radiografado em contato com o conversor detector. Este foi o método empregado neste trabalho e a resolução foi obtida diretamente da função “arctan” uma vez que o alargamento (FWHM) da Lorentziana vem dado por :

$$U_t = 2/(C) \quad (2.17)$$

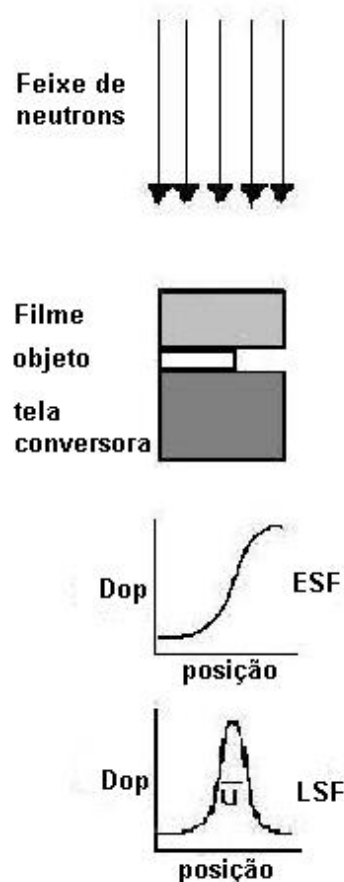


FIGURA 2.8 – Diagrama esquemático mostrando a metodologia para a determinação da resolução

2.8 - Processamento de Imagens digitais [4, 45, 46]

O processamento de imagens digitais, ou seja, a manipulação de imagens em computadores, é uma técnica relativamente recente. Muitas destas técnicas foram desenvolvidas nos anos 60 no laboratório da propulsão a jato (JPL), no Massachusetts Institute of Technology (MIT), nos laboratórios da Bell, e na universidade de Maryland [45]. Nesta época o custo do processamento era

razoavelmente elevado. Nos anos 70 o processamento de imagens digitais proliferou quando computadores mais baratos e softwares específicos se tornaram disponíveis. As imagens puderam inclusive ser processadas em tempo - real. Hoje em dia a fácil acessibilidade a computadores rápidos tornou o processamento de imagens digitais a forma mais comum e barata de análise de imagens.

Uma imagem digital é uma representação matricial da uma imagem real. Em um modelo elementar, o termo “imagem” refere-se a uma função bidimensional de intensidade de luz, denotada por $f(x,y)$, cujo valor ou amplitude na coordenada espacial (x,y) fornece a intensidade (brilho) da imagem naquele ponto.

Em decorrência da natureza da luz (energia eletromagnética):

$$0 < f(x,y) < \infty \quad (2.18)$$

A digitalização das coordenadas espaciais (x,y) é chamada amostragem e a digitalização da amplitude, quantização em níveis de cinza. No processo de digitalização, a imagem contínua $f(x,y)$ é aproximada por amostragens eqüidistantes, como mostra a equação 2.19, onde cada elemento da matriz é uma quantidade discreta:

$$f(x,y) \approx \begin{pmatrix} f(0,0) & f(0,1) & \dots & f(0,M-1) \\ f(1,0) & f(1,1) & \dots & f(1,M-1) \\ : & & & \\ f(N-1,0) & f(N-1,1) & \dots & f(N-1,M-1) \end{pmatrix} \quad (2.19)$$

O lado direito da equação 2.19 representa o que é comumente chamado uma imagem digital e cada elemento da matriz é referido como pixel (picture element). O termo imagem digital pode também ser aplicado a dados associados a pontos dispersos sobre uma região tridimensional e, nesse caso, cada elemento é chamado de voxel (volume element).

A conversão, analógica \Rightarrow digital pode ser executada por uma variedade de dispositivos tais como câmeras digitais, scanners, etc.

Alternativamente a conversão pode ser feita por uma placa digitalizadora acoplada a um dispositivo analógico. Uma imagem digital com “n” bits pode ser representada em uma escala com 2^n níveis de cinza. Assim para $n = 8$ a escala terá 256 níveis de cinza que variam de 0 para nível mais escuro até 255 para o mais claro.

Após digitalizada a imagem poderá ser processada mediante o uso de algoritmos. O processamento de imagens digitais é uma ciência que manipula matematicamente imagens e cobre um amplo espectro de técnicas que são direcionadas a um grande número de aplicações. As funções de processamento podem ser expressas como:

$$g(x,y) = T[f(x,y)] \quad (2.20)$$

onde $f(x,y)$ é a imagem de entrada, $g(x,y)$ é a imagem processada e T é um operador sobre f .

Técnicas de processamento são utilizadas quando se deseja:

- realçar ou modificar uma imagem para melhorar a aparência ou destacar algum aspecto da informação nela contida;
- categorizar, classificar, coincidir ou medir elementos dentro da imagem;
- combinar ou reorganizar porções da imagem;

Dentre as operações mais empregadas destacam-se:

- Média aritmética e geométrica entre imagens para a redução de ruído;
- Subtração de imagens para determinar diferenças e mudanças entre duas imagens estáticas e corrigir não uniformidades do feixe de radiação penetrante;
- Subtração de imagem “Máscara” para determinar mudanças com relação a esta imagem máscara padrão, de modo a estudar processos dinâmicos ou, determinar a direção de algum movimento na imagem. Uma aplicação desta operação é a comparação de duas imagens de uma mesma amostra, uma obtida normalmente e outra com algum agente contrastante. A imagem diferença revelará regiões penetradas pelo agente contrastante, por exemplo, em trincas, micro - rachaduras, etc;

- Integração ou soma que permite melhorar a qualidade de imagens originalmente com pouca luminosidade intrínseca;
- Negativos de imagens;
- Aumento de contraste;
- Compressão ou redução da faixa dinâmica para ajustar as partes mais brilhantes ou mais escuras da imagem a capacidade do monitor ou do dispositivo de visualização;
- Corte de níveis de cinza para destacar uma faixa específica de níveis de cinza;
- Realce de contraste em regiões localizadas;
- Filtragem. Filtros são máscaras aplicadas ao conjunto dos pixels de uma imagem. Estas máscaras são matrizes cujos elementos determinarão a sua função. Os filtros normalmente subdividem-se em suavizadores e de realce de bordas;
- Passa - baixa é utilizado para suavizar bordas e reduzir ruídos de uma imagem para, por exemplo, remover pequenos detalhes ou manchas e o segundo para realçar as bordas da imagem;
- Mediana para a redução de ruído com a preservação da agudez e dos cantos da imagem. É particularmente eficaz quando o padrão de ruído consiste de componentes pontuais intensos;
- Passa – alta é utilizado para destacar detalhes tênues ou realçar detalhes que tenham sido suavizados por erros ou por efeitos naturais na aquisição da imagem;
- Derivativos. Um dos métodos mais comuns de diferenciação no processamento de imagens é o gradiente. As máscaras deste operador são projetadas convenientemente de modo que, por exemplo, em regiões sem variação de intensidade, produza-se um pixel nulo ou seja uma região escura.

2.9 - Considerações gerais a respeito da técnica da radiografia induzida

Neste ponto do trabalho é fundamental reunir as idéias que deram origem a técnica da radiografia com partículas - α induzida por nêutrons (NIAR) e descrever as etapas e os processos envolvidos na obtenção de uma imagem. Passo a passo eles podem ser descritos da seguinte maneira. Um feixe de

nêutrons térmicos oriundo de um equipamento para radiografia com nêutrons induz reações nucleares do tipo (n,α) em uma tela conversora a base de boro gerando o feixe de radiação penetrante. A intensidade deste feixe, que é transmitida pela amostra em estudo, incide em um detector de traços nucleares de estado sólido causando danos os quais através de um ataque químico adequado transformam-se em traços que são as unidades básicas formadoras da imagem. O conjunto destes traços forma uma imagem bidimensional, da estrutura interna da amostra, a qual é analisada em um sistema digital que dentre outras características, propicia uma melhora significativa na sua qualidade final. Os detalhes experimentais para a obtenção e análise destas imagens serão abordados no Capítulo 3.

CAPÍTULO 3 – PARTE EXPERIMENTAL

3.1 - Tela Conversora [28]

A tela conversora utilizada foi confeccionada à base de boro natural e, fabricada pela Kodak-Pathé (França). Em seu processo de fabricação, uma quantidade de boro em pó (pureza > 99,9%) é misturada a um aglutinante orgânico (gel ou cola) e ambos são depositados em uma base plástica. Este conjunto passa então por um processo de prensagem à quente, resultando em uma superfície homogênea de coloração marrom. Nesta condição o boro permanece aderido à esta superfície. Esta tela possui as seguintes características:

- espessura da base plástica - 105 μm
- espessura da camada de boro natural - 65 μm .
- densidade do boro na tela - $\sim 0,9 \text{ g/cm}^3$

O boro é um elemento químico de número atômico $Z = 5$ massa atômica $A = 10,811$ e possui dois isótopos naturais de massas 10 e 11 nas abundâncias de 20 e 80% respectivamente. As seções de choque microscópicas para absorção de nêutrons para estes isótopos valem 3813 barn e 11 barn, resultando para o natural o valor de 755 barn. Estes valores referem-se à nêutrons de energia 25 meV [24]. De acordo com cálculos teóricos, previamente efetuados para o espectro de nêutrons extraído do arranjo experimental empregado neste trabalho, a seção de choque efetiva de absorção para o boro natural tem o valor de 1300 barn o que corresponde à uma transmissão de 66% para esta tela conversora [5].

Os danos nos detectores são induzidos pelos produtos da reação nuclear $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$ ou seja, partículas - α de energia 1,47 MeV e núcleos de lítio - 7 de energia 0,84 MeV.

3.2-Detectores

No presente trabalho foram empregados três tipos de detectores de traços nucleares: Makrofol-DE, Makrofol-E e CR-39. Os dois primeiros para caracterizar e verificar a viabilidade do sistema digital proposto, para a aquisição e

análise de dados e para processamento de imagens e, o terceiro para determinar os parâmetros da técnica radiográfica proposta - NIAR.

3.2.1 - Makrofol-DE [46]

O Makrofol-DE (Mk-DE) é um policarbonato manufaturado pela Bayer A.G., para ser utilizado em diversos setores industriais. O polímero de partida empregado em sua confecção é o da série Makrolon - 3200, com base no bisfenol-A. Sua fórmula molecular é $C_{16}H_{14}O_3$, e sua densidade é $1,2g/cm^3$. A sua espessura é de $500\mu m$. No processo de revelação os danos são atacados quimicamente por uma solução padrão denominada PEW, a $70^\circ C$, cuja composição em massa é:

- Hidróxido de Potássio, grau P.A - 15%
- Álcool etílico absoluto, grau P.A - 40%
- Água deionizada - 45%.

3.2.2 - Makrofol-E [28]

O Makrofol-E (Mk-E) é um policarbonato manufaturado pela Bayer A.G através de um processo de extrusão, com espessuras entre 0,2 e 0,5 mm sendo bastante empregado para a fabricação de isolantes elétricos. Sua fórmula molecular é $C_{16}H_{14}O_3$, possui um estrutura amorfa e densidade $1,29g/cm^3$. É um material translúcido apresentando uma face rugosa e outra lisa, sendo esta última aonde os danos são registrados. O Mk-E utilizado neste trabalho possui espessura de $200\mu m$ e no processo de revelação os danos são atacados quimicamente pela mesma solução PEW a $70^\circ C$.

3.2.3-CR-39 [9]

O CR-39 é um policarbonato, manufaturado pela Pershore Mouldings (Inglaterra), produzido a partir do dietileno diglicol (alilcarbonato) e denominado "Polialilidiglicol carbonato". Dentre as suas principais aplicações destaca-se a sua utilização em ótica na fabricação de lentes em geral. Sua fórmula molecular é $C_{12}H_{18}O_7$ e possui densidade de $1,32g/cm^3$. A sua espessura é de $600\mu m$. Este CR-39 é incolor, transparente à luz visível e é resistente ao calor de até $100^\circ C$.

No processo de revelação os danos são atacados quimicamente por uma solução padrão a 70°C cuja composição em massa é:

- Hidróxido de Potássio, grau P.A - 30%
- Água deionizada - 70%

3.3 – Irradiações

As irradiações referentes a este trabalho foram realizadas no canal de irradiação 08 do Reator Nuclear de Pesquisas IEA-R1 do IPEN-CNEN/SP, onde existe instalado um equipamento operacional para radiografia com nêutrons esquematizado na figura 3.1. Este canal é radial em relação ao núcleo do reator, com diâmetro interno de 20cm. No interior deste canal estão inseridos dois tubos de alumínio, soldados entre si, com comprimento total 1,9m e diâmetro externo ~20cm e, que tem por finalidade conter os colimadores, filtros e outros componentes essenciais à extração do feixe de nêutrons.

O feixe, proveniente do núcleo do reator, penetra pela face frontal deste tubo, e em seu caminho atinge:

- um filtro contra radiação - γ confeccionado em bismuto. As suas dimensões foram calculadas de modo a manter a razão nêutron/gama, $n/\gamma > 10^5$ n/cm².mRem e, neste caso sua espessura deve ser de 25cm com diâmetro de 14cm. Com esta espessura o filtro conduz à uma redução de um fator $\sim 6 \times 10^{-6}$ para a intensidade da radiação- γ e de $\sim 2 \times 10^{-3}$ para a intensidade dos nêutrons com energia superior a 1,8meV e de $\sim 0,69$ para energias menores. É importante salientar que a eficácia do bismuto para atenuação da radiação- γ é similar à do chumbo pois seus números atômicos são muito próximos. Entretanto a sua seleção deu-se principalmente porque este material apresenta uma maior transparência aos nêutrons pois, possui uma seção de choque para absorção, de 34mbarn a qual é 5 vezes menor que a do chumbo, enquanto que as de espalhamento permanecem ambas próximas à 9barn;
- um colimador cônico divergente composto por uma estrutura de alumínio de alta pureza preenchida com uma mistura de ácido bórico e parafina derretida (parafina borada). Este colimador possui as seguintes características:

- comprimento: 150cm.
- diâmetro da abertura frontal: 7cm.
- diâmetro da abertura de saída: 16cm.
- razão de colimação - $L/D \sim 70$, dada pela razão entre a distância de entrada do feixe ao local de irradiação da amostra.

Com estas características, este colimador conduz a uma atenuação de $1,2 \times 10^{-5}$ ao feixe de nêutrons que incide em sua abertura frontal.

Nestas condições a redução total ao fluxo de nêutrons causada pelos filtros e pela colimação será de $2,5 \cdot 10^{-8}$, resultando um fluxo de $\sim 1,75 \times 10^6$ n/s.cm² no local de irradiação com uma dose- γ e de nêutrons de ~ 2 Rem/h e ~ 7 Rem/h respectivamente.

- Anel de chumbo revestido com cádmio com diâmetro externo de ~ 20 cm e interno de ~ 14 cm e comprimento 25cm no interior do qual o filtro de bismuto é inserido para minimizar o “efeito coroa” das radiações - γ e nêutrons;

- Obturadores de feixe - Com o intuito de aumentar a segurança do equipamento e do pessoal, em termos de proteção radiológica, foram instalados dois obturadores, um contra radiação neutrônica, e outro contra radiação - γ . O primeiro se encontra no interior da blindagem biológica do reator e, posicionado junto ao colimador de nêutrons. Confeccionado em alumínio, é acionado por um sistema de ar comprimido, o qual é totalmente preenchido com água deionizada quando o feixe não está sendo utilizado e esvaziado quando se quer dar início a irradiação. O segundo é uma estrutura composta de chumbo, gadolínio e cádmio com dimensões de 40cmx40cm e 20cm de espessura na direção do feixe, posicionado junto a blindagem biológica do reator. Este obturador se movimenta na direção vertical por meio de uma talha elétrica e intercepta perpendicularmente o feixe de nêutrons quando este não está sendo utilizado.

Estes dois obturadores permitem que a dose de radiação neutrônica e gama estejam à níveis seguros tanto na parte interna quanto na externa da blindagem. As figuras 3.2 e 3.3 mostram, o interior da blindagem com as posições de irradiação e sua parte externa respectivamente.

Faz parte deste equipamento uma blindagem externa, composta basicamente por parafina, ácido bórico, cádmio, chumbo e concreto de barita, que é posicionada junto à blindagem biológica do reator. Possui duas paredes de

chumbo de dimensões 2,0mx1,0m e espessura 0,1m, e duas outras independentes, uma de concreto de barita e outra de parafina borada que dão continuidade às de chumbo com dimensões 2mx3,5m e espessura de 0,3m cada uma.

Por fim possui também um beam-catcher com aproximadamente 4.000Kg que pode se mover horizontalmente, sobre rodízios e trilhos, até 2 m ao longo do feixe de nêutrons permitindo várias posições de irradiação, um fácil manuseio de amostras e, uma contribuição desprezível dos nêutrons e da radiação- γ espalhadas pela própria blindagem, na formação da imagem radiográfica. As características do feixe de nêutrons na posição onde o fluxo de nêutrons é máximo, estão apresentadas na tabela 3.1[46].

TABELA 3.1 – Características do feixe de nêutrons extraído do arranjo experimental.

Fluxo no local de irradiação	1,75x10 ⁶ n/cm ² .s
Razão fluxo térmico/epitérmico	5,7
Razão de cádmio	150
Razão n/ γ	8x10 ⁵ n/cm ² .mrem
Razão de colimação	70
Homogeneidade	~5%
Diâmetro útil	20cm
Energia média	7meV

* variações na transmissão de luz ao longo do diâmetro útil do feixe.

