



**AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE
DE SÃO PAULO**

**MEDIDAS DE DESGASTE EM AÇO INOXIDÁVEL AISI 316
POR MEIO DE ATIVAÇÃO SUPERFICIAL EM CÍCLOTRON**

LUIZ CARLOS DO AMARAL SUMIYA

**Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau
de Mestre em Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear - Aplicações**

**Orientador:
Dr. Valdir Sciani**

**São Paulo
2000**

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

**MEDIDAS DE DESGASTE EM AÇO INOXIDÁVEL AISI 316
POR MEIO DE ATIVAÇÃO SUPERFICIAL EM CÍCLOTRON**

LUIZ CARLOS DO AMARAL SUMIYA



**Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do grau de
“Mestre em Ciências” na Área de
Tecnologia Nuclear.**

Orientador: Dr. Valdir Sciani

SÃO PAULO

2000

Dedico este trabalho,

Aos meus pais, Luiz e Vanda,

A minha esposa, Judith,

Aos meus filhos, Caio e Danilo.

Agradeço,

Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, pela oportunidade oferecida para que eu pudesse desenvolver esta dissertação.

Ao meu orientador Dr. Valdir Sciani, pelo acompanhamento, presença, orientação e apoio dados durante todo o período de desenvolvimento do trabalho.

A amiga Dra. Sônia Ap. C. Mestnik, pelo incentivo para que eu iniciasse meu curso de pós-graduação e minha dissertação.

Aos meus amigos do ciclotron Hylton, Osvaldo, André, Augusto, Mauro, Tarcisio, Zanchetta e Sandra, pela colaboração e amizade.

Aos técnicos da Proteção Radiológica, Amaro e Celso, pela colaboração e auxílio prestado.

Ao meu amigo Vladimir Lepki, pela colaboração no desenvolvimento da fase experimental e amizade dedicada.

Ao Dr. Eddy S. Pino, pela colaboração na elaboração final da dissertação.

Ao M.Sc. Wilson P. Calvo, pela colaboração e por ser prestativo, procurando facilitar o desenvolvimento da dissertação.

A Dra. Maria Helena de O. Sampa, pela colaboração e atenção.

Ao Diretor, Chefes de departamento e Divisão, pela colaboração.

A todas as pessoas que direta ou indiretamente colaboraram para que tudo acontecesse da melhor forma possível.

Aos meus pais sem os quais nada disso teria acontecido.

A minha esposa e meus filhos que sempre me apoiaram e incentivaram para que eu atingisse mais esse objetivo.

A todos, minha gratidão e meus sinceros agradecimentos, sendo que, sem essa colaboração não chegaria até aqui.

MEDIDAS DE DESGASTE EM AÇO INOXIDÁVEL AISI 316 POR MEIO DE ATIVAÇÃO SUPERFICIAL EM CÍCLOTRON

Luiz Carlos do Amaral Sumiya

RESUMO

A energia nuclear tem sido utilizada em diversas aplicações em áreas como: medicina, agricultura e indústria. Neste rol de aplicações industriais, surge a ativação superficial, através da qual o desgaste apresentado por componentes internos de máquinas em geral pode ser quantificado em condições operacionais, onde testes convencionais não conseguem atender a esta exigência de forma precisa e satisfatória. A ativação superficial aparece como mais um instrumento de análise, possuindo vantagens como: pode ser aplicada em condições operacionais, permite a investigação somente da região onde o desgaste está ocorrendo e o tempo de análise é bem menor quando comparado aos métodos convencionais.

O objetivo principal deste trabalho foi de estudar a viabilidade e o desenvolvimento para a implantação de um método experimental baseado no uso de radionuclídeos na ativação superficial para medidas de desgaste em componentes metálicos.

