



Influência da moagem na intensidade termoluminescente do quartzo natural procedente de Montes Claros

Álvaro Barbosa de Carvalho Junior, Maurício Prado Martins, Marcelo Francisco Gomes

Introdução

A dosimetria termoluminescente (TL) é uma das técnicas utilizadas para determinação da dose de radiação ionizante. Esta técnica é baseada no fenômeno TL, o qual corresponde à propriedade de certos materiais que, após serem expostos à radiação, emitem luz quando aquecidos [1]. A luz emitida pelo cristal pode ser medida em forma de um pulso elétrico, onde a altura do pulso é proporcional à dose de radiação recebida pelo cristal. O pulso elétrico, por sua vez, pode ser convertido em uma curva de intensidade x temperatura ou intensidade x dose [1,2]. Dessa forma, é possível estimar a dose de radiação em determinados ambientes ou a dose recebida em indivíduos expostos [2].

O uso crescente das radiações ionizantes em diferentes áreas tecnológicas tem incentivado pesquisas visando o desenvolvimento de materiais TL para aplicações dosimétricas. Muitos materiais são produzidos para aplicações na dosimetria TL, sendo os mais conhecidos o fluoreto de lítio dopado com terras-raras e o sulfato de cálcio dopado com disprósio. Contudo, o tipo de material e as etapas complexas de fabricação, contribuem para que o custo dos dosímetros comerciais seja mais elevado [1,2,3]. Por outro lado, existem na natureza minerais com propriedades TL, tais como: fluorita, sulfato de cálcio, feldspato e quartzo. Estes minerais são utilizados para fins de datação geológica e arqueológica e com exceção do sulfato de cálcio, poucos foram estudados no passado para fins dosimétricos [1,2,4].

Entre os minerais com propriedades TL, o quartzo tem se destacado por ser facilmente encontrado em fragmentos de materiais cerâmicos e sedimentos [4]. Recentes estudos realizados com quartzo na forma de monocristal ou em pó indicam a possibilidade de sua aplicação como dosímetro TL [5,6]. Isto porque algumas impurezas (concentrações relativas de lítio em relação ao alumínio e grupos OH) presentes em sua estrutura estão associadas à formação de centros de defeitos que durante o processo de irradiação e aquecimento, atuam como armadilhas de elétrons e centros de recombinação, responsáveis pelo surgimento de uma curva TL com um pico bem definido na região próxima a 300°C [6]. Contudo, sabe-se que a intensidade da curva TL depende da procedência do cristal, da homogeneidade das impurezas e dos centros de defeitos na superfície, que surgem através da quebra de ligações silício-oxigênio quando o cristal é moído [7,8]. Portanto, um ponto de investigação necessário à viabilização do quartzo natural como dosímetro TL é esclarecer a dependência da intensidade TL em função do tamanho de partícula e de sua condição superficial, sendo esse o objetivo desse estudo.

Material e métodos

As amostras foram obtidas a partir de um cristal de quartzo natural procedente de Campos Elísios, zona rural a 12km da Cidade de Montes Claros, no Estado de Minas Gerais. O cristal escolhido apresentava coloração ligeiramente esfumada e massa de aproximadamente 60g. Depois de ser lavado com água e detergente, o cristal foi colocado em um recipiente com proporções iguais de água e ácido nítrico (HNO_3) durante um período de 72 horas. O ataque químico foi realizado para remover incrustações de argila presentes na superfície do cristal. Depois disso, o cristal foi lavado com água destilada e fragmentado com auxílio de um martelo. Os fragmentos foram submetidos a dois diferentes tipos de moagem manual com almofariz e pistilo de porcelana. Uma parte dos fragmentos foi moída de forma mais severa, sendo utilizados movimentos circulares e golpes verticais com o pistilo. Esse processo foi chamado de moagem. Os fragmentos restantes foram processados de forma menos severa, que consistiu apenas de golpes verticais com o pistilo. Nesse caso, o processo foi denominado de esmagamento.

Depois de obter amostras particuladas pelos processos de moagem e esmagamento, o material foi classificado em três faixas de tamanho, utilizando duas peneiras da série Tyler com aberturas de 2mm e 1,18mm, respectivamente. Em seguida, os grãos foram separados com o auxílio de um pinça nos seguintes grupos: grupo A (retido na peneira de 2mm), grupo B (retido entre as peneiras de 2mm e 1,18mm) e grupo C (passante na peneira de 1,18mm). O valor do diâmetro médio (D_m) foi medido em dez grãos ao longo de três dimensões (x,y,z). Para isso, foi utilizando um micrômetro digital da marca Mitotoyo. A morfologia da superfície dos grãos obtidos pelos processos de moagem e esmagamento foi investigada com um microscópio óptico da marca Bioval, modelo L2000, sendo as imagens capturadas com uma câmera digital.