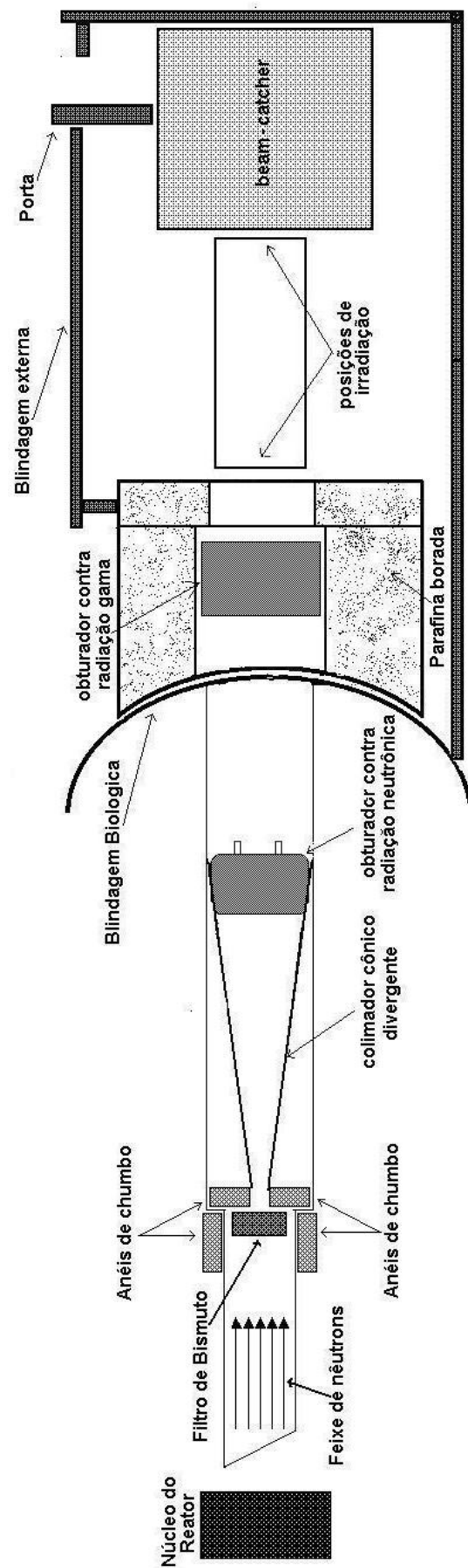


FIGURA 3.1 - Esquema do arranjo experimental

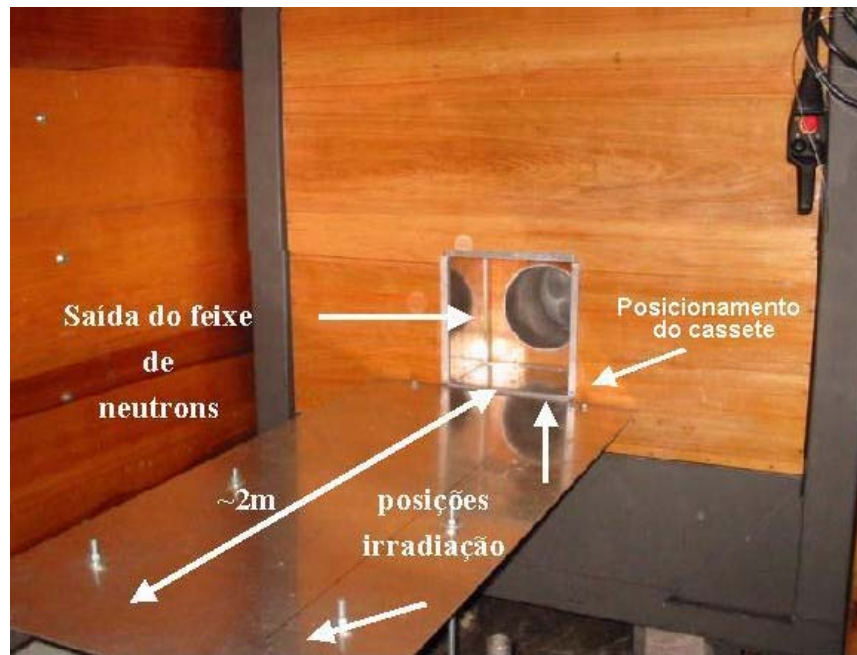


FIGURA 3.2 - Interior da blindagem do arranjo experimental de radiografia com nêutrons



FIGURA 3.3 – Visão externa do arranjo experimental de radiografia com nêutrons

3.3.1 – Obtenção de uma radiografia pela técnica NIAR

Afim de se obter uma radiografia, o SSNTD, a amostra e a tela conversora e nesta ordem, com relação ao feixe de nêutrons, são mantidos em firme contato no interior de um cassete de alumínio durante a irradiação, como mostrado nas figuras 3.4 e 3.5. O nêutron passa pelo SSNTD, passa pela amostra e irá induzir reações nucleares na tela. O feixe de partículas gerado atinge a amostra e a fração transmitida sensibiliza o SSNTD gerando danos, os quais após serem atacados quimicamente geram traços que formam uma imagem bi - dimensional da amostra em estudo.

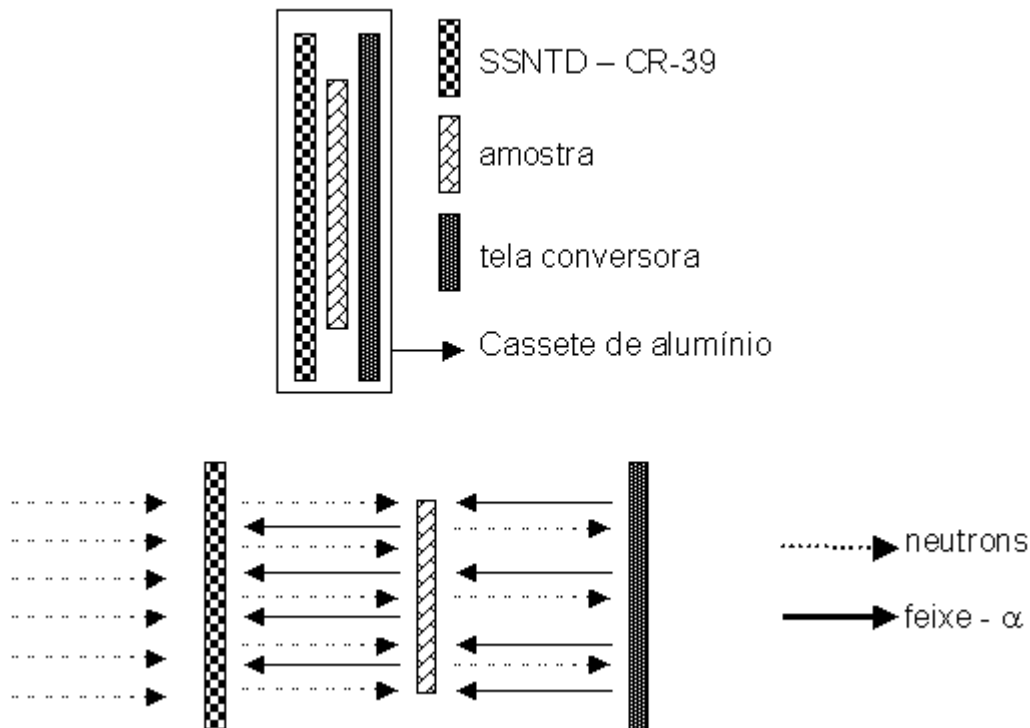


FIGURA 3.4. – Representação esquemática para obtenção de uma radiografia com partículas - α induzidas por nêutrons

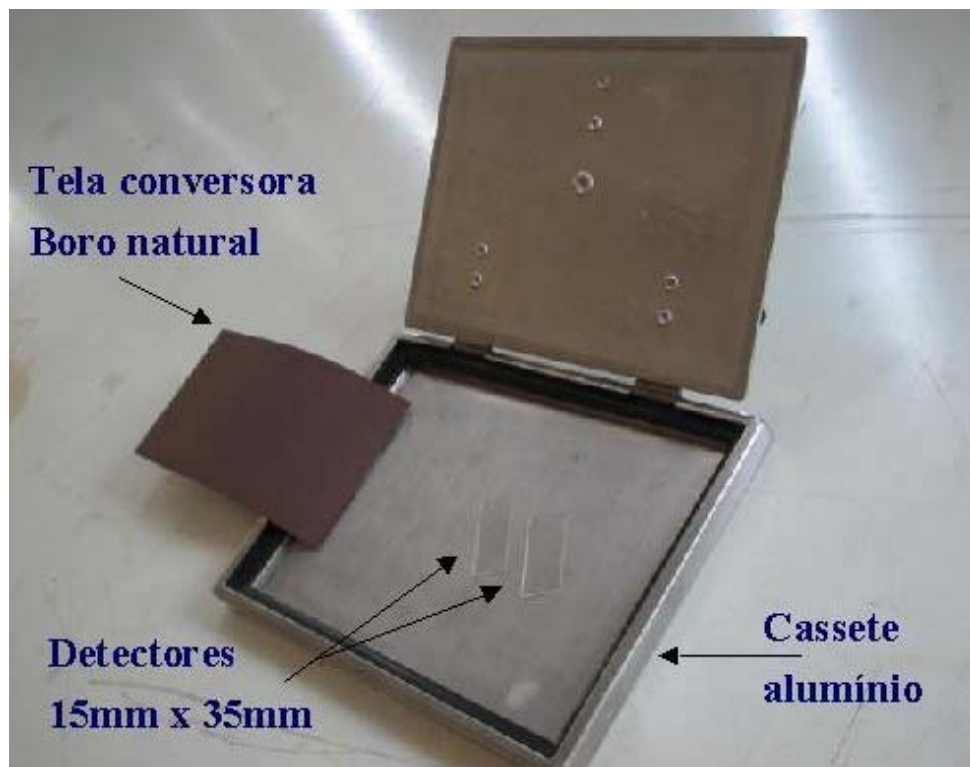


FIGURA 3.5 – Montagem do conjunto cassete de alumínio, detector e conversor para obtenção da radiografia.

3.4 - Ataque químico (revelação) [8]

Após as irradiações, os detectores são então atacados quimicamente. O método já segue um padrão estabelecido, no qual os detectores são inseridos em cubas de 400 ml contendo a solução química, aquecida a uma temperatura constante. O dispositivo utilizado neste aquecimento é denominado de “banho maria”, mostrado na figura 3.6, no qual um volume de aproximadamente 30 litros de água é aquecido por resistências elétricas e a homogeneidade do aquecimento é otimizada mediante agitação mecânica provocada por uma pequena hélice acoplada a um motor elétrico. Após a revelação, os detectores são imersos em uma solução de ácido acético a 20% em volume para interromper a ação da solução reveladora para então serem lavados em água corrente e filtrada. Para a sua secagem, são envolvidos em papéis suaves e absorventes. Nesta situação, estão prontos para serem analisados.



FIGURA 3.6 – Banho Maria para a revelação dos detectores

3.5 - Sistema digital

O sistema digital, mostrado nas figuras 3.7 e 3.8, consiste de dois subsistemas. O primeiro denominado SACT (Sistema para Análise de Conjunto de Traços) é utilizado para avaliar intensidade de luz transmitida pelos detectores e, consta basicamente de um scanner acoplado a um PC e de um software para o processamento do sinal. Os detectores são colocados lado a lado em uma bandeja de vidro de alta transparência e um feixe de luz varre toda a área desta bandeja. A intensidade da luz que é transmitida pelos detectores é capturada por um sensor e avaliada em uma escala de níveis de cinza de 8 ou de 16 bits. No primeiro caso a escala possui 256 níveis de cinza que varia de 0 (para o pixel mais escuro) a 255 (para o mais claro) e, no segundo 65536 níveis de cinza.

As principais características destes equipamentos são:

a) Scanner

Marca: Microtek

Modelo: ScanMaker i900

Resolução: 150 a 6400 dpi (dots per inch)

Faixa de densidade ótica: 0 a 4,2

Faixa dinâmica: 8 ou 16 bits para imagens em níveis de cinza

Modos de operação: reflexão e transmissão de luz

Área máxima de varredura : 8,5" x 14"

b) Computador

Processador Pentium IV

1Gb de RAM

Sistema operacional: Windows 98 (2ª edição)

c) Software

Image – pro plus versão 4.1

O segundo subsistema, denominado SATI (Sistema de Análise de Traços Individuais), foi projetado para avaliar o tamanho, a densidade dos traços bem como a transmissão de luz por um único traço. Consiste de um microscópio ótico com uma câmera de vídeo acoplada, usada para capturar a imagem ampliada. A digitalização e o processamento de imagens são executados utilizando uma placa de captura e o mesmo computador e software já mencionados anteriormente. As características destes equipamentos são [18] :

a) Microscópio

Marca: Leitz

Modelo: Ergolux

Modos de operação: transmissão e reflexão de luz

Aumentos: 300x - 600x - 1500x

Sistema ocular: bifocal

b) Câmera de vídeo

Marca: Burle analógica

Modelo: TC651B

CCD: 1/3"

c) Placa de captura

Pixel View 4.1

Resoluções: 160x120 - 320x240 - 640 x 480 linhas x colunas



FIGURA 3.7 - Sistema digital - SACT



FIGURA 3.8 - Sistema digital - SATI

3.6 - Sistema analógico

Foram empregados dois sistemas para leituras analógicas: um para a determinação das características individuais dos traços tais como seu diâmetro e densidade e, outro para a leitura da intensidade de luz transmitida através dos detectores.

No primeiro, mostrado na figura 3.9 é usado o mesmo microscópio mencionado anteriormente e, as imagens capturadas pela mesma câmera de vídeo são projetadas em um monitor para avaliação do diâmetro e da densidade de traços.

O segundo sistema, esquematizado na figura 3.10 é um microfotômetro ótico, fabricado pela firma Jarrel - Ash. O microfotômetro é constituído basicamente por uma fonte homogênea de luz, que emite um feixe na direção de uma fenda com largura ajustável entre $3\mu\text{m}$ e $20\mu\text{m}$ e, comprimento de 0,7 mm. O feixe de luz emergente é colimado na direção de um fotômetro que registra a intensidade da luz que passa pela fenda. Entre a fonte e a fenda, um trilho metálico pode deslizar perpendicularmente ao feixe de luz e esse movimento pode ser realizado manual ou automaticamente. As leituras são feitas fixando os detectores em uma lâmina de quartzo e, esta ao trilho e posicionando-os de modo a interceptarem o feixe de luz que atingirá a fenda. A intensidade transmitida é avaliada em uma escala de densidade ótica (DO) que varia entre 0 e 2, correspondendo ao feixe de luz não atenuado e, a uma transmissão de 1% respectivamente [17, 32].



FIGURA 3.9 – Sistema analógico de leitura com microscópio

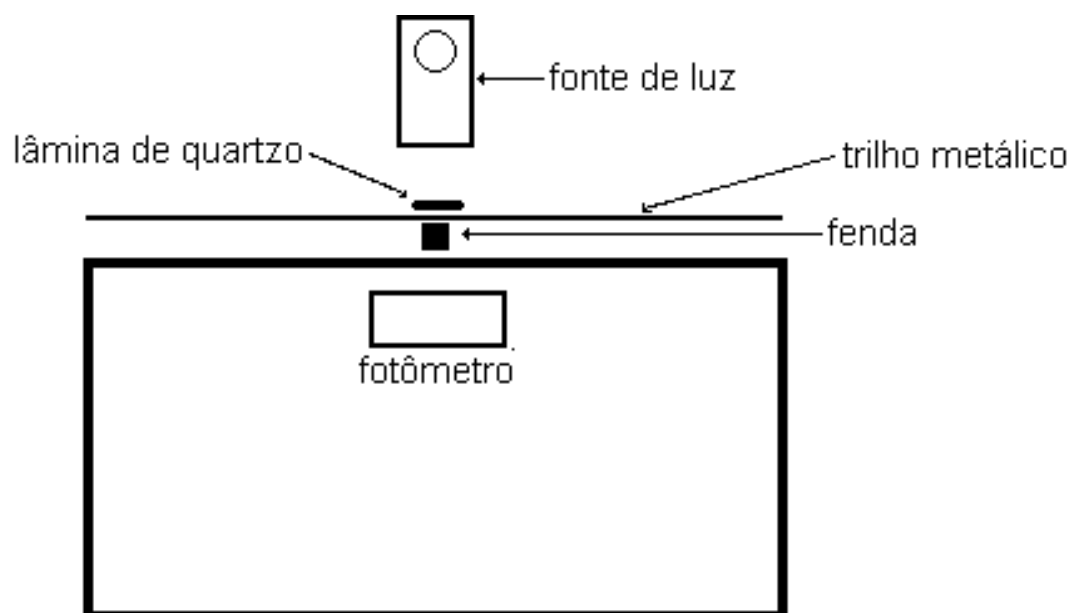


FIGURA 3.10 – Sistema de leitura - Microfotômetro

CAPÍTULO 4 - OBTENÇÃO E ANÁLISE DE DADOS

4.1 - Viabilidade do sistema digital [18]

A verificação da viabilidade de uso do sistema digital foi feita comparando os valores que foram determinados para os parâmetros que são fundamentais para a caracterização da técnica radiográfica proposta que são, a taxa de crescimento do diâmetro do traço, a taxa de produção de traços e, o intervalo de exposição e tempo de revelação para a obtenção do melhor contraste ótico, com aqueles obtidos utilizando o sistema analógico, para os detectores Mk-DE e Mk-E.

Faz também parte desta verificação a avaliação da reprodutibilidade deste sistema.

Para estes estudos os detectores foram cortados em tiras de aproximadamente 15mm x 35mm.

4.1.1 – Taxa de crescimento do diâmetro do traço

A taxa de crescimento do diâmetro do traço foi determinada através dos valores do diâmetro dos traços em função do tempo de revelação do detector. Para a realização destas medidas foram empregados 6 detectores MK-DE e 6 MK-E. Para minimizar a sobreposição de traços o que conduz à uma avaliação falsa do diâmetro, a exposição aos nêutrons foi mantida tão baixa quanto $E \sim 2 \times 10^7 \text{ n.cm}^{-2}$ o que corresponde a uma irradiação de aproximadamente 10 segundos. A exposição aos nêutrons é dada por $E = \phi.t$ sendo “ ϕ ” o fluxo de nêutrons ($\text{n.s}^{-1}.\text{cm}^{-2}$) e “ t ” o tempo de irradiação (s). Após a irradiação, os detectores foram atacados quimicamente e os diâmetros avaliados no sistema digital e no sistema analógico.

Utilizando o sistema digital SATI as imagens dos traços individuais foram ampliadas 1500x no microscópio e após serem capturadas pela câmera de vídeo são digitalizadas. Nesta forma digital as imagens foram processadas, de modo a melhor definir as bordas dos traços e, ampliadas 16 vezes via software (zoom). Os diâmetros foram determinados medindo a distância linear entre dois

pixels diametralmente opostos, usando uma escala de comprimento previamente calibrada como mostrado na figura 4.1.