Neste trabalho, o desgaste em amostras de aço inoxidável AISI 316 foi acompanhado através da ativação superficial com prótons de 8 MeV produzidos pelo ciclotron CV-28 do IPEN-CNEN/SP. Inicialmente foi feita a caracterização do feixe de prótons, analisando sua homogeneidade e energia incidente, através de reações monitoras em cobre natural. Dois conjuntos de amostras de aço inoxidável AISI 316 foram utilizadas. O primeiro consistiu de folhas com espessuras de 12,5 μm , que serviram para elaborar curvas de calibração, relacionando a atividade induzida em função da espessura ativada. O segundo consistiu em blocos de aço inox, que sofreram sucessivos desgastes programados utilizando-se uma politriz automática. Após a irradiação as folhas foram medidas em um detector de Ge-hiperpuro, sendo identificados os radionuclídeos ^{56}Co , ^{57}Co , ^{58}Co e ^{52}Mn , os quais foram selecionados em função da energia da partícula incidente e pelo decaimento radioativo dos radionuclídeos de meia-vida curta formados. Dentre estes, o ^{56}Co mostrou ser o mais adequado e conveniente à construção da curva de calibração. Utilizou-se um detector de NaI(Tl) com sonda portátil, pois em situações reais a análise é realizada com o equipamento em operação, medindo-se diretamente a

peça ativada. Para simular uma situação real, utilizaram-se cápsulas metálicas que serviram de anteparo entre o detector e o material ativado, como normalmente acontece numa máquina. Nos blocos irradiados removeram-se camadas superficiais e foram medidos no detector de NaI(Tl), determinando-se a atividade relativa remanescente do ^{56}Co . Os resultados obtidos demonstram existir uma boa concordância entre esses valores e os da curva de calibração, comprovando a eficiência e aplicabilidade da metodologia.

Embora os equipamentos usados nos experimentos fossem simples e de baixo custo, mostraram que, mesmo com um arranjo mais modesto, é possível aplicar a técnica com excelentes resultados.

WEAR MEASUREMENTS OF STAINLESS STEEL AISI 316 BY THIN LAYER ACTIVATION IN CYCLOTRON

Luiz Carlos do Amaral Sumiya

ABSTRACT

Nuclear energy techniques have multiple applications in medicine, agriculture and industry.

Among the industrial applications, thin layer activation shows as a promising quantitative analytic method for on-line wear measurements in machine components with many advantages when compared with the conventional methods. Some of these advantages are beside the on-line measurements the possibility to carry out these measurements in specific areas where the material is activated and also for a short time required in the wear analysis.

The main objective of this work was to study the viability to develop an experimental method using proton irradiation in the thin layer activation technique for wear evaluation of machine metallic components.

In this work wear measurements, in stainless steel AISI 316 irradiated with 8 MeV – protons using the CV-28 Cyclotron at IPEN-CNEN/SP, were carried out.

The first task of this work was the proton beam characterization in both homogeneity and incident energy using specific nuclear reactions in samples of pure Cu.

Two sets of stainless steel AISI 316 samples were used. The first set were formed by 12.5 μm foils which were used to obtain the calibration curves that give the induced activity as a function of thickness. The second set of samples was stainless steel AISI 316 blocks on which consecutive programmed wear processes were performed using an automatic polishing machine.

After proton irradiation the foils activated were measured with a high purity Ge detector where ^{56}Co , ^{57}Co , ^{58}Co and ^{52}Mn were determined and selected as a function of the proton energy and the radioactive decay of the radionuclides of short half-life. From these radionuclides, ^{56}Co had shown to be the worse suitable for the calibration curve determination. For on-line wear measurements a NaI(Tl)-detector with a portable probe was used.

To simulate real conditions for the wear measurements, metallic capsules were used to separate the activated material and the detector.

The efficiency and applicability of the wear measurement methodology was made by comparing the values of the calibration curve with those obtained with the remaining relative activity of the stainless steel irradiated blocks after removing successive layers of material.

In spite of the fact that the experimental setup for wear measurements was simple and of low cost, it was shown that this setup gave excellent results.

5.2.3 – ENERGIA DO FEIXE DE PRÓTONS PRODUZIDO PELO CÍCLOTRON CV-28	47
5.2.4 – ATIVAÇÃO DE CAMADA FINA	49
5.2.4.1 – FOLHAS DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316.....	50
5.2.4.2 – CURVAS DE CALIBRAÇÃO	52
5.2.4.3. – BLOCOS DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316 COMERCIAL	53
CAPÍTULO 6	
6 – RESULTADOS E DISCUSSÕES	59
6.1 – FEIXE DE PRÓTONS.....	59
6.2 – ENERGIA DO FEIXE DE PRÓTONS PRODUZIDO PELO CÍCLOTRON CV-28	63
6.3 – ANÁLISE DA ENERGIA DOS PRÓTONS UTILIZADOS NAS IRRADIAÇÕES E NAS REAÇÕES NUCLEARES.....	67
6.4 – ATIVAÇÃO DAS FOLHAS DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316	73
6.5 – CURVA DE CALIBRAÇÃO.....	77
6.6 – ATIVAÇÃO DOS BLOCOS DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316	85
CAPÍTULO 7	
7 – CONCLUSÕES	92
SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	96
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	97

CAPÍTULO 1

1 – INTRODUÇÃO

1.1 – HISTÓRICO

É difícil, e provavelmente não seja a coisa mais importante, tentar datar o desenvolvimento da primeira engrenagem, uma vez que inúmeras descobertas sobre a vida do homem na terra ainda estão acontecendo nos dias de hoje.