Antes de realizar os procedimentos de irradiação e leitura TL, os monocristais (grãos) de cada grupo foram tratados termicamente a 400°C durante 1 hora. O tratamento térmico foi realizado em um forno tipo mufla e teve como finalidade remover qualquer contribuição de luz que possa ser detectada das amostras no momento da leitura TL. Isso porque o cristal coletado no solo estava exposto à radiação ambiental e cósmica. Após o tratamento térmico, os grãos foram irradiados com uma dose de 10Gy, utilizando uma fonte de raios gama de cobalto-60 (^{60}Co). A taxa de dose no momento da irradiação foi de aproximadamente 4Gy/h. As irradiações ocorreram no Laboratório GamaLab do Departamento de Energia Nuclear da Universidade Federal de Pernambuco (GamaLab/DEN/UFPE). As curvas de intensidade TL foram obtidas no Laboratório de Metrologia das Radiações Ionizantes (LMRI/UFPE), utilizando uma leitora TL Harshaw-Bicron, modelo M3500, equipada com uma fotomultiplicadora Hamamatsu R6094. As medidas foram feitas no modo de aquecimento rampa, no intervalo entre 250°C e 400°C e com taxa de aquecimento igual a 2°C/s. Em seguida, os dados coletados foram processados no programa OriginPro7.

Resultados

A Fig. 1 apresenta as curvas de intensidade TL para os grupos de amostras obtidos pelos processos de moagem e esmagamento. Os resultados apresentados nessa figura representam a intensidade de luz emitida pelos grãos de quartzo, após serem irradiados com uma dose de 10Gy e posteriormente aquecidos. A Fig. 1A mostra os resultados para os grãos obtidos por moagem. Nessa figura, é possível observar a presença de um pico TL próximo a 325°C. Comportamento semelhante pode ser observado na Fig. 1B para os grãos obtidos por esmagamento. Nota-se ainda que tanto para os grãos moídos como para os esmagados, a intensidade TL é crescente do grupo C para o grupo A, ou seja, a intensidade TL cresce com aumento do tamanho dos grãos de quartzo. Para melhor visualizar esse comportamento, a área sob a curva de intensidade TL foi integrada com o auxílio do programa OriginPro7 e os resultados estão apresentados na Fig. 2. Cada ponto na figura representa a média de três medidas com seus respectivos desvios-padrão. Os resultados mostram claramente que os grãos obtidos pelo processo de moagem apresentam intensidade TL inferior àqueles obtidos pelo processo de esmagamento.

A Fig. 3 apresenta a morfologia da superfície dos grãos obtidos pelos processos de moagem e esmagamento. Para os grãos obtidos por moagem é possível observar que a superfície apresenta-se de forma mais quebradiça, conforme mostra a Fig. 3A e B. Comportamento diferente é observado para os grãos obtidos por esmagamento, onde a superfície apresenta-se de forma mais íntegra e com poucas fraturas, conforme mostra a Fig. 3C e D. Entretanto, foi observado que as amostras obtidas pelo processo de esmagamento apresentaram um maior percentual de grãos com valor de comprimento três vezes maior do que o valor encontrado para a largura e espessura. Esses grãos receberam o nome agulhas e estão apresentados nas microscopias ópticas da Fig 3E e F. O percentual médio de agulhas observado nos grupos A, B e C foi de aproximadamente 25%. Para os grupos A, B e C obtidos no processo de moagem, esse percentual foi em torno de 16%. Essa redução está associada ao processo mais severo, que proporciona uma maior quebra das agulhas.

Discussão

O surgimento do pico TL próximo a 325°C é bastante observado quando o quartzo natural é exposto à radiação ionizante. Além do pico TL a 325°C, outros picos centrados a aproximadamente 110°C, 170°C e 375°C podem surgir. Esses picos são bastante estudados para aplicações na datação geológica, arqueológica e na dosimetria retrospectiva [1,2]. A variação no posicionamento do pico TL a 325°C está associada ao formato irregular dos grãos, que acarreta um aquecimento não uniforme da amostra durante o processo de leitura TL.

Os maiores valores de intensidade TL, apresentados na Fig. 2 para os grupos de grãos esmagados, estão relacionados com superfícies menos fraturadas, conforme observado na Fig. 3. Além disso, um estudo realizado em amostras de sílica sugere que a quebra de ligações silício-oxigênio, que ocorre na superfície dos grãos, pode criar centros de defeitos que atuam como armadilhas de elétrons, interferindo na eficiência luminescente [8]. Acredita-se também na contribuição do maior percentual de grãos em forma de agulhas. Supostamente, esses grãos podem emitir uma maior luminescência por possuírem uma superfície translúcida e por serem mais bem aquecidos devido a sua menor espessura.