A figura 4.2 mostra o comportamento do diâmetro do traço em função do tempo de revelação para o Mk-DE e Mk-E onde cada ponto experimental corresponde a média entre 10 diâmetros individuais e as barras de erro são os desvios padrões das médias. A taxa de crescimento do traço é numericamente igual ao valor do coeficiente angular da reta ajustada a estes pontos.

No sistema analógico as imagens dos traços individuais também foram ampliadas 1500x e após serem capturadas pela mesma câmera, podem ser visualizadas na tela do monitor de vídeo. Os diâmetros dos traços são avaliados mediante o uso de uma régua plástica graduada em milímetros e, diretamente na tela do monitor, como mostrado na figura 4.3 [8, 15].

Os valores das taxas de crescimento dos traços obtidas para ambos os detectores e para os sistemas digital e analógico estão apresentados nas tabelas 4.1 e 4.2.

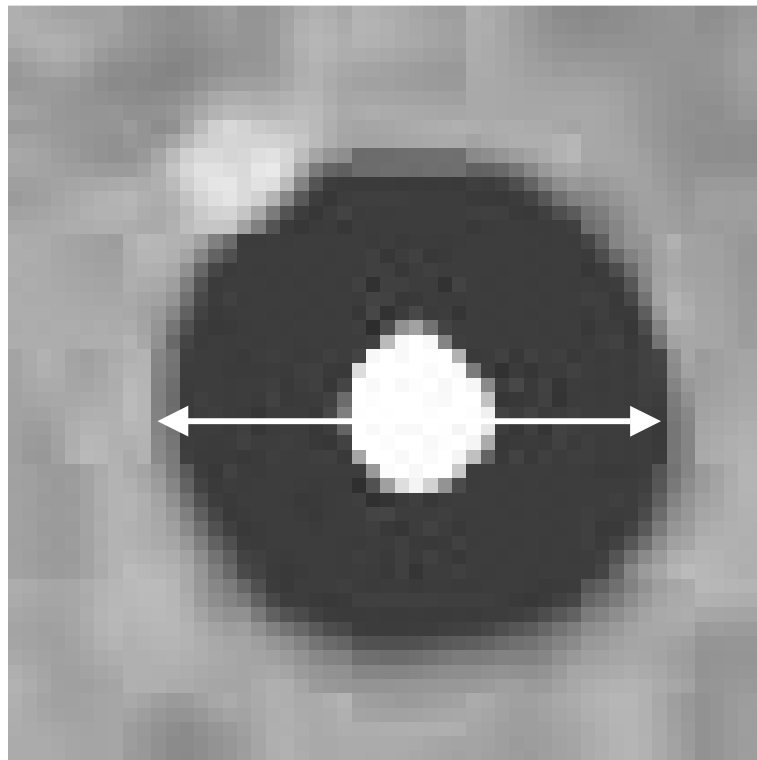


FIGURA 4.1 - Aparência de um traço processado para leitura do diâmetro

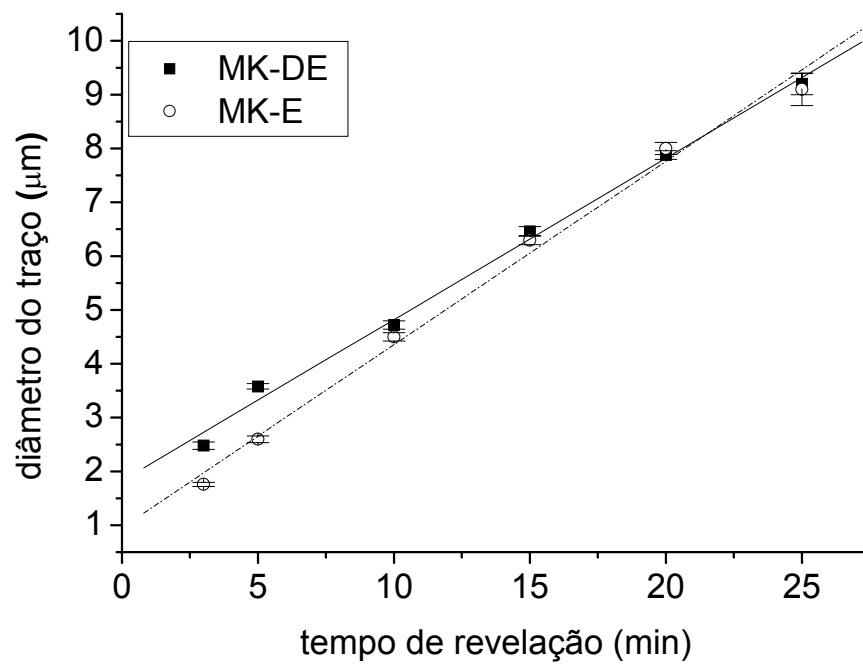


FIGURA 4.2 - Comportamento do diâmetro do traço em função do tempo de revelação

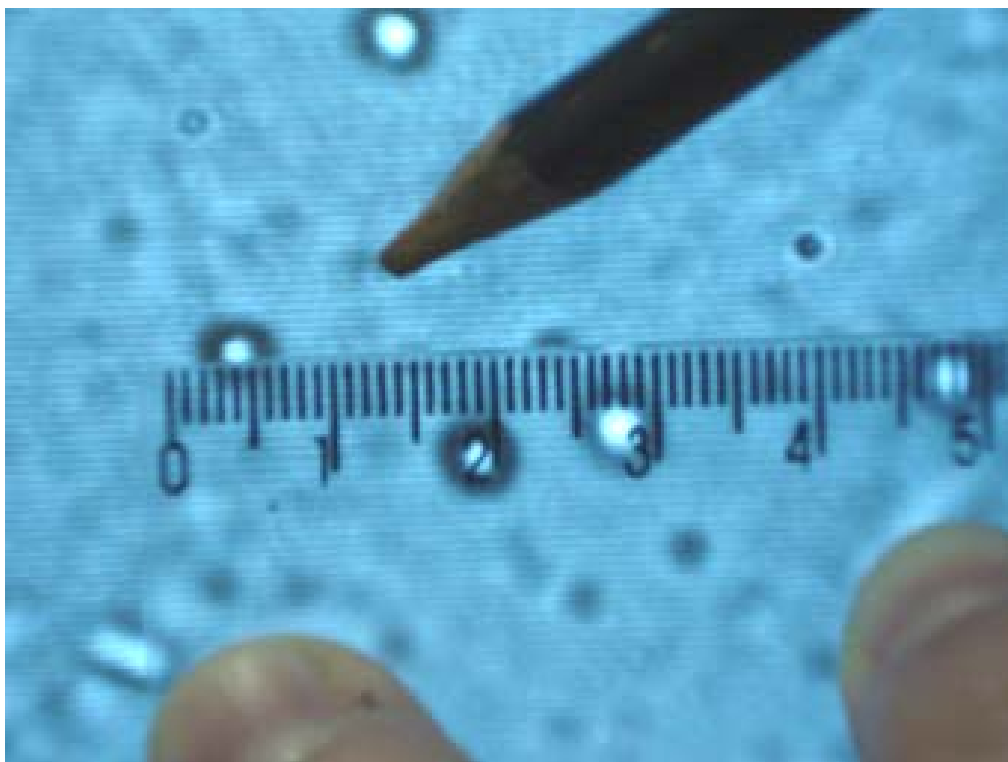


FIGURA 4.3 - Leitura do diâmetro do traço no sistema analógico

4.1.2 - Taxa de produção de traços

Este parâmetro, definido como o valor máximo da razão traço/nêutron é numericamente igual ao coeficiente angular da reta ajustada aos pontos experimentais que relacionam densidade de traços ($\text{traços}/\text{cm}^2$) em função da exposição ao feixe de nêutrons (n/cm^2).

Afim de determinar este valor é necessário primeiramente determinar o tempo de revelação para o qual a densidade de traços é máxima. Para esta finalidade 6 detectores MK-DE e 6 MK-E foram irradiados a uma mesma exposição de $E = 6 \times 10^7 \text{ n.cm}^{-2}$. Após contagem visual dos traços em uma área de $1,37 \times 10^{-4} \text{ cm}^2$ correspondente ao aumento de 1500x, o comportamento da densidade de traços em função do tempo de revelação para ambos os detectores é mostrado na figura 4.4. Cada ponto do gráfico corresponde a média das densidades de cinco áreas distintas e, as barras do erro ao desvio padrão da média. Como pode ser observado a densidade máxima para ambos os detectores foi obtida em 6 minutos de revelação.

Para determinar a taxa de produção de traços, diversos detectores foram irradiados no feixe de nêutrons e revelados durante estes 6 minutos. De modo a se minimizar os erros sistemáticos, devido à flutuações no fluxo de nêutrons causadas por variações de potência do reator, os detectores foram irradiados simultaneamente.

Utilizando o sistema digital SATI, as imagens dos traços são ampliadas 600x e após serem capturadas pela câmera de vídeo são digitalizadas. Nesta forma as imagens são processadas de modo a transformar traços em pontos, como mostrado na figura 4.5, para então serem contados automaticamente pelo software Image-Pro. Nestas condições experimentais cada área visualizada do detector corresponde a $4,79 \times 10^{-4} \text{ cm}^2$.

A figura 4.6 mostra o comportamento da densidade de traços em função da exposição para o Mk-DE e Mk-E. Cada ponto deste gráfico foi obtido calculando a média das densidades em dez áreas distintas e as barras do erro correspondem ao desvio padrão da média.

No sistema analógico as imagens dos traços são ampliadas 1500x e a densidade de traços determinada por contagem visual, diretamente na tela do monitor de vídeo, como mostrado na figura 4.7 [8, 15].

As taxas da produção de traços obtidas para ambos os detectores para os sistemas digital e analógico estão apresentadas nas tabelas 4.1 e 4.2.

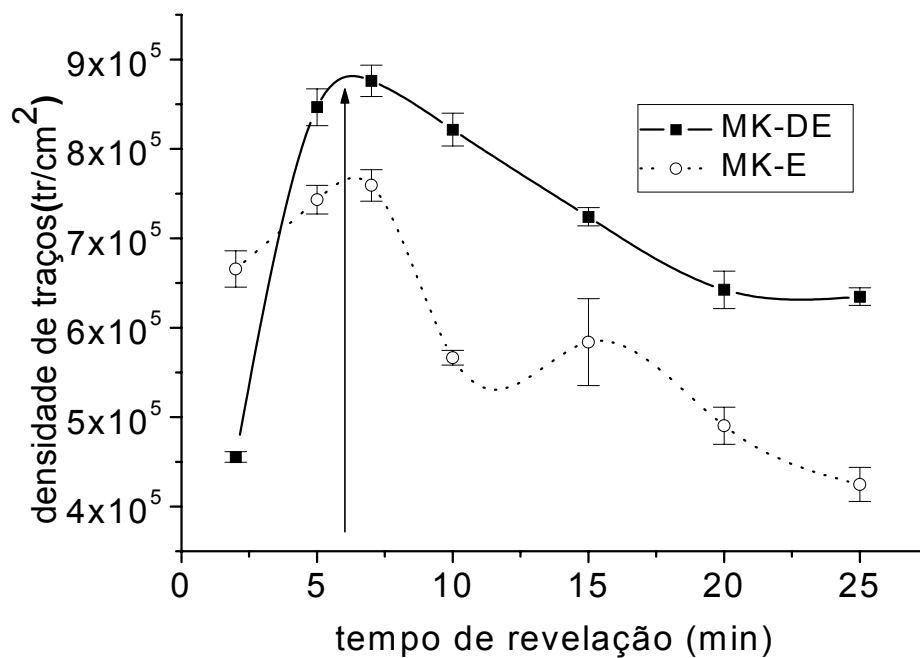


FIGURA 4.4 - Comportamento da densidade de traços em função do tempo de revelação (Curva ajustada – Guia de olhos).

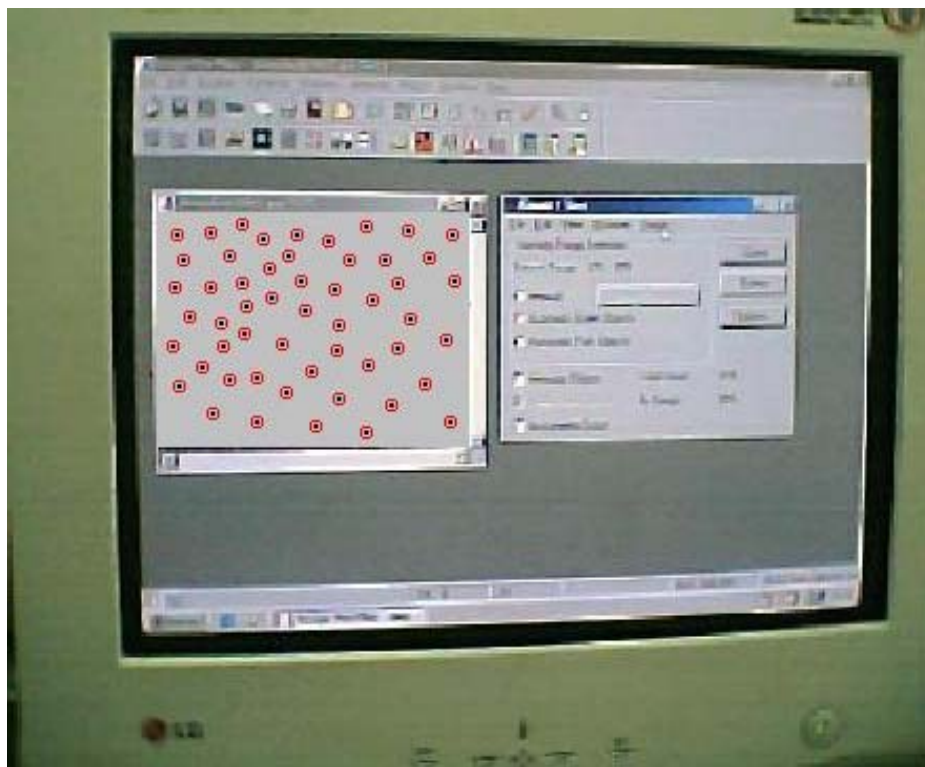


FIGURA 4.5 – Contagem de traços no sistema digital.

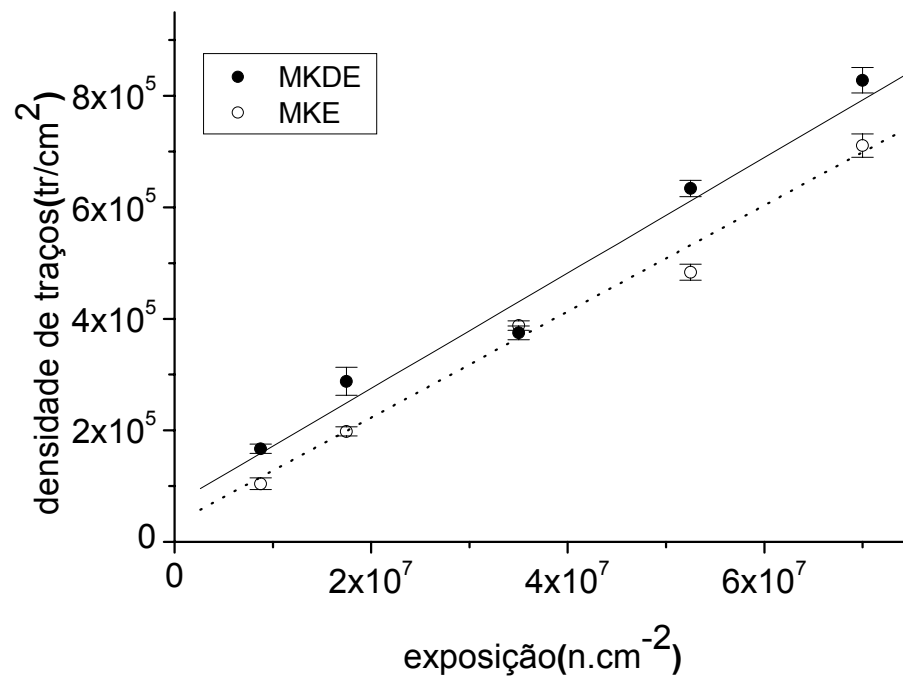


FIGURA 4.6 - Comportamento da densidade de traços em função da exposição



FIGURA 4.7 - Contagem de traços no sistema analógico

4.1.3 - Intervalo de exposição

Uma curva que relacione intensidade do nível de cinza (NC) em função da exposição ao feixe de nêutrons (E) é muito importante para aplicações que envolvem avaliação da transmissão de luz, porque ela define o intervalo de exposição para o qual o contraste ótico é máximo [21].

Para esta determinação 12 detectores Mk-DE e 12 Mk-E foram irradiados no intervalo de exposição $1 \times 10^7 < E < 2 \times 10^{10} \text{ n.cm}^{-2}$ e revelados durante 6 minutos.

Utilizando o sistema digital SACT os detectores são posicionados na bandeja do scanner e o nível de cinza correspondente a cada detector é determinado usando o mesmo software, que avalia de uma só vez, a média da intensidade de aproximadamente 15.000 pixels individuais, o que corresponde à uma área de 1 cm^2 do detector. O comportamento do nível de cinza em função da exposição obtido para ambos os detectores é mostrado na figura 4.8. O intervalo de exposição em que o contraste ótico é máximo, corresponde à região mais íngreme destas curvas (mostradas por setas) e, são os seguintes:

- Mk-DE: $6 \times 10^8 < E < 1,8 \times 10^{10} \text{ n.cm}^{-2}$.
- Mk-E: $3 \times 10^8 < E < 7 \times 10^9 \text{ n.cm}^{-2}$

Para estes intervalos os tempos de irradiação necessários para se atingir o final do intervalo de exposição, ou seja, para se obter a radiografia com o melhor contraste possível são de 2,8 e 1,1 horas respectivamente.

Os resultados para o sistema analógico foram extraídos das referências [8, 15] uma vez que estes não puderam ser refeitos, pois o microfotômetro no qual estas medidas deveriam ser realizadas não estava mais disponível. Neste caso a intensidade da luz transmitida foi avaliada como sendo a média de aproximadamente 100 medidas individuais, cada uma realizada em uma área do detector correspondente a $2,1 \times 10^{-5} \text{ cm}^2$ a qual é limitada pelas dimensões do feixe de luz colimado incidente ($3 \mu\text{m} \times 700 \mu\text{m}$).

Os intervalos de exposição e o tempo necessário para se obter a radiografia com o melhor contraste para ambos os detectores e para os sistemas analógico e digital estão apresentados nas tabelas 4.1 e 4.2.