Dowson ¹, em sua publicação sobre a história da tribologia, descreve a respeito do desenvolvimento de engrenagens, lubrificantes, concepções de ferramentas e sistemas tribológicos. O período abordado neste relato está situado entre o final da idade da pedra (Período Neolítico) até o Renascimento.

As remodelações das engrenagens ao longo dos tempos, bem como o uso de lubrificantes como fatores de minimização do esforço físico na execução de tarefas, surgiram das necessidades do dia a dia de nossos ancestrais.

As civilizações antigas, tais como, os Egípcios, os Chineses, os Gregos e os Romanos, contribuíram significativamente na criação de mecanismos para auxiliar nos trabalhos a serem executados e também na utilização de novos materiais para melhorar a resistência ao desgaste dos mesmos. É importante salientar que, estes desenvolvimentos foram conseguidos sem a ajuda e suporte de estudos científicos propriamente ditos, o que torna o processo como um todo mais extraordinário.

Tudo isso demonstra que, nossos ancestrais já tinham uma idéia sobre o quanto era importante o aspecto da confiabilidade dos sistemas tribológicos, embora não

tivessem noção alguma do significado da palavra tribologia. Esta não é uma preocupação recente, da era industrial¹.

1.2 – CONSIDERAÇÕES SOBRE A TRIBOLOGIA

A concepção da palavra TRIBOLOGIA ocorreu somente em 1966, e hoje está presente nos dicionários técnicos mais modernos. Porém, a concepção do que representa a tribologia nasceu muito antes, há uns 300 anos, quando se começou a dar real importância à força de interação entre duas superfícies que estão em movimento relativo². Entretanto, os tópicos de interesse dos tribologistas tem vital importância para cientistas, engenheiros e aqueles que projetam e operam máquinas.

Formalmente, a tribologia é definida como “a ciência e tecnologia das interações de superfícies em movimento relativo”. Esta palavra, derivada do grego, significa ciência da fricção (tribos = fricção e logos = ciência)³.

Sabe-se hoje, que a tribologia é uma ciência de caráter multidisciplinar, uma vez que envolve a física, a química, a metalurgia e a engenharia, possibilitando um trabalho em conjunto, cada qual utilizando ferramentas próprias. Ela tem grande importância no desenvolvimento e projeto de máquinas e seus componentes. Além disso, está diretamente relacionada com cada aspecto da fricção, lubrificação e desgaste. Por tratar-se de um assunto amplo, envolve inúmeros fatores que nem sempre são facilmente identificados. Assim, o diagnóstico das condições em que ocorrem a fricção e o desgaste num sistema tribológico, ou nas configurações de testes em laboratório, merece especial atenção, porque várias características e parâmetros devem ser levados em consideração, embora seja praticamente impossível o controle de todos ao mesmo tempo. Porém, deve-se ter ciência de sua existência e suas influências. Isto está relacionado ao fato de que, a fricção e o desgaste não são somente propriedades intrínsecas do material, estando relacionadas ao meio externo.

Em linhas gerais, os sistemas tribológicos associam-se aos seguintes parâmetros⁴:

- Parâmetros Estruturais: aqueles que caracterizam os componentes (material, lubrificante e ambiente) envolvidos nos processos de fricção e desgaste e também as propriedades físicas, químicas e tecnológicas.
- Parâmetros Operacionais: são aqueles relacionados à carga cinética, temperatura e duração funcional.
- Parâmetros de Interação: são aqueles que definem o tipo de contato e formas de lubrificação.

Define-se fricção como um complexo processo de natureza mecânica, energética e molecular, que ocorre onde duas superfícies de componentes de uma máquina estão em contato.