Considerações finais

Os resultados preliminares desse estudo mostraram que a intensidade do pico TL próximo a 325°C varia em função do tamanho dos grãos de quartzo. O aumento observado na intensidade TL para os grãos esmagados deve-se a uma superfície com maior integridade e com um maior percentual de grãos em forma de agulha. Os resultados sugerem que o processo de esmagamento é mais adequado para produção de grãos de quartzo com finalidades dosimétricas.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Prof^ª. Helen Jamil Khoury, coordenadora do Laboratório de Metrologia das Radiações Ionizantes da Universidade Federal de Pernambuco (LMRI/UFPE), pelas irradiações e leituras das amostras.

Referências

- [1] MCKEEVER, S. W. S. **Thermoluminescence of solids**. London: Cambridge University Press, 1985. 376 p.
- [2] MAHESH, K.; WENG, P. S.; FURETA, C. **Thermoluminescence in solids and its applications**. England: Nuclear Technology Publishing, 1989. 306 p.
- [3] AKSELROLD, M. S.; KORTOV, V. S. GORELOVA, E. A. Preparation and properties of α -Al₂O₃:C. **Radiation Protection Dosimetry**. Oxford, v. 12, n. 4, May, 1993
- [4] WINTER, A. G. Luminescence dating: laboratory procedures and protocols. **Radiation Measurements**. Aberystwyth, v. 27, n. 5/6, Dec. 1997.
- [5] CARVALHO JR. *et al.* Manufacturing polycrystalline pellets of natural quartz for applications in thermoluminescence dosimetry. **Materials Research**. São Carlos, v. 15, n. 4, April. 2012.
- [6] KHOURY, *et al.* TL dosimetry of natural quartz sensitized by heat-treatment and high dose irradiation. **Radiation Measurements**. Amsterdam, v. 43, Feb. 2008.
- [7] CARVALHO JR. *et al.* Effect of particle size in the TL response of natural quartz sensitized by high dose of gamma radiation and heat-treatments. **Materials Research**. São Carlos, v. 13, n. 2, Jun. 2010.
- [8] RANJBAR, A. H.; DURRANI, S. A.; RANDLE, K. Electron spin resonance and thermoluminescence in powder form of clear fused quartz: effect of grinding. **Radiation Measurements**. Amsterdam, v. 30, Feb. 1999.

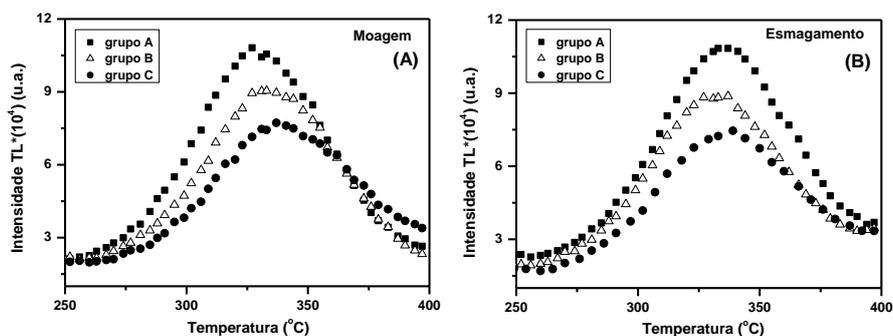


Figura 1. Curvas de intensidade TL obtidas para os grupos de amostras moídas (A) e esmagadas (B)

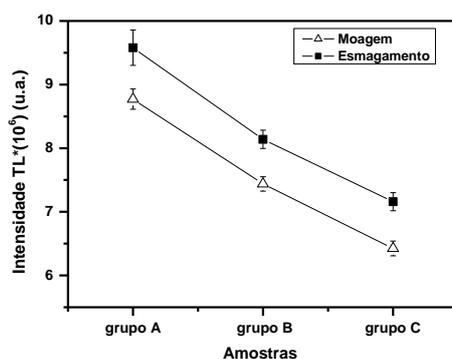


Figura 2. Comportamento dos grãos de quartzo obtidos por processos moagem e esmagamento

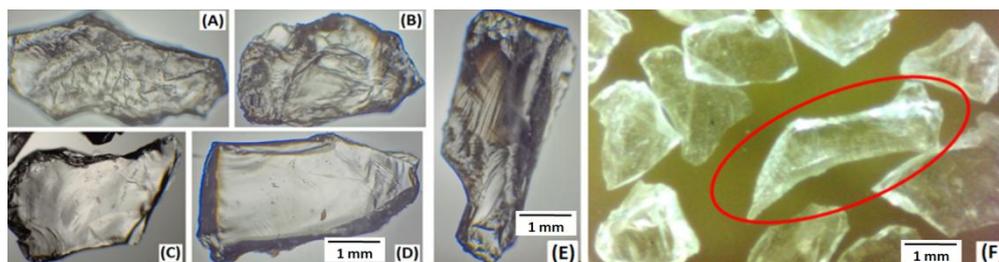


Figura 3. Morfologia da superfície dos grãos obtidos pelos processos de moagem (A) e (B), esmagamento (C) e (D), e morfologia dos grãos agulha (E) e (F)