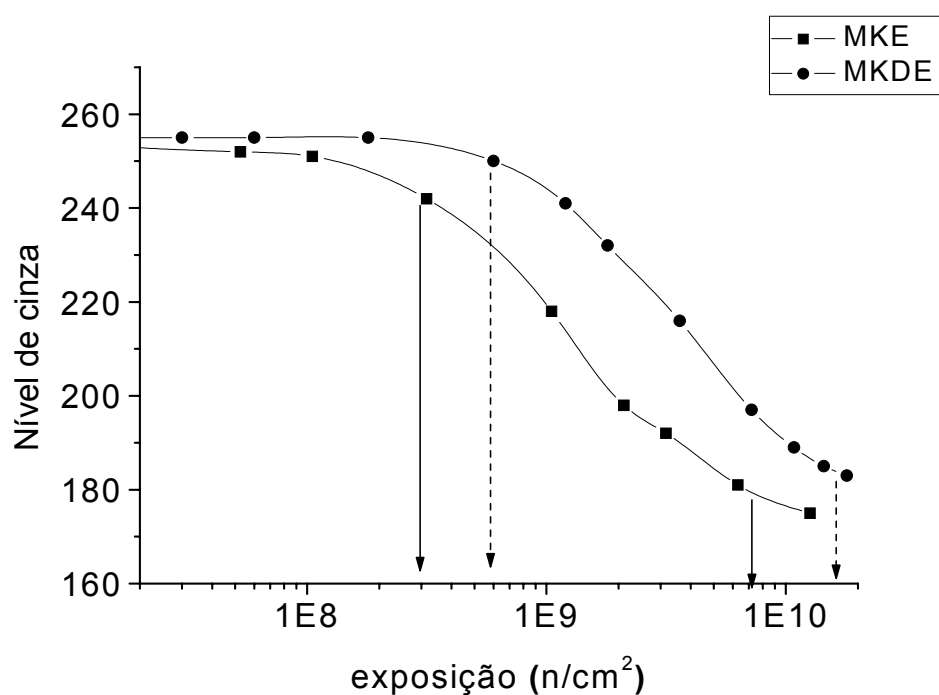


FIGURA 4.8 - Comportamento do nível de cinza em função da exposição

4.1.4 – Análise e comparação dos resultados

As tabelas 4.1 e 4.2 abaixo resumem os dados referentes aos sistemas digital e analógico para os detectores Mk-DE e Mk-E.

TABELA 4.1: Resultados obtidos para o Mk-DE utilizando os sistemas analógico e digital

Mk-DE	Sistema digital	Sistema analógico
Taxa de crescimento do traço ($\mu\text{m}/\text{min}$)	0,29 \pm 0,01	0,29 \pm 0,01
Taxa de produção de traços (traços/nêutron)	0,0106 \pm 0,0008	0,0114 \pm 0,0005
Intervalo de exposição($\text{n}\cdot\text{cm}^{-2}$)	$6 \times 10^8 < E < 1,8 \times 10^{10}$	$1 \times 10^9 < E < 3 \times 10^{10}$
Tempo de irradiação(h)	2,8	4,7

TABELA 4.2: Resultados obtidos para o Mk-E utilizando os sistemas analógico e digital

Mk-E	Sistema digital	Sistema analógico
Taxa de crescimento do traço ($\mu\text{m}/\text{min}$)	$0,33 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,02$
Taxa de produção de traços (traços/nêutron)	$0,0095 \pm 0,0006$	$0,0093 \pm 0,0004$
Intervalo de exposição(n.cm^{-2})	$3 \times 10^8 < E < 7 \times 10^9$	$1 \times 10^9 < E < 2 \times 10^{10}$
Tempo de irradiação(h)	1,1	3,2

Comparando os resultados obtidos em ambos os sistemas, podem ser extraídas as seguintes conclusões:

- as taxas, de crescimento do diâmetro e de produção de traços para ambos os detectores concordam dentro de seus erros;
- o fim dos intervalos de exposição é alcançado antes no sistema digital significando tempos menores de irradiação para se obter o melhor contraste.

A praticidade e o tempo despendido para a aquisição de dados são outros aspectos importantes a serem considerados na comparação:

- enquanto no sistema analógico o diâmetro do traço é avaliado utilizando uma régua plástica transparente, no digital o diâmetro é avaliado medindo a distância entre dois pixels diametralmente opostos posicionados na borda de uma imagem bem definida e ampliada.
- a avaliação da taxa da produção de traços envolve a contagem de aproximadamente 60 áreas distintas do detector contendo cada uma tipicamente 250 traços. No sistema analógico a contagem é executada visualmente levando pelo menos 5 horas de trabalho contínuo. Mas por causa do cansaço visual severo, corresponderá a um tempo real de aproximadamente 15 horas. No sistema digital o mesmo trabalho é executado pelo software em aproximadamente 10 minutos.
- a respeito das medidas de transmissão de luz, no sistema digital, cada valor da intensidade do nível de cinza e o seu erro, são avaliadas calculando

a média das intensidades de aproximadamente 15.000 pixels individuais dentro de uma área de aproximadamente 1 cm² do detector. Desta forma o procedimento para a obtenção dos 12 pontos de uma curva completa leva alguns minutos. Para o microfotômetro a obtenção de um único ponto da curva leva aproximadamente 20 minutos dentro de uma área aproximadamente 470 vezes menor. Desta forma a obtenção de uma curva completa com o microfotômetro leva aproximadamente 4 horas de trabalho contínuo. Mas como dito anteriormente por causa do cansaço visual, corresponderá a um tempo real de aproximadamente 8 horas.

Para finalizar é muito importante salientar que o sistema digital permite acesso a dados dos SSNTD tais como o diâmetro interno dos traços e a distribuição de luz no interior de um único traço o que abre novas perspectivas de pesquisa pois tem-se acesso aos parâmetros fundamentais que norteiam a teoria mais aceita hoje a respeito da formação da imagem em SSNTD [20, 21, 22, 23].

4.2 - Reprodutibilidade do sistema digital

A reprodutibilidade é definida como o grau de concordância entre os resultados das medições de um mesmo mensurando, efetuadas sob condições variadas de medição [48]. Desta forma, torna-se necessário que sejam especificados o princípio de medição, o método de medição, o observador, o instrumento de medição e outros parâmetros.

No presente trabalho a reprodutibilidade foi expressa em termos da variação percentual do desvio padrão em relação ao valor médio das medidas efetuadas para três parâmetros que são os fundamentais para a caracterização da metodologia radiográfica proposta:

- diâmetro dos traços;
- contagem de traços em uma área específica;
- quantificação da intensidade de luz transmitida pelo detector.

O detector utilizado neste estudo foi o CR-39 e o tempo de revelação e a exposição a que os detectores foram submetidos para este estudo foram obtidos da referência [8].

4.2.1 - Diâmetro dos traços.

Em uma ordem lógica, a determinação do diâmetro dos traços envolve as seguintes etapas:

- irradiação do detector com o conversor para a geração de danos;
- revelação do detector durante 25 minutos para a formação dos traços;
- calibração da escala de comprimento no sistema SATI;
- visualização e determinação do diâmetro do traço no sistema SATI.

Desta forma, os parâmetros que influenciam o resultado desta medida são os seguintes:

- quantidade de energia depositada ao longo do dano;
- ângulo de incidência da partícula - α ;
- qualidade dos produtos químicos e temperatura utilizados na revelação;
- erros de calibração da escala do sistema SATI;
- erros de posicionamento do cursor (4.1.1) para a medida do diâmetro.

Para a avaliação da reprodutibilidade na determinação deste parâmetro, 10 detectores foram irradiados com a tela conversora e cada um foi revelado em sua própria solução. Os diâmetros foram determinados seguindo o mesmo procedimento empregado em (4.1.1) e, o valor representativo para cada detector corresponde a média entre 10 medidas individuais. O valor obtido para o desvio padrão das 10 médias foi $\sigma = 0,1\mu\text{m}$ correspondendo a uma variação de 3,5% em relação ao valor médio das médias individuais.

De modo a se verificar a influência isolada do sistema SATI na reprodutibilidade, um único detector irradiado e revelado foi fixado no microscópio. O sistema SATI foi calibrado e o diâmetro de um único traço foi medido 5 vezes. O valor representativo do diâmetro corresponde a média destas 5 medidas. Este procedimento foi repetido por 10 vezes. A reprodutibilidade foi expressa em função do desvio padrão das 10 médias e o valor obtido foi: $\sigma_{(\text{SATI})} = 0,05\mu\text{m}$.

Considerando que o procedimento de medida do diâmetro do traço no sistema SATI seja independente dos outros fatores que o influenciam, vale a seguinte relação:

$$\sigma^2 = \sigma_{(\text{SATI})}^2 + \sigma_{(\text{outros fatores})}^2 \quad (4.1)$$

ou

$$0,1^2 = 0,05^2 + \sigma_{(\text{outros fatores})}^2$$

$$\sigma_{(\text{outros fatores})} = 0,09\mu\text{m}$$

Portanto a influência do sistema SATI na reprodutibilidade da medida do diâmetro é desprezível.

4.2.2 - Contagem de traços em uma área específica

Em uma ordem lógica, a determinação do número de traços em uma área específica envolve as seguintes etapas:

- irradiação do detector com o conversor para a geração de danos;
- revelação do detector durante 25 minutos para a formação dos traços;
- processamento para transformar traços em pontos;
- visualização e contagem do número de traços no sistema SATI.

Desta forma os parâmetros que influenciam o resultado desta medida são os seguintes:

- quantidade de energia depositada ao longo do dano;
- qualidade dos produtos químicos e temperatura utilizados na revelação;
- tempo de irradiação;
- instabilidade do sistema de contagem.

Para a avaliação da reprodutibilidade na determinação deste parâmetro, 10 detectores foram irradiados individualmente à mesma exposição e cada um foi revelado em sua própria solução. A contagem dos traços foi feita seguindo o mesmo procedimento empregado em (4.1.2) e, o valor representativo de cada detector corresponde a média entre 10 contagens individuais. O valor obtido para o desvio padrão das 10 médias foi $\sigma = 15$, correspondendo a uma variação de 4,4% em relação ao valor médio das 10 médias individuais.

De modo a se verificar a influência isolada do sistema SATI na reprodutibilidade, um único detector irradiado e revelado foi fixado no microscópio. Os traços foram convertidos em pontos e a quantidade de traços em uma área

fixa foi determinada por meio do software. O valor representativo desta medida corresponde a uma média entre 5 medidas. Este procedimento foi repetido por 10 vezes. O desvio padrão das 10 médias foi $\sigma_{\text{(SATI)}} = 0$.

Considerando que o procedimento de contagem dos traços no sistema SATI seja independente dos outros fatores que o influenciam, vale a seguinte relação:

$$\sigma^2 = \sigma_{\text{(SATI)}}^2 + \sigma_{\text{(outros fatores)}}^2 \quad (4.1)$$

ou

$$15^2 = 0^2 + \sigma_{\text{(outros fatores)}}^2$$

$$\sigma_{\text{(outros fatores)}} = 15$$

Portanto não existe influência do sistema SATI na reprodutibilidade da medida do numero de traços.

4.2.3 - Intensidade da luz transmitida pelo detector

Em uma ordem lógica, a determinação da intensidade da luz transmitida envolve as seguintes etapas:

- irradiação do detector com o conversor para a geração de danos;
- revelação do detector em 25 minutos para a formação dos traços;
- quantificação da intensidade da luz transmitida no sistema SACT.

Desta forma, os parâmetros que influenciam esta medida são os seguintes:

- quantidade de traços gerados;
- qualidade dos produtos químicos e temperatura utilizados na revelação;
- tempo de irradiação;
- instabilidade do sistema de leitura.

Para a avaliação da reprodutibilidade na determinação deste parâmetro, 10 detectores foram irradiados individualmente na mesma exposição e cada um foi revelado em sua própria solução. A intensidade da luz transmitida foi feita seguindo o mesmo procedimento empregado em (4.1.3) e, o valor representativo de cada detector corresponde a uma área de $\sim 1\text{cm}^2$ que contem \sim

15.000 pixels individuais. O valor obtido para o desvio padrão das 10 medidas foi $\sigma = 4$ correspondendo a uma variação de 1,7% em relação ao valor médio dos 10 detectores.

De modo a se verificar a influência isolada do sistema SACT na reprodutibilidade, foram feitas 10 medidas de transmissão de luz em uma mesma área de um mesmo detector. A reprodutibilidade expressa em função do desvio padrão forneceu $\sigma_{(SACT)} = 1$.

Considerando que o procedimento de medida no sistema SACT seja independente dos outros fatores que o influenciam, vale a seguinte relação:

$$\sigma^2 = \sigma_{(SACT)}^2 + \sigma_{(outros\ fatores)}^2 \quad (4.2)$$

ou

$$4^2 = 1^2 + \sigma_{(outros\ fatores)}^2$$

$$\sigma_{(outros\ fatores)} = 3,9$$

Portanto a influência do sistema SACT na reprodutibilidade da medida de transmissão de luz é desprezível.

4.3 – Caracterização da técnica radiográfica proposta

Como já mencionado no item 1 os SSNTD exibem duas importantes características radiográficas: um baixo contraste ótico intrínseco e, uma elevada resolução na imagem. Desta forma a determinação das condições de revelação e de irradiação que os detectores devem ser submetidos para se obter o melhor contraste na imagem e a avaliação da resolução espacial nestas mesmas condições são importantes parâmetros a serem determinados. Paralelamente foram também determinadas a taxa de crescimento do diâmetro do traço, a taxa de produção de traços e a variação da transparência do detector a luz visível [23].

Para estes estudos foi empregado o detector de traços nucleares CR-39, cortado em tiras de aproximadamente 15mm x 35mm.

4.3.1 - Taxa de crescimento do diâmetro do traço

A determinação da taxa de crescimento do diâmetro do traço seguiu o mesmo procedimento exposto no item 4.1.1. Foram utilizadas 6 tiras de CR-39 as quais após serem irradiadas e reveladas foram analisadas no sistema SATI onde tiveram as imagens dos traços individuais ampliadas 1500x, capturadas pela câmera de vídeo e digitalizadas. A figura 4.9 mostra o comportamento dos diâmetros em função do tempo de revelação. Cada ponto experimental corresponde à média de dez diâmetros individuais e as barras do erro são os desvios padrões da média. A taxa de crescimento do diâmetro do traço corresponde ao valor do coeficiente angular da reta ajustada a estes pontos e o valor obtido está apresentado na tabela 4.3.

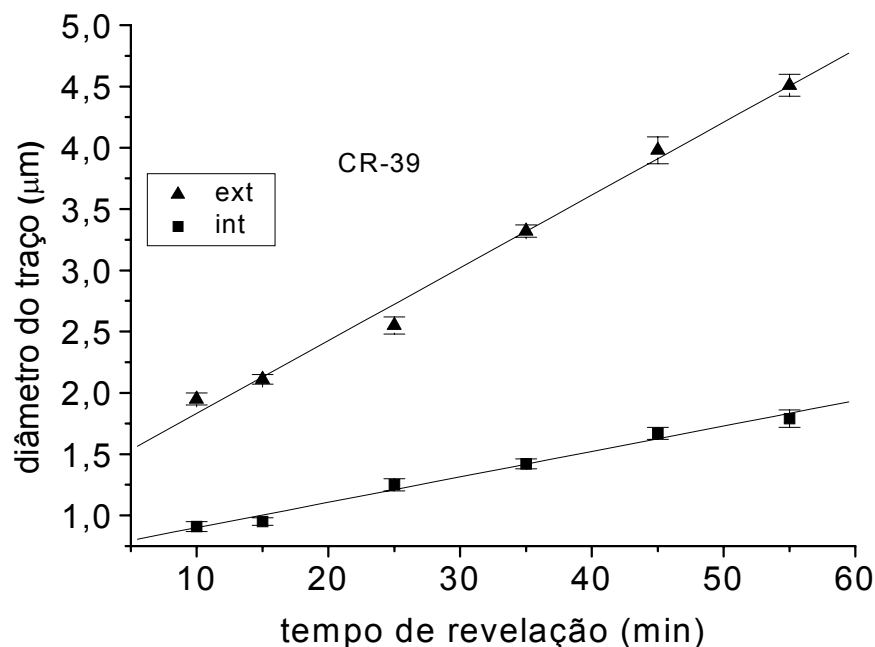


FIGURA 4.9 – Comportamento dos diâmetros externo e interno do traço em função do tempo de revelação

O emprego do sistema digital permitiu também estudar o comportamento do diâmetro interno dos traços e os resultados estão mostrados nesta mesma figura. Este resultado é muito importante para futuros estudos, pois permite estudar a coroa do traço (vide figura 4.1) e portanto a teoria da formação da imagem em SSNTD, que é baseada na hipótese de que esta coroa é a responsável pela quantidade de luz transmitida e portanto pelo enegrecimento do detector.

A análise deste parâmetro constou basicamente de uma comparação entre os valores que foram obtidos para o CR-39 e para o Mk-DE os quais estão apresentados na tabela 4.3.

Como pode ser observado as taxas de crescimento dos diâmetros externo e interno dos traços para o Mk-DE é superior daquela obtida para o CR-39 e isto pode ser explicado considerando que a solução química reveladora, utilizada no primeiro, contém álcool etílico, que é um solvente natural de polímeros.

TABELA 4.3 - Resultados comparativos das taxas de crescimento do diâmetro do traço para o CR-39 e Mk-DE

CR-39	Taxa de crescimento ($\mu\text{m}/\text{min}$)
Diâmetro externo	$0,059 \pm 0,003$
Diâmetro interno	$0,021 \pm 0,001$
Mk-DE	
Diâmetro externo	$0,29 \pm 0,01$
Diâmetro interno	$0,13 \pm 0,01$

4.3.2 - Taxa de produção de traços

A determinação da taxa de produção de traços seguiu o mesmo procedimento exposto no item 4.1.2. Como anteriormente, primeiramente foi determinado o tempo de revelação para o qual a densidade de traços é máxima. Para este estudo 6 tiras de CR-39 foram irradiadas a uma mesma exposição $E = 6 \times 10^7 \text{ n.cm}^{-2}$ e a contagem dos traços feita no sistema SATI com um aumento de 600x, mediante o emprego do software. A figura 4.10 mostra o comportamento obtido para a densidade de traços em função do tempo de revelação onde cada ponto corresponde à média da contagem efetuada em cinco áreas distintas (cada uma com $4,79 \times 10^{-4} \text{ cm}^2$) e, as barras do erro ao desvio padrão da média. Como pode ser observado, a densidade máxima foi obtida para 25 minutos.