De forma geral, a fricção pode ser classificada em dois tipos:

- Deslizamento: processo que ocorre entre duas superfícies que tem movimentos tangenciais entre si.
- Rolamento: processo onde uma superfície tem um movimento circular sobre a outra.

Pode ocorrer uma terceira situação, que é chamada de Mista. Neste tipo de situação, os dois movimentos acontecem simultaneamente.

Apesar da grande importância, a tribologia não recebeu a devida atenção num primeiro momento. Como resultado houve atrasos tecnológicos no desenvolvimento de projetos que levavam em consideração os parâmetros tribológicos e também no estudo de seus próprios parâmetros. Assim, muito dinheiro foi “queimado” a cada ano em gastos desnecessários com o desgaste, fricção, quebras e perdas com energia, por falta de construções de conjuntos mais eficientes^{2,3}.

A partir do momento que se tomou consciência do grau de importância e das conseqüências geradas por se tratar com desprezo essa questão, os parâmetros tribológicos se tornaram foco de estudos e testes, somente dessa maneira conseguiu-se reverter o quadro inicial.

1.3 – CONSIDERAÇÕES SOBRE O DESGASTE

Existem várias definições para o termo desgaste. As mais antigas são limitadas e encaram o desgaste como “uma resultante do movimento relativo entre dois corpos, que tem suas superfícies em contato”⁵. Entretanto, numa visão mais moderna, a definição que melhor o caracteriza é a seguinte: “desgaste é o dano sofrido por uma superfície, resultante do movimento relativo com outra substância”. Embora possa parecer estranha tal definição, deve-se considerar que este fenômeno não está limitado somente à perda de material de uma dada superfície e nem que o movimento relativo ocorra somente entre superfícies sólidas. Por exemplo, o contato entre uma superfície sólida e uma líquida é perfeitamente possível e também pode resultar em desgaste. Pode acontecer um tipo de interação onde não há perda de massa, mas sim uma alteração da geometria ou das dimensões originais de parte de uma peça, causada por uma deformação plástica. Como exemplo desse tipo de fenômeno, têm-se os anéis de borracha (*o’rings*) e as molas. Há ainda, um outro caso, quando não ocorre nenhum dos fatores citados anteriormente, mas que de certa forma é classificado como desgaste. É o caso das janelas de avião, onde não ocorre deformação nem perda de massa, mas alterações do ponto de vista óptico, ou seja, no seu grau de transparência, o que é fundamental para esse tipo de peça. É o caso dos visores de celas de produção de radioisótopos, no qual os visores de vidro e chumbo sofrem perda de transparência devido à radiação gama. Embora não ocorra um processo de desgaste propriamente dito, há, na verdade, uma diminuição na eficiência do potencial produtivo, em função das alterações físicas sofridas⁵.

Uma visão mais ampla, na área de engenharia, caracteriza o desgaste em termos de uma alteração no desempenho do equipamento ou parte dele⁵.

Para se ter uma noção mais geral da extensão dos processos de desgaste, a tabela 1.3.1 apresenta ações tribológicas para várias estruturas de contato ⁶.

De uma forma mais generalizada, existem três maneiras de classificar o desgaste: a primeira é em termos da aparência da superfície; a segunda, leva em consideração os mecanismos físicos e químicos, os quais removem os materiais ou produzem os danos na superfície; a terceira, tem como parâmetro, as condições do meio onde ocorre o desgaste.

Em cada uma das classificações, nota-se nitidamente que os direcionamentos das análises são diferentes. Como exemplo da primeira, têm-se os buracos, as lascas e os arranhões, que constituem as características físicas. Já na segunda, tem-se a adesão, a abrasão, a delaminação e a oxidação, que são mecanismos relacionados aos sistemas tribológicos. Na terceira categoria, têm-se como exemplo a lubrificação, a alta temperatura e os movimentos (deslizar, rolar, girar, vibrar) entre superfícies (metal-metal).

As três formas de classificação são úteis, pois servem como parâmetro inicial em uma análise. Porém, em função do atual estágio de conhecimento sobre a tribologia, as correlações completas entre as condições de operação, mecanismos de desgaste e aparência geral são particularmente impossíveis. Isto ocorre por causa da natureza complexa do comportamento do fenômeno de desgaste ⁵.