Para determinar a taxa de produção de traços 5 tiras do detector foram irradiadas em diversas exposições ao feixe de nêutrons e reveladas durante estes 25 minutos. De modo a se minimizar os erros sistemáticos, devido à flutuações no fluxo de nêutrons causadas por variações de potência do reator, os detectores foram irradiados simultaneamente. Utilizando novamente o sistema digital SATI, as imagens dos traços foram ampliadas 600x e após serem capturadas pela câmera de vídeo foram digitalizadas. Nesta forma foram processadas de modo a transformar traços em pontos para então serem contados automaticamente pelo software Image-Pro.

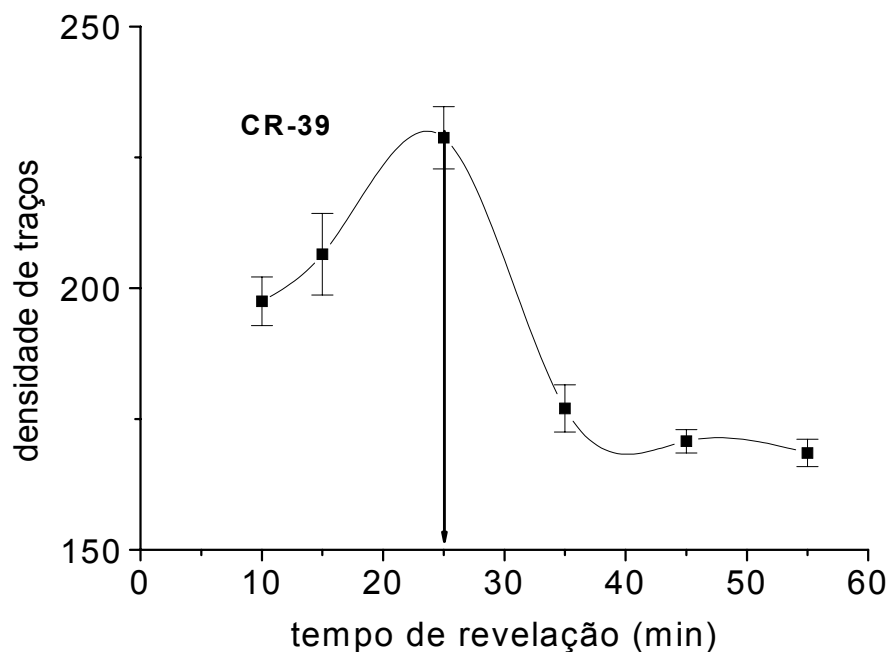


FIGURA 4.10 – Variação da densidade de traços em função do tempo de revelação (Curva ajustada – Guia de olhos).

A figura 4.11 mostra o comportamento da densidade de traços em função da exposição. Cada ponto deste gráfico foi obtido calculando a média das densidades em dez áreas distintas e as barras do erro correspondem ao desvio padrão da média. A taxa da produção de traços corresponde ao valor do coeficiente angular da reta ajustada a estes pontos e o valor obtido está apresentado na Tabela 4.4.

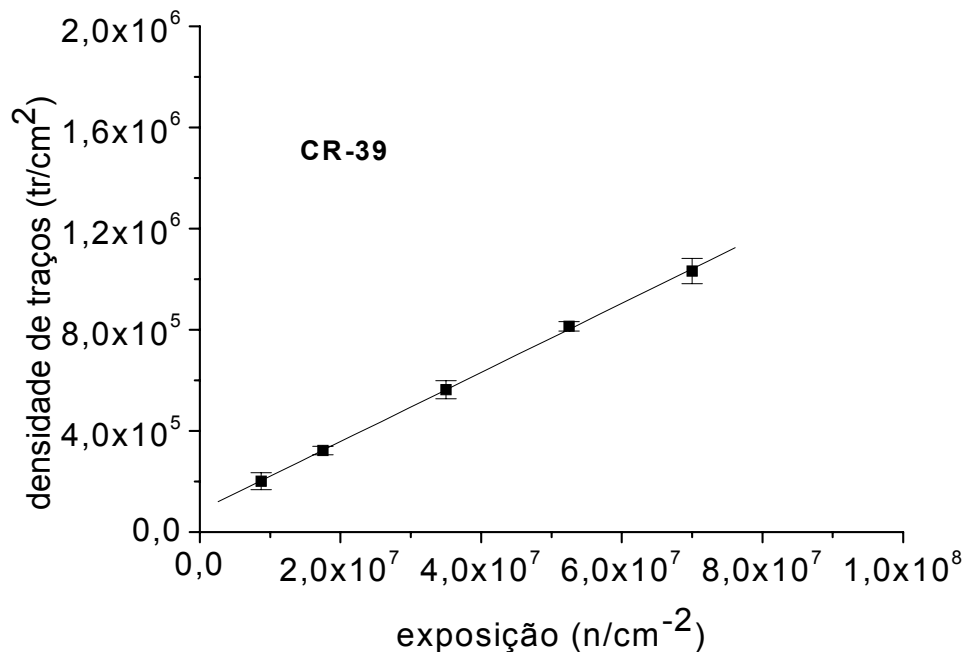


FIGURA 4.11 – Crescimento da densidade de traços em função da exposição

Este parâmetro foi também analisado mediante uma comparação entre os valores que foram obtidos para o CR-39 e para o Mk-DE os quais estão apresentados na tabela 4.4. A taxa de produção de traços para o CR-39 é cerca de 20% superior a do Mk-DE. Esta diferença é explicada com base no limiar de detecção de partículas - α nestes SSNTD. O CR-39 registra partículas - α com energias de até $\sim 0,1\text{MeV}$, enquanto o Mk-DE, de até $\sim 0,3\text{MeV}$ [9]. Esta diferença nos seus limiares pode ser explicada considerando as suas estruturas moleculares. O CR-39 é mais suscetível a radiação pois não possui em sua cadeia carbônica anéis aromáticos como o Mk-DE [49].

Constam também nesta tabela os valores das densidades de traços de fundo (para detectores não irradiados) os quais são numericamente iguais aos valores dos coeficientes lineares das retas ajustadas aos pontos experimentais. Convertendo estes valores em traços observáveis na área, significam 40 traços por tela. Esta é uma contribuição desprezível para fins radiográficos pois de acordo com estes próprios dados a sua contribuição é menor do que 33% mesmo para irradiações realizadas em 5 segundos, enquanto que as radiografias são obtidas em aproximadamente 1h de irradiação.

TABELA 4.4 - Resultados comparativos das taxas de produção de traços para o CR-39 e Mk-DE

	Taxa de produção de traços (traços/nêutron)	Densidade de traços de fundo (tracos/cm ²)	Tempo de revelação (min)
CR-39	0,0137±0,0002	(8,4±0,8)×10 ⁴	25
Mk-DE	0,0106±0,0008	(7±4).10 ⁴	6

4.3.3 - Intervalo de exposição e tempo de revelação para obter o melhor contraste

Novamente este estudo seguiu o mesmo procedimento descrito em 4.1.3. As condições experimentais para a obtenção do melhor contraste na imagem foram determinadas por meio de curvas que relacionam nível de cinza (NC) e exposição (E) em função do tempo de revelação. Para este propósito 12 tiras de CR-39 foram irradiadas no intervalo de exposição de $2 \times 10^7 \text{ n.cm}^{-2} < E < 3 \times 10^{10} \text{ n.cm}^{-2}$ e revelados em 10, 25 e 65 minutos. Para cada tempo de revelação os detectores foram analisados no sistema SACT e o nível de cinza correspondente a cada detector foi determinado usando o mesmo software tomando a média da intensidade de aproximadamente 15.000 pixels individuais. O comportamento do nível de cinza em função da exposição para os três tempos de revelação é mostrado na figura 4.12. De acordo com os resultados obtidos o melhor resultado é para o tempo de revelação de 25 minutos no intervalo de exposição $7 \times 10^8 < E < 8 \times 10^9 \text{ n.cm}^{-2}$ pois para este intervalo o tempo necessário para se obter a radiografia com o melhor contraste possível é de 1,3 horas e, a faixa dinâmica (intervalo útil de nível de cinza) vale 80. Para 10 minutos de revelação o intervalo de exposição é $2 \times 10^9 < E < 2 \times 10^{10} \text{ n.cm}^{-2}$ o que corresponde a um tempo de irradiação de 3,2 horas para obtenção do melhor contraste, o qual é aproximadamente 2,5 vezes maior do que para 25 minutos. Além disto a faixa dinâmica é um pouco menor valendo 75. Para 65 minutos o intervalo de exposição é de $1 \times 10^8 < E < 1 \times 10^9 \text{ n.cm}^{-2}$. Embora o enegrecimento do detector comece antes, este tempo de revelação esta fora de cogitação por causa da pequena faixa dinâmica disponível de 35.

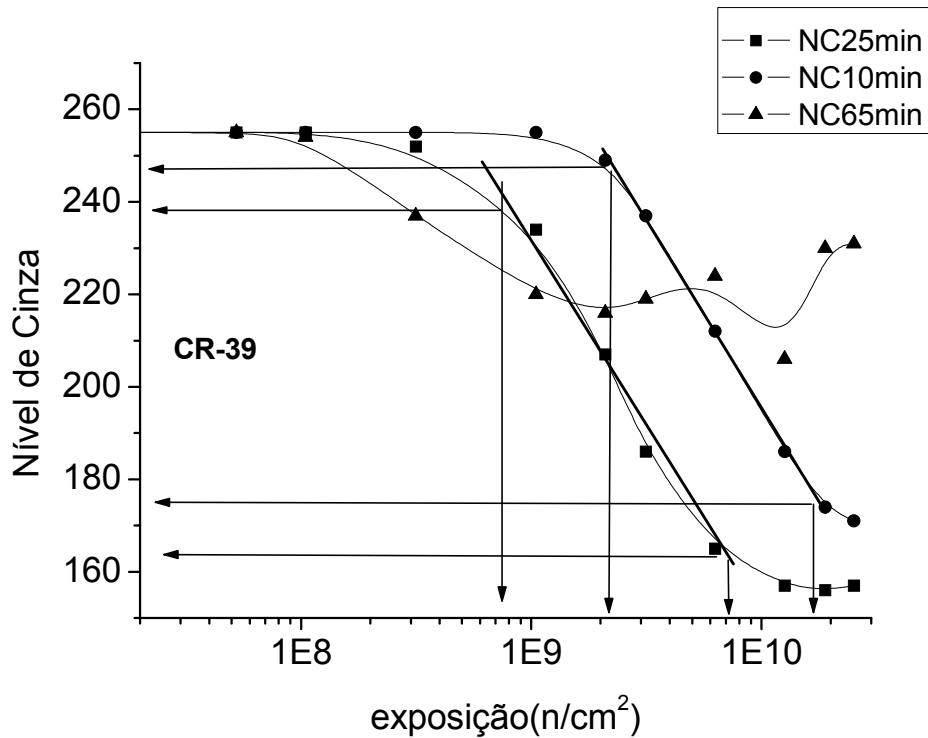


FIGURA 4.12 – Distribuição do Nível de Cinza em função da exposição para os tempos de revelação de 10, 25 e 65 minutos.

A análise das curvas de “NC x E” obtidas foi feita com base na teoria da formação da imagem em SSNTD. De acordo com esta teoria um traço pode ser representado por um círculo interno rodeado por um anel externo como mostrado na figura 4.13. A coroa limitada pelo círculo e pelo anel é a responsável pelo enegrecimento do detector. Quando dois traços são sobrepostos, figura 2.7, a área da coroa resultante é menor do que a soma das áreas individuais e consequentemente a taxa de enegrecimento é mais lenta.

A figura 4.14 mostra o comportamento da área do anel externo (coroa) em função do tempo de revelação.

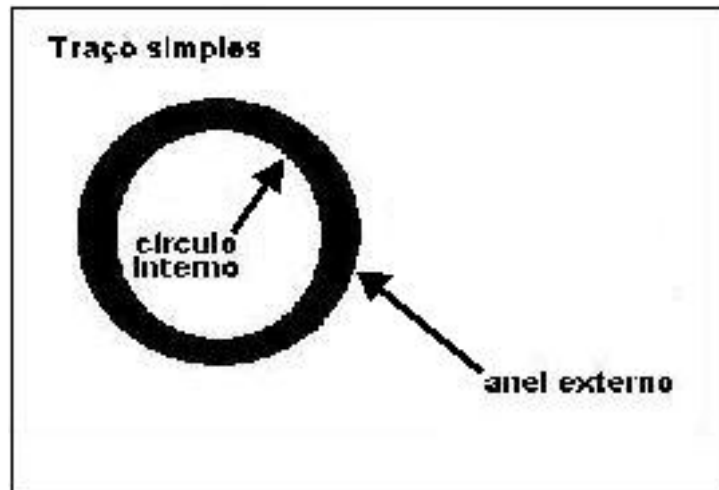


FIGURA 4.13 – Representação esquemática de um traço individual

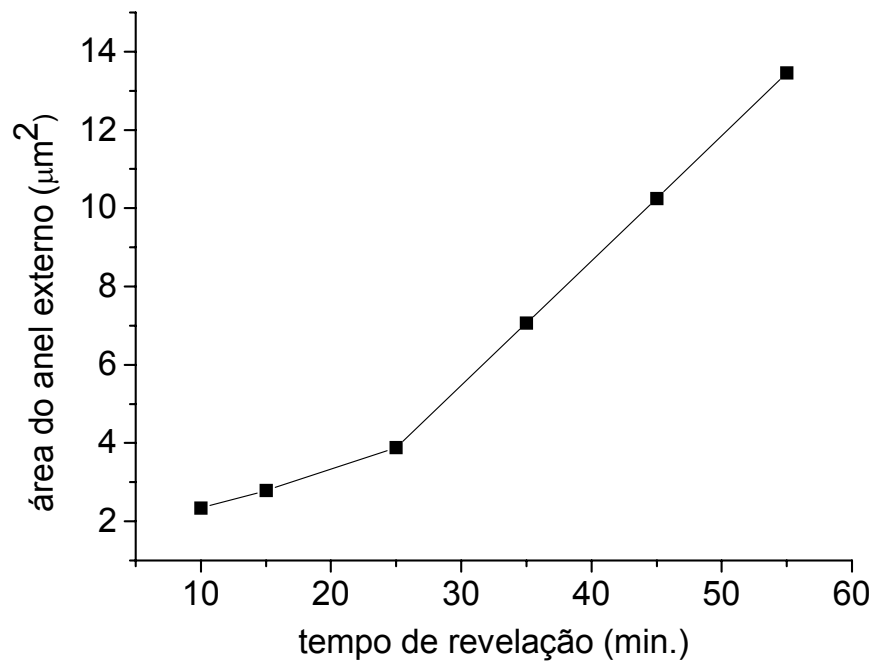


FIGURA 4.14 - Área do anel externo do traço (coroa) em função do tempo de revelação

De acordo com esta teoria, o comportamento das curvas de “NC x E” para os três tempos de ataque selecionados podem ser explicados da seguinte maneira [20]:

- 25 minutos: até a exposição $E \sim 1 \times 10^8 \text{ n.cm}^{-2}$, a densidade de traços (tr/cm^2) é relativamente pequena e o enegrecimento é insignificante. A intensidade de nível de cinza permanece próximo ao do fundo ótico do detector (NC~255); de

$1 \times 10^8 \text{ n.cm}^{-2} < E < 8 \times 10^8 \text{ n.cm}^{-2}$ um aumento da exposição é acompanhado por um aumento do enegrecimento entretanto a densidade de traços é ainda pequena para produzir um enegrecimento apreciável; de $8 \times 10^8 \text{ n.cm}^{-2} < E < 8 \times 10^9 \text{ n.cm}^{-2}$ a densidade da traços é apreciável e a produção de traços individuais supera a de traços sobrepostos e o enegrecimento cresce com o aumento da exposição; acima de $E > 8 \times 10^9 \text{ n.cm}^{-2}$ a sobreposição de traços torna-se predominante a taxa de enegrecimento diminui e se torna constante para um pequeno intervalo.

- 10 minutos: como o traço é menor, a área da coroa também é menor do que aquela para 25 minutos e de acordo com a teoria, quanto menor a área do anel externo maior deverá ser a exposição para se obter o mesmo nível de enegrecimento. Os resultados aqui obtidos estão de acordo com a teoria pois como mostrado na Figura 4.12, para alcançar o nível de cinza NC = 230, por exemplo, será necessário uma exposição de $E \sim 4 \times 10^9 \text{ n.cm}^{-2}$ para 10 minutos e de $E \sim 1 \times 10^9 \text{ n.cm}^{-2}$ para 25 minutos.

- 65 minutos: como o traço é maior, a área da coroa também é maior do que aquela para 25 minutos e a exposição para se obter o mesmo nível de cinza NC = 230, é aproximadamente 2 vezes menor, ou seja, $E \sim 5 \times 10^8 \text{ n.cm}^{-2}$. Também é importante observar que a faixa dinâmica para 65 minutos é menor que para 25 minutos e isto pode ser explicado considerando que para 65 minutos a sobreposição dos traços é mais rápida do que para 25 minutos.

4.3.4 – Resolução espacial

Em radiografia, a resolução espacial é definida como a mínima distância que dois objetos podem estar próximos um do outro de forma que possam ser distinguidos [23]. Como as partículas α são emitidas em todas as direções, elas irão induzir danos no SSNTD em uma área maior do que a área de sua origem. Desta forma a resolução depende:

- a – da espessura da amostra
- b – da distância entre o detector e a amostra
- c – do tamanho do traço
- d – do alcance das partículas no SSNTD

A resolução é geralmente avaliada em termos de resolução total - U_t e é resultado do efeito combinado da resolução geométrica – U_g (a e b) e da resolução intrínseca – U_i (c e d) [11]. A resolução total foi determinada a partir da

imagem radiográfica de um objeto opaco ao feixe das partículas - α (lâmina de Mylar com 10 μm de espessura), obtida naquelas mesmas condições experimentais em que o melhor contraste ótico foi determinado, que são: tempo de revelação de 25 minutos e exposição no intervalo entre $7 \times 10^8 < E < 8 \times 10^9$ n.cm^{-2} . A imagem foi capturada no sistema SACT a uma resolução de 3200 dpi - pontos por polegada (dots per inch) - e mediante o software Image-Pro foi feita a varredura de “nível de cinza x coordenada espacial” na interface da imagem “lâmina de Mylar – feixe direto”. A função ESF (2.16) [43, 44] na forma:

$$ESF = p_1 + p_2 \cdot \text{atan}(p_3 \cdot (X - p_4)) \quad (4.3)$$

foi ajustada à esta distribuição e, a resolução total é dada por:

$$U_t = 2/(p_3) \quad (4.4)$$

Neste ajuste “X” é a coordenada de distribuição espacial, p_1 , p_2 , p_3 e p_4 são parâmetros livres. A figura Fig. 4.15 mostra uma típica distribuição obtida e, o ajuste da ESF aos pontos experimentais.

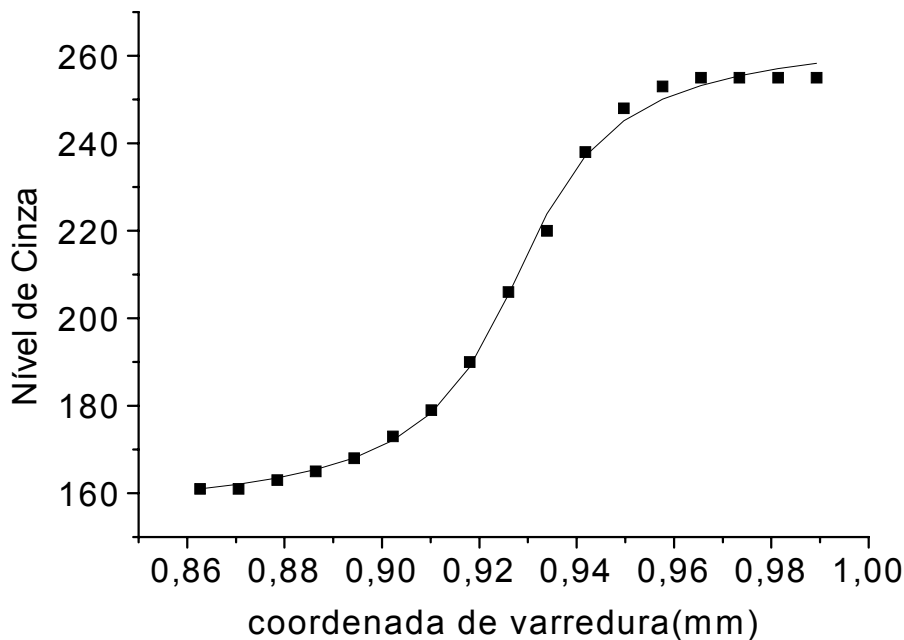


FIGURA 4.15 – Distribuição da intensidade do Nível de Cinza e o ajuste da ESF.

Foram obtidas 5 distribuições em 5 áreas distintas desta interface e, em cada uma delas, foi determinado o valor de U_t . Na tabela 4.5 são

apresentados os valores de U_t bem como a média destas 5 medidas. O erro foi calculado como o desvio padrão da média.

A análise deste resultado foi também feita com base na teoria da formação da imagem em SSNTD. Esta teoria indica que a resolução intrínseca do detector atinge o valor mínimo $U_i \sim 0.8 \times R$ (onde R é o alcance da partículas - α na tela conversora) para diâmetros externos menores que R e para uma sobreposição de traços não predominante [23].

TABELA 4.5 – Resolução total (U_t) da imagem radiográfica

Medida	U_t
1	39 ± 3
2	27 ± 3
3	33 ± 3
4	26 ± 3
5	30 ± 3
Média	31 ± 2

Como a resolução foi avaliada nas mesmas condições experimentais de melhor contraste, o diâmetro externo vale $2,55 \mu\text{m}$ o qual é menor que R e a sobreposição de traços não é predominante. Todavia, levando em conta que para a presente tela conversora $R \sim 10 \mu\text{m}$, o valor teórico mínimo para a resolução intrínseca é $U_i \sim 8 \mu\text{m}$. Como avaliado em nossos trabalhos anteriores, o valor experimental para a resolução intrínseca foi $U_i \sim 17 \mu\text{m}$ e a discrepância entre o valor teórico e experimental foi atribuído às irregularidades existentes na interface do conjunto SSNTD/amostra/conversor e às inhomogeneidades do feixe de nêutrons e o conversor [13, 16]. Como o valor experimental obtido neste trabalho para a resolução total foi $U_t = (31 \pm 2) \mu\text{m}$, é possível concluir que existe uma contribuição considerável de U_g em U_t mesmo para a presente condição experimental na qual o SSNTD, a amostra e a tela são mantidas em firme contato durante a irradiação e para uma amostra com espessura de $10 \mu\text{m}$.

A influência do tamanho do pixel na resolução total não foi determinada neste trabalho mas sabe-se que para o scanner empregado que permite uma

digitalização a 3200 dpi, o tamanho do pixel é de 8 μ m e este deve contribuir pouco para a resolução total uma vez que é aproximadamente $\frac{1}{4}$ de seu valor.

4.3.5 – Transparência à luz visível

Um outro aspecto importante verificado para o CR-39 foi a variação de sua transparência à luz visível em função do tempo de ataque químico. Não é incomum, um polímero transparente à luz visível apresentar um aspecto leitoso após um certo tempo de revelação. Desde que em radiografia a visualização de detalhes em uma imagem é inversamente proporcional ao fundo ótico do filme empregado, esta verificação foi de suma importância. Para esta finalidade 6 tiras do detector foram reveladas no intervalo de 0 a 65 minutos, sem no entanto terem sido irradiadas. O resultado obtido está apresentado na figura 4.16 bem como na Tabela 4.6.

De acordo com os resultados obtidos, o CR-39 não apresenta variação significativa em sua transparência a luz visível até 65 minutos o qual é 40 minutos a mais do que o tempo ótimo de ataque. Entre 0 e 65 minutos, o nível de cinza permanece no valor 254 ± 1 . Ou seja, o processo de ataque não interfere na qualidade da imagem radiográfica.

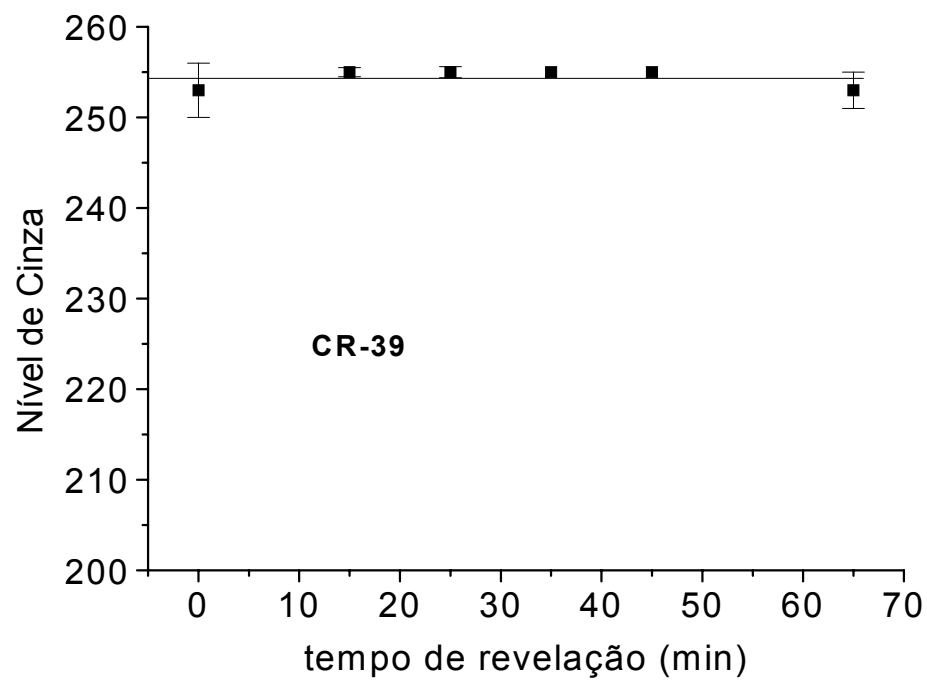


FIGURA 4.16 - Comportamento da transparência do detector à luz visível em função do tempo de revelação.

TABELA 4.6 – Valores de Nível de Cinza para detectores não irradiados

Tempo de revelação	Nível de cinza
0	253 ±3
15	255 ±0,5
25	255 ±0,6
35	255
45	255
60	253

4.4 – Comparação com outras técnicas

Devido a escassez de dados referentes às outras técnicas radiográficas, empregadas para a inspeção de amostras finas e que utilizam filmes para o registro da imagem, a comparação entre elas ficou restrita a uma avaliação qualitativa. A qualidade das imagens obtidas entre as técnicas foi feita somente visualmente e como resultado desta comparação foi possível constatar que as obtidas pela técnica desenvolvida no presente trabalho são no mínimo iguais tanto no que se refere ao contraste quanto a resolução espacial na imagem.

Quanto ao tempo de irradiação necessário para obter uma imagem, consta na literatura que no caso das outras técnicas podem variar de segundos a meses, enquanto que para a presente técnica é de 1,3 horas.

No presente trabalho foi utilizado um reator nuclear para gerar o feixe de radiação penetrante. A principal desvantagem na utilização de reatores nucleares para esta finalidade é a sua falta de mobilidade o que restringe a obtenção de radiografias ao seu local de instalação. Por outro lado não é necessária a manipulação de substâncias radioativas líquidas, como na técnica da autoradiografia.

Com referência à aspectos econômicos, a comparação com as outras técnicas radiográficas permite destacar:

Filme: As técnicas similares à NIAR, já descritas no Capítulo 1 deste trabalho, utilizam um tipo de filme radiográfico similar ao convencional para raios - X. Estes filmes são cotados pelo tamanho do grão de prata e para cada tipo de filme há um preço diferenciado. Um filme radiográfico típico com dimensões de 35cm x 43cm, custa aproximadamente R\$20,00. Para a técnica aqui proposta que utiliza detectores de traços nucleares de estado sólido, um pedaço de policarbonato fabricado no Brasil com estas mesmas dimensões custa aproximadamente R\$12,00. Um outro aspecto importante é que este detector existe disponível no mercado nacional enquanto que a maioria dos filmes especiais de emulsão não o são.

Revelação: O banho revelador para o filme de emulsão custa R\$8,00/litro enquanto que a solução química utilizada na presente técnica custa R\$4,50/litro.

Fonte de Irradiação: No presente trabalho é sugerida a utilização de um reator nuclear para gerar o feixe de radiação penetrante. Desde que o reator não opere exclusivamente para a obtenção de radiografias, o custo da irradiação para se obter uma radiografia, com base nas características descritas na tabela 5.1 é de R\$1,00. Nos métodos tradicionais, o tempo de irradiação de uma amostra para se obter uma radiografia de corte histológico, por exemplo, é de até 50 dias [40] e o custo de uma fonte de 100 μ Ci de um isótopo alfa emissor, normalmente utilizado nestas técnicas é da ordem de R\$700,00.

CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES

A radiografia com partículas - α induzida por nêutrons demonstrou ser uma técnica viável e promissora para inspecionar a estrutura interna de amostras finas com espessuras da ordem de micra. A utilização do SSNTD CR-39 permitiu obter imagens com contraste e resolução espacial adequados para esta finalidade. As condições de irradiação e de revelação para se obter uma radiografia bem como as características radiográficas do sistema para estas condições são mostradas na Tabela 5.1.

TABELA 5.1 – Resumo das condições e das características radiográficas do método proposto

Condições para a obtenção de uma radiografia	
Intervalo de exposição ($n.cm^{-2}$)	$7 \times 10^8 < E < 8 \times 10^9$
Tempo de irradiação(h)	1,3
Tempo de revelação (min)	25
Características radiográficas	
Faixa dinâmica	80
Resolução espacial (μm)	31 ± 2
Diâmetro do traço (μm)	$2,55 \pm 0,07$
Taxa de produção de traços	$0,0137 \pm 0,0002$
Espessura máxima da amostra(μm)	~ 10

Dentre as principais características da técnica proposta destacam-se:

- tempo de irradiação é menor quando comparado ao das outras técnicas;
- a partícula penetra em toda a extensão da amostra;
- possibilidade de utilização de outros conversores que possibilitem a inspeção de amostras com espessuras maiores do que $10 \mu m$;

- possibilidade de utilização de outros detetores para o registro da imagem.

Afim de se demonstrar a potencialidade desta técnica, as figuras abaixo mostram algumas radiografias obtidas nas condições da Tabela 5.1. A visualização destas imagens foi realçada por processamento digital. A FIG. 5.1 mostra a radiografia do tecido cerebral de um camundongo com 10 μm de espessura. Esta amostra foi cortada em um microtono e depositada na superfície do CR-39. Após a sua secagem a amostra foi irradiada para a obtenção da radiografia. A imagem exhibe muitos detalhes da estrutura do tecido e, neste caso, a sua qualidade é superior a obtida por outras técnicas radiográficas.

Na FIG. 5.2 é mostrada a radiografia da impressão digital do polegar direito de um técnico do grupo. Para a obtenção desta radiografia, o técnico colocou a sua digital diretamente na superfície do detetor o qual em seguida foi irradiado para a obtenção da radiografia. Como pode ser observado existe uma grande riqueza de detalhes, muito similar a da imagem de uma digital obtida por métodos convencionais.

Nas FIG. 5.3 e 5.4 são mostradas as radiografias de dois tipos bactérias *Staphylococcus* e *Escherichia coli* respectivamente. Neste caso uma pequena quantidade de bactérias foi inserida em um meio de cultura para o seu desenvolvimento. Estes meios com as bactérias foram depositados na superfície de dois CR-39 e após alguns dias a radiografia foi obtida. Na FIG 5.3 podem ser observadas diversas colônias de bactérias em desenvolvimento e na FIG. 5.4 pode ser visualizada uma única colônia maior do que a anterior.

Nas FIG. 5.5 e 5.6 são mostradas as radiografias das asas de uma mariposa. Esta radiografia foi obtida de modo similar as anteriores e claramente na FIG. 5.5 podem ser observados os dutos das asas por onde passam nutrientes.

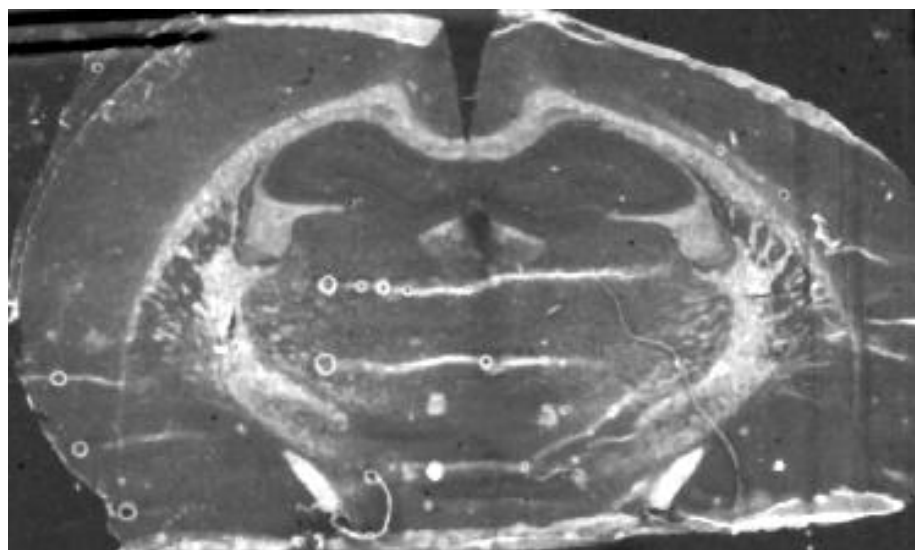


FIGURA 5.1 – Radiografia. Corte histológico de cérebro de camundongo com 10 μm de espessura.(1mm)



FIGURA 5.2 – Radiografia. Digital do dedo polegar direito.

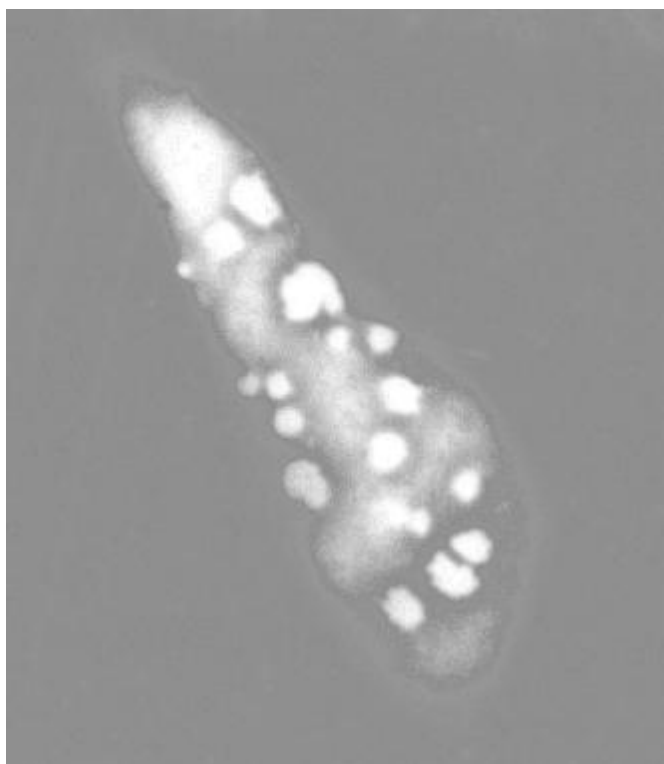


FIGURA 5.3 – Radiografia. Colônia de bactérias de *Staphylococcus*.
(30 μ m \longleftrightarrow)

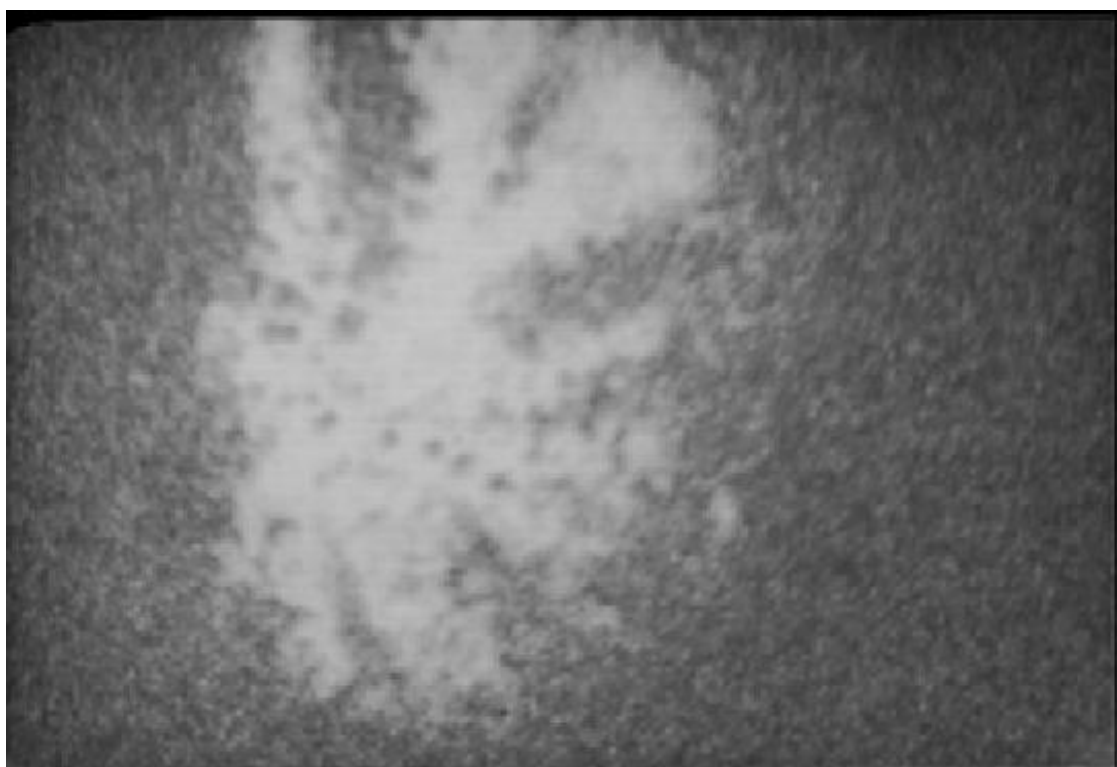


FIGURA 5.4 – Radiografia. Colônia de bactérias de *Escherichia coli*.
(30 μ m \longleftrightarrow)

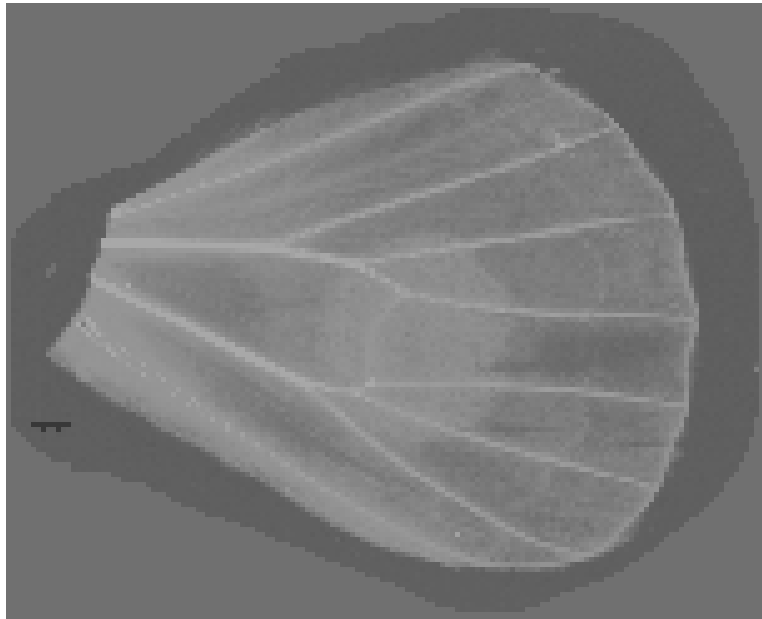


FIGURA 5.5 – Radiografia. Asa de mariposa.

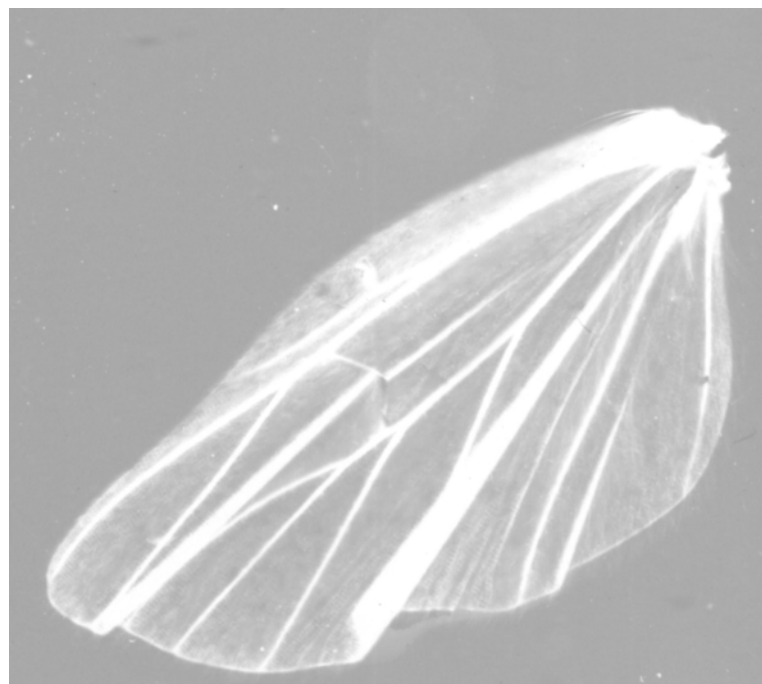


FIGURA 5.6 – Radiografia. Asa interna de mariposa.

5.1 - Outros conversores

Devido a viabilidade da técnica proposta, foram realizados alguns outros testes referentes ao emprego de outros conversores que geram feixes de partículas carregadas com características diferentes daquelas geradas pelo conversor de boro. Para estes testes o detector empregado foi o mesmo CR-39 e os conversores foram:

- **NE - 426**. Este conversor é um cintilador originalmente empregado em sistemas de radiografia com nêutrons em tempo - real. É composto de uma mistura de fluoreto de lítio (^6LiF) e sulfeto de zinco (ZnS) que é depositada em uma base de alumínio de dimensões 18cm x 24cm. O lítio - 6 é um isótopo com abundância natural de 7,4% e a sua seção de choque microscópica para a absorção de nêutrons térmicos com energia de 25meV e de 935barn [24]. A interação dos nêutrons com o lítio-6 gera partículas - α com energia 2,05 MeV e trítio(T) com energia de 2,74 MeV [31].

Para se obter uma radiografia, o CR-39, a amostra e a tela NE-426 são mantidas nesta ordem com relação ao feixe de nêutrons e em firme contato no interior do cassete de alumínio durante a irradiação. O nêutron passa pelo CR-39 passa pela amostra e irá induzir reações nucleares na tela. Os feixes de T e de partículas - α atingem a amostra e as intensidades transmitidas causarão danos no CR-39 os quais após serem revelados geram traços que formam a imagem. O alcance destas partículas em materiais de interesse radiográfico são da ordem de 10 μm e de 54 μm respectivamente [50].

- **tetraborato de lítio - $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$** . Este conversor tem a aparência de um pó fino e branco depositado na superfície do detector LR-115 comumente empregado em estudos de traços nucleares gerados por feixes de nêutrons. O depósito tem uma espessura de 12 μm e o detector tem dimensões de 9cm x 12cm. As seções de choque do lítio e do boro natural para a absorção de nêutrons térmicos com energia de 25meV valem 70barn e 755barn respectivamente o que significa que a seção de choque para este conversor é predominantemente aquela do boro. Neste caso a interação do feixe de nêutrons

com o núcleo de boro gera partículas - α de 1,47 MeV, a predominante na formação da imagem.

Para se obter uma radiografia, o CR-39, a amostra e a tela de $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ são mantidas nesta ordem com relação ao feixe de nêutrons e em firme contato no interior do cassete de alumínio durante a irradiação. O nêutron passa pelo CR-39 passa pela amostra e irá induzir reações nucleares na tela. O feixe de partículas - α atinge a amostra e a intensidade transmitida causará danos no CR-39 os quais após serem revelados formam a imagem. Neste caso, o LR-115 tem a única função de servir como base plástica na qual o conversor é depositado. O alcance da partícula - α em materiais de interesse radiográfico é da ordem de $10\mu\text{m}$ [50].

Para ambos os conversores foram realizados os seguintes estudos:

- determinação do Intervalo de exposição para obter o melhor contraste: este estudo seguiu o mesmo procedimento de 4.1.3. As condições experimentais para a obtenção do melhor contraste na imagem foram determinadas por meio de curvas que relacionam nível de cinza (NC) e exposição (E) em função do tempo de revelação. Para cada conversor 10 tiras de CR-39 com dimensões $15\text{mm} \times 35\text{mm}$ foram irradiadas no intervalo de exposição de $1,7 \times 10^7 \text{ n.cm}^{-2} < E < 3 \times 10^{10} \text{ n.cm}^{-2}$ e revelados em 15, 25, 35, e 65 minutos. Para cada um dos tempos de revelação os detectores foram analisados no sistema SACT e o nível de cinza correspondente a cada ponto no gráfico de cada detector foi determinado usando o mesmo software tomando a média da intensidade de aproximadamente 15.000 pixels individuais. O comportamento do nível de cinza em função da exposição para os tempos de revelação de 15, 35 e 65 minutos para o NE-426 e de 15, 25 e 65 minutos para o tetraborato de lítio é mostrado nas figuras 5.7 e 5.8 e as condições experimentais para a obtenção do melhor contraste estão apresentadas nas tabelas 5.2 e 5.3 respectivamente.

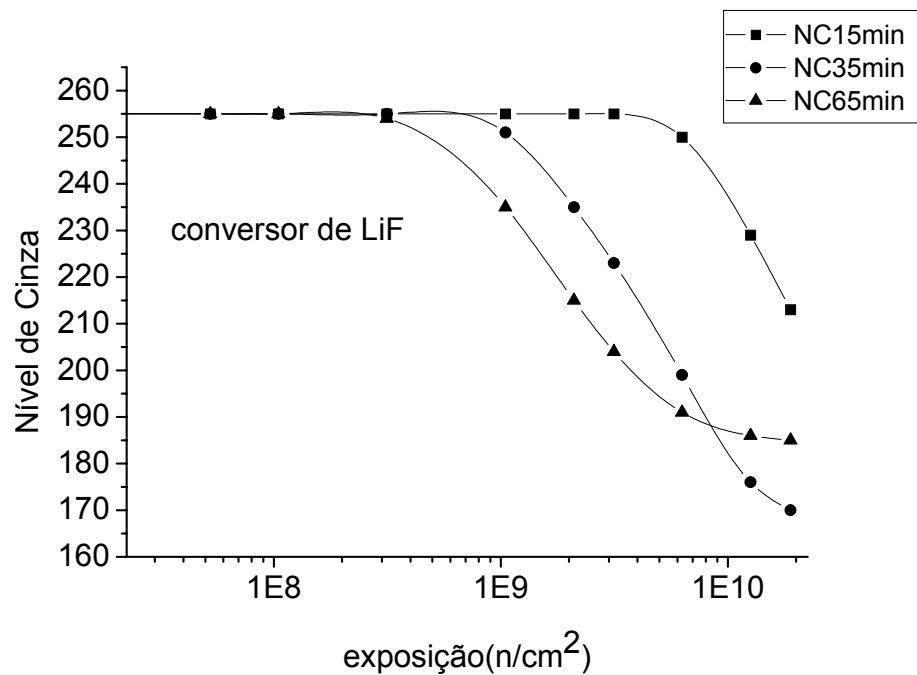


FIGURA 5.7 - Comportamento do nível de cinza em função da exposição para os tempos de revelação de 15, 25 e 65 minutos

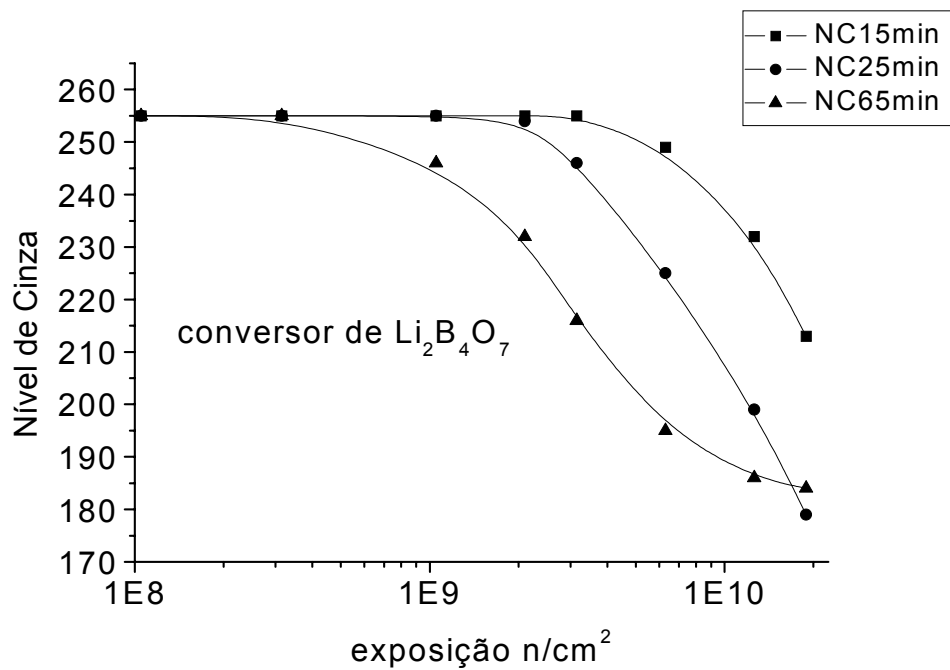


FIGURA 5.8 - Comportamento do nível de cinza em função da exposição para os tempos de revelação de 15, 25 e 65 minutos

- resolução espacial: a resolução foi avaliada em termos de resolução total - U_t a qual foi determinada a partir da imagem radiográfica de um objeto opaco ao feixe de partículas ionizantes gerada. Como anteriormente esta radiografia deve ser obtida no tempo de revelação e na exposição em que o melhor contraste ótico foi determinado.

Para o LiF foi utilizada uma folha de nitrato de celulose CN-85 com 100 μm de espessura e para o $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ uma lâmina de Mylar com 10 μm de espessura. A radiografia foi obtida no intervalo de exposição e no tempo de revelação para se obter o melhor contraste, determinados acima. As imagens radiográficas foram capturadas no sistema SACT à uma resolução de 3200 dpi e, mediante o software image-pro, foram feitas varreduras de “nível de cinza x coordenada espacial” em 5 locais diferentes da interface dos objetos opacos. Aos pontos experimentais foi ajustada a função ESF (4.3) [42, 43] e os valores da resolução para cada um dos conversores, apresentados nas tabelas 5.2 e 5.3, correspondem a media dos 5 valores individuais. Nas figuras 5.9 e 5.10 são mostradas duas distribuições típicas obtidas para cada um dos conversores, bem como o ajuste da função ESF aos pontos experimentais.

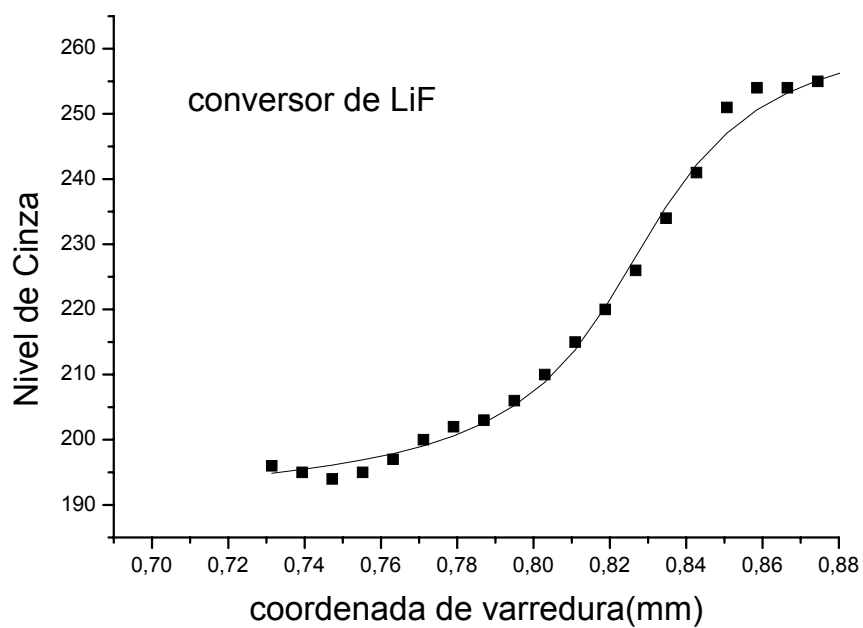


FIGURA 5.9 - Distribuição da intensidade do Nível de Cinza e o ajuste da ESF para o sistema CR-39/LiF

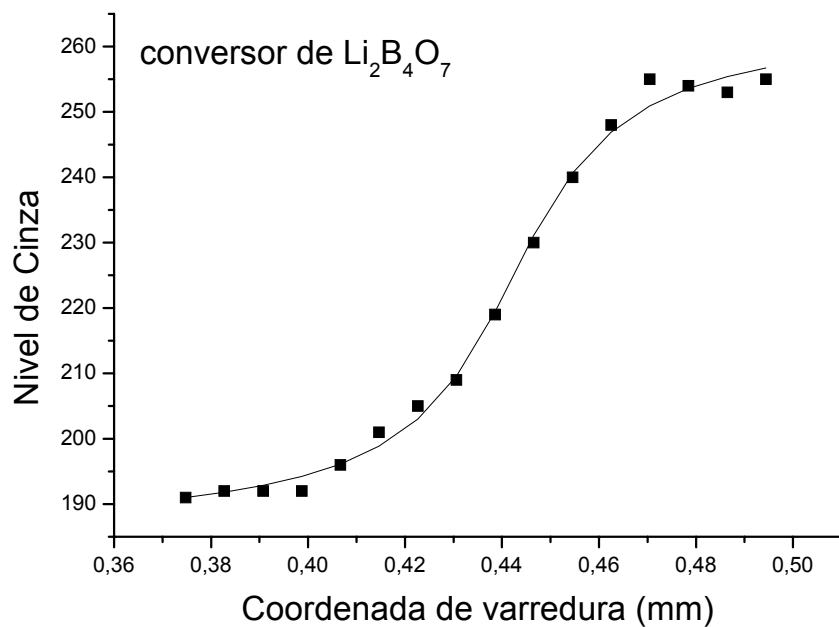


FIGURA 5.10 - Distribuição da intensidade do Nível de Cinza e o ajuste da ESF para o sistema CR-39/ $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$

TABELA 5.2 - Resumo das condições e das características radiográficas do método proposto para o sistema CR-39/LiF

Conversor de – LiF	
Condições para a obtenção de uma radiografia	
Intervalo de exposição (n.cm^{-2})	$1 \times 10^9 < E < 1,5 \times 10^{10}$
Tempo de irradiação(h)	2,4
Tempo de revelação (min)	35
Características radiográficas	
Faixa dinâmica	80
Resolução espacial (μm)	47 ± 2
Espessura máxima da amostra(μm)	~ 54

TABELA 5.3 - Resumo das condições e das características radiográficas do método proposto para o sistema CR-39/ $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$

Conversor de $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$	
Condições para a obtenção de uma radiografia	
Intervalo de exposição (n.cm^{-2})	$2 \times 10^9 < E < 2 \times 10^{10}$
Tempo de irradiação(h)	3,2
Tempo de revelação (min)	25
Características radiográficas	
Faixa dinâmica	77
Resolução espacial (μm)	36 ± 1
Espessura máxima da amostra(μm)	~ 10

Dentre os resultados apresentados pode-se extrair as seguintes conclusões para os três tipo de conversores estudados neste trabalho:

- os tempos de irradiação para se obter o melhor contraste na imagem, estão nas razões inversas das seções de choque macroscópicas de cada conversor e o menor deles é para o conjunto CR-39 – B

$$\Sigma(\text{Boro}) = 101,7 \text{ cm}^{-1}$$

$$\Sigma(\text{LiF}) = 69,7 \text{ cm}^{-1}$$

$$\Sigma(\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7) = 26,1 \text{ cm}^{-1}$$

- o conjunto CR-39 - LiF é o que apresenta o maior tempo de revelação. Isto é justificável uma vez que o alcance do trítio de 2,7MeV no CR-39 é de $\sim 54\mu\text{m}$, ou seja os danos são mais profundos do que os causados pelos outros conversores que são da ordem de $10\mu\text{m}$. Por este mesmo motivo, é o conjunto que permite a inspeção de amostras mais espessas, ou seja, de até $54\mu\text{m}$.

- o conjunto CR-39 – B é o que apresenta a melhor resolução total. Isto é justificável uma vez que os danos no CR-39 são causados por partículas - α de 1,47 MeV com alcance de $\sim 10\mu\text{m}$ neste detector. Para o $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ os danos são causados predominantemente por partículas - α de energia 1,47 MeV o que resulta para a resolução total um valor de $36 \mu\text{m}$, próximo ao obtido para o conversor de boro. Para o LiF o trítio de energia de 2,74 MeV com um alcance $54\mu\text{m}$ e as partículas - α de energia 2,07 MeV com alcance de $10 \mu\text{m}$ são os causadores dos danos resultando para a resolução total um valor de $47 \mu\text{m}$.

5.2 - Trabalho proposto

De modo a dar continuidade aos estudos em detectores de traços nucleares de estado sólido seria interessante utilizar toda a potencialidade do sistema digital desenvolvido neste trabalho e dar início a investigações referentes a teoria da formação da imagem em SSNTD.

Como mencionado anteriormente o sistema digital permite estudar a transmissão de luz por um único traço, que é um parâmetro fundamental para a compreensão e acesso a esta teoria. Com a finalidade de demonstrar a viabilidade deste estudo com este sistema, um detector CR-39 foi irradiado com o conversor de boro e revelado durante 25 minutos. Em seguida, este detector foi colocado no sistema SATI e, a imagem de um único traço capturada com o aumento no microscópio de 1500x, mostrada na figura 5.11. Por meio do software Image-pro foi feita então a varredura da transmissão de luz transmitida por este traço e o resultado obtido está mostrado na figura 5.12.

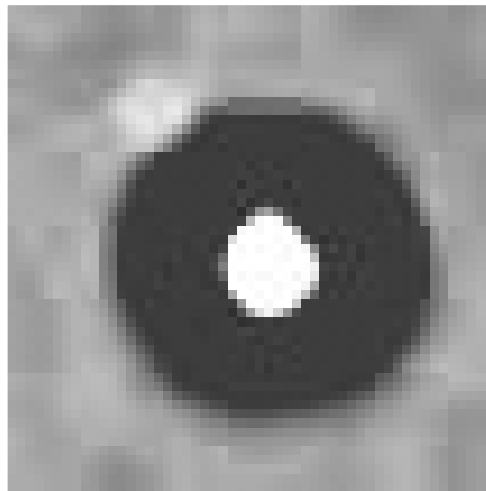


FIGURA 5.11 - Imagem de um único traço capturado no sistema digital

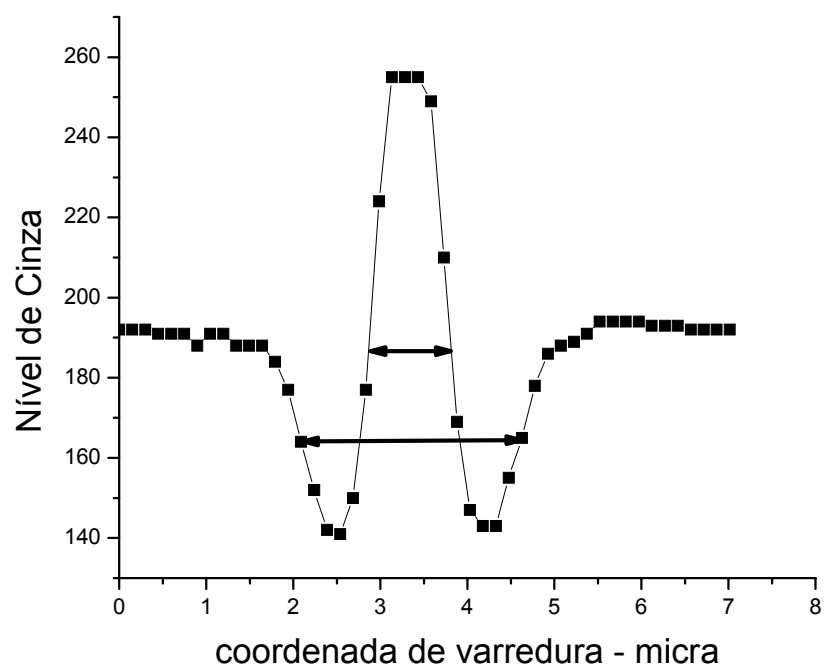


FIGURA 5.12 – Distribuição de luz por um único traço de 25 minutos de revelação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. PUGLIESI, R.; ANDRADE, M.L.G.; STANOJEV PEREIRA, M.A.; PUGLIESI, F. **Fundamentos da Física de nêutrons**. – Fundamentos da técnica da radiografia com nêutrons (2007). Cap. 5. – Livraria da Física Editora.
2. PUGLIESI, R.; E. LEHMANN. **Neutron-Induced electron radiography using an imaging plate**. Applied Radiation and Isotopes. 62 (2005) 457-460.
3. PUGLIESI, R.; ANDRADE, M.L.G.; STANOJEV PEREIRA, M.A.; PUGLIESI, F. **Neutron-induced electron radiography**. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 542 (2005) 81–86
4. DE MENEZES, M.O.; PUGLIESI, R.; S. PEREIRA, M. A. AND ANDRADE, M. L. G.. **Real-Time Neutron Radiography at the IEA-R1m Nuclear Research Reactor**. Braz. J. Phys. vol.33 no.2 June 2003
5. EASTELL, R.; W. WAHNER, HEINZ; O'FALLON, W. M.; AMADIO, P.C.; L. JOSEPH MELTON III; AND RIGGS, B. L.. **Unequal Decrease in Bone Density of Lumbar Spine and Ultradistal Radius in Colles' and Vertebral Fracture Syndromes**. The American Society for Clinical Investigation, Inc. V.83, (1989), 168-174
6. BÉLANGER, L. F.; BÉLANGER, C.. **Alpharadiography: A Simple Method for Determination of Mass Concentration in Cells and Tissues**. J. BIOPHYSIC. AND BIOCHEM. CYTOL., 1959, Vol. 6, No. 2.
7. PUGLIESI, R.; DE MORAES, MARCO A.P.V.. **Aspectos qualitativos da neutrongrafia pela técnica do registro de traços**. Revista Ciência e Cultura (SBPC). 39 (1987), 772-774.
8. STANOJEV PEREIRA, M.A. (2000). **Emprego dos Policarbonatos Makrofol-DE e CR-39 em Radiografia com Neutrons**. Dissertação de Mestrado. Comissão Nacional de Energia Nuclear , IPEN-CNEN/SP.
9. DURRANI, S.A.; BULL, R.K. (1987). **Solid State Nuclear Track Detection. Principles , Methods and Applications**. International Series in Natural Philosophy vol-111. Pergamon Press
10. FLEISCHER, R. L.; PRICE, P.B. AND WALKER, R.M. (1975). **Nuclear Tracks in Solids - Principle and Applications**. University of California, Berkeley, California-U.S.A.

11. STANOJEV PEREIRA, M.A.; PUGLIESI, R. – **Neutron-induced α -Radiography**. Radiation Measurements. Aceito para publicação (2008).
12. HARDT, P. VON DER; ROETTGER, H. **Neutron Radiography Handbook: Nuclear Science and Technology**. Dordrecht, D. Reidl, 1981
13. PUGLIESI, R; STANOJEV PEREIRA, M.A.; DE MORAES, M. A. P.V.; DE MENEZES, M.O. **Characteristics of the Solid State Nuclear Track Detector CR-39 for Neutron Radiography** . International Journal of Applied Radiations and Isotopes. vol50 pp 375-380, 1997
14. ASSUNÇÃO, M.P.M; PUGLIESI, R; DE MENEZES, M.O. (1992). **Characteristics of the Solid State Nuclear Track Detector CN-85 for Neutron Radiography**. Proceedings of the Fourth World Conference on Neutron Radiography. San Francisco, California, USA May 10-16
15. ASSUNÇÃO, M.P.M; PUGLIESI, R; DE MENEZES, M.O. **Study of the Neutron Radiography Characteristics for the Solid State Nuclear Track Detector Makrofol-E**. International Journal of Applied Radiations and Instrumentation vol45 n8 pp851-855, 1994
16. PUGLIESI, R.; STANOJEV PEREIRA, M.A.. **Study of the Neutron Radiography Characteristics for the Solid State Nuclear Track Detector Makrofol-DE**. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research(A), 484(2002), 613-618.
17. PUGLIESI, R.; STANOJEV PEREIRA, M.A.. **Evaluation of the Sensitivity for the track-etch neutron radiography method**. Radiation Measurements V37,no.2, p 103-195. (2002).
18. PUGLIESI, F.; SCIANI, V.; STANOJEV PEREIRA, M.A.; PUGLIESI, R.. **Digital System to Characterize Solid State Nuclear Track Detectors**. Braz. J. Phys. vol.37 no.2a São Paulo June 2007
19. SCIANI, V.; PUGLIESI, F.; STANOJEV PEREIRA, M. A.; ZAHN, G.; PUGLIESI, R.. **Digital system for track-etch neutron radiography**. XXVIII Reunião de Trabalho sobre Física Nuclear no Brasil – 07-11/09. Guarujá (2005)
20. ILIC', R. AND NAJZER, M. (1990a). **Image Formation in Track-Etch Detector-I**. The Large Area Signal Transfer Function. Nucl. Track Radiat. Meas. 17, 453-460

21. ILIC' ,R. AND NAJZER, M. (1990b). **Image Formation in Track-Etch Detector-II**. The Space-Dependent Transfer Function in Thin Detectors. Nucl. Track Radiat. Meas. 17, 461-468
22. ILIC' ,R. AND NAJZER, M. (1990c). **Image Formation in Track-Etch Detector-III**. The Space-Dependent Transfer Function in Thick Detectors. Nucl. Track Radiat. Meas. 17, 469-473
23. ILIC' , R. AND NAJZER, M. (1990d). **Image Formation in Track-Etch Detector-IV**. Image Quality. Nucl. Track Radiat. Meas. 17, 475-481
24. HUGHES, D.J; HARVEY, J.A. **Neutron Cross Sections**, New York, N.Y. McGRAW- Hill, 1955(BNL-325)
25. CURTISS, L.F. **Introduction to Neutron Physics**. D. van Nostrand Co.; Inc., Princenton, New Jersey, 1959
26. BLATT, J.N.; WEISSKOPF, V.F.. **Theoretical Nuclear Physics**. Dover Publication, Inc. New Graw Hill, Book Company, Inc. New York , 1957
27. BONILLA, C.F..**Nuclear Engineering**. Mc Graw Hill, Book Company, Inc. New York , 1957
28. ASSUNÇÃO, M.P.M.. **Desenvolvimento da Técnica da Radiografia com nêutrons pelo Método do Registro de Traços Nucleares**(1992). Dissertação de Mestrado. Instituto de Física da Universidade de São Paulo.
29. FISHER, C.O.. **The History of the First Radiographs in Berlim**. Proceedings of the Fourth World Conference on Neutron Radiography, pp 3-10. San Francisco, California, USA, May 10-16, 1992.Edit by John P. Barton. Gordon and Breach Science Publishers.
30. BERGER ,H. **Neutron Radiography, Methods, Capabilities and Applications**. New York, Elsevier, 1965
31. HAWKESWORTH, M. R (1977). **Neutron radiography: Equipaments and Methods**. Atom. Energy Rev., 152: 169-220
32. BRYANT, L.E; MCENTIRE, P. 2nd ed. **Radiography and Radiation Testing**, American Society for Nondestructive Testing, 1985 (Nondestructive Testing Handbook)

33. SEMAT, H.; WHITE, H.E. **Atomic age physics**. New York - Rinehart, 1959. VII, 230 p.
34. MARMIER, P.; SHELDON, E.. **Physics of nuclei and particles .Vol. 1**. New York - Academic Pr, 1969. v.1. XVIII, 809 p.
35. MARMIER, P.; SHELDON, E.. **Physics of nuclei and particles .Vol. 2**. New York - Academic Pr, 1970. v.2. XI, 811-1482 p.
36. KNOLL, G.F.; GENN, F.. **Radiation Detection and Measurements**. John Wiley & Sons, New York, 1989
37. WAKSMAN, G.; HAMEL, E.; FOURNIÉ-ZALUSKI, M.; AND ROQUES, B. P.. **Autoradiographic comparison of the distribution of the neutral endopeptidase "enkephalinase" and of α and β opioid receptors in rat brain**. Proc. Natl. Acad. Sci. USA. Vol. 83, pp. 1523-1527, March 1986.
38. GINIGE, M.P.; HUGENHOLTZ, P.; DAIMS, H.; WAGNER, M.; KELLER, J.; and BLACKALI, L. L.. **Use of Stable-Isotope Probing, Full-Cycle rRNA analysis, and Fluorescence In Situ Hybridization-Microautoradiography to Study a Methanol-Fed Denitrifying Microbial Community**. Applied and Environmental Microbiology, Jan. 2004, p. 588–596 Vol. 70, No. 1.
39. MGHIR, A. S.; CRÉMIEUX, A. C.; BLETON, R.; ISMAEL, F.; MANTEAU, M.; DAUTREY, S.; MASSIAS, L.; GARRY, L.; SALES, N.; MAZIÈRE, B.; AND CARBON, C.. **Efficacy of Teicoplanin and Autoradiographic Diffusion Pattern of [^{14}C]Teicoplanin in Experimental *Staphylococcus aureus* Infection of Joint Prostheses**. ANTIMICROBIAL AGENTS AND CHEMOTHERAPY, Nov. 1998, p. 2830–2835 Vol. 42, No. 11.
40. CLOËZ-TAYARANI, I.; CARDONA, A.; ROUSSELLE, J.; MASSOT, O.; EDELMAN, L.; AND FILLION, G.. **Autoradiographic characterization of [^3H]-5-HT-moduline binding sites in rodent brain and their relationship to 5-HT $_1\text{B}$ receptors**. Proc. Natl. Acad. Sci. USA. Vol. 94, pp. 9899–9904, September 1997.
41. KELLER, D. S. AND PAWLAK. **β -Radiographic Imaging of Paper Formation Using Storage Phosphor Screens**. Journal of pulp and paper Science. Vol. 27 . no. 4. April 2001
42. FEYNMAN, R.P. **The Feynman Lectures on Physics**. Addison- Wesley Publishing Company, 1963

43. HARMS, A.A.; ZELLINGER, A. A. 1977. **New Formulation of Total Unsharpness in Radiography**. Phys. Med. Biol., 22, nº1, 70-80.
44. WROBEL, M AND GREIM, L. (1988). **Resolution functions and unsharpness in neutron radiography**. Geesthacht, German, GKSS, (GKSS 88/e/12)
45. GONZALEZ, R. C. AND WOODS, R. E.. **Digital Image Processing**. Addison-Wesley Pub. Co. . Reading. MA. EUA. 1992. 716p
46. MENEZES, M.O DE (2000). **Radiografia com Neutrons em Tempo Real**. Tese de Doutorado. Comissão Nacional de Energia Nuclear, IPEN-CNEN/SP.
47. Application Technology Information. **The Makrolon 3200 series of grades**. Bayer AG, 1997
48. INMETRO - Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial. **Vocabulário Internacional de Termos Fundamentais e Gerais de Metrologia – VIM - 4ª edição - 2005**
49. TERENCE, M. C. (1997). **Efeito da radiação gama no policarbonato nacional Durodon FN-2200**. Dissertação de mestrado. Comissão Nacional de Energia Nuclear IPEN-CNEN/SP.
50. National Institute of Standards and Technology – NIST. **Stopping-power and range tables for helium ions**. Disponível em:
<<http://physics.nist.gov/PhysRefData/Star/Text/ASTAR.html>>. Acesso em 17 set. 2007.

Armas assinaladas