A evolução das áreas produtivas conduziu a grandes e constantes progressos na fabricação e também na utilização de máquinas que auxiliam o homem em seu trabalho diário. Tais necessidades serviram como alavanca no desenvolvimento e modernização de equipamentos utilizados em escala cada vez maior nas indústrias e em outros locais, onde a automação é um fator determinante no aumento da produtividade e melhoria da qualidade do produto final. A demanda, por novos e mais modernos equipamentos exigiu que os profissionais da área buscassem meios de melhorar a eficiência e a vida útil dos mesmos, tornando-os mais confiáveis e duráveis. Neste sentido, nasceu a necessidade de se estudar e pesquisar os fenômenos e as influências de tais parâmetros e, conseqüentemente, acabou-se comprovando sua real importância para produção industrial.

É notória a preocupação das áreas de produção e pesquisa com a questão do desgaste, pois este fato tem uma influência direta na fabricação de produtos e prestação de serviços. A qualidade e eficiência de produção tornaram-se pontos importantes de uma sociedade produtiva desenvolvida. Ter um planejamento que procure minimizar ao máximo as perdas por quebra ou baixa eficiência das máquinas e seus componentes é meta constante, pois cada vez mais, torna-se necessário produzir mais com menor custo e maior qualidade.

Tabela 1.3.1- Tabela com ações tribológicas e desgastes relacionados.

Estrutura do sistema	Fenômeno tribológico	Tipo de desgaste	Mecanismos efetivos			
			Adesão	Abrasão	Fadiga superficial	Reações tribo-químicas
Sólido e Sólido	Deslizamento	Desgaste por deslizamento	X	X	X	X
	Rolamento	Desgaste por rolagem	X	X	X	X
	Impacto	Desgaste por impacto	X	X	X	X
	Oscilação	Desgaste por corrosão	X	X	X	X
Sólido e Partículas sólidas	Deslizamento	Deslizamento abrasivo		X		
	Rolamento	Rolagem abrasiva		X		
Sólido e Fluido com particulado	Fluxo	Erosão		X	X	X
Sólido e Gás com particulado	Fluxo	Erosão		X	X	X
	Impacto	Desgaste por impacto		X	X	X
Sólido e Fluido	Fluxo turbulento	Erosão			X	X
	Impacto	Erosão			X	X

CAPÍTULO 2

2 – MÉTODOS DE DETECÇÃO DE DESGASTE

2.1 – METODOLOGIA

O desgaste é um fator problemático na indústria porque a confiabilidade e durabilidade dos equipamentos são fatores que tem relação direta com esse fenômeno. Tanto é verdade que, nos processos industriais mais modernos e automatizados, faz-se um controle mais rígido do desempenho dos equipamentos, procurando monitorá-los de forma a perceber qualquer alteração de eficiência dos mesmos.

Esses dois fatores são destacados em publicações da década de 70 (Moore-1972; Dowson-1973), onde suas influências afetavam em torno de 20% de toda produção anual de uma máquina. Em função desse dado, tinham-se estimativas de que o custo direto do desgaste variava entre 1 e 4% de todo produto interno bruto (PIB)⁷. Estimativas feitas no final dos anos 70, mostraram que os Estados Unidos tiveram perdas da ordem de U\$ 100 bilhões/ano e a Alemanha em torno de DM 6 bilhões/ano⁸. Já, na década de 80, com a evolução tecnológica ocorrida no período, houve um avanço na redução de gastos com o fenômeno de desgaste, o qual passou para a faixa dos 3% do PIB⁶.

Os exemplos acima demonstram que o mundo, de forma geral, tem grandes perdas pela ação do fenômeno do desgaste nas áreas produtivas. Portanto, não se trata de um fator desprezível, que não deva ser levado em consideração numa economia moderna, onde as necessidades de investimentos são grandes e todo desperdício de capital é relevante, pois a produtividade e o custo estão diretamente relacionados.

Nas últimas quatro décadas, métodos convencionais e nucleares vêm sendo aplicados na avaliação do grau de desgaste em diversos tipos de componentes de máquinas.

Métodos mecânicos convencionais, tais como, a micrometria e outros, ou ainda, métodos clássicos como a técnica de determinação de perda de massa, embora possam ser utilizados, são muito insensíveis e inexatos, não sendo adequados às necessidades atuais. Além disso, obrigam que a máquina seja desmontada a cada medição, para constatar as alterações físicas sofridas pelo componente ou parte dele.

Já as técnicas de inspeção visual, tais como, a microscopia ótica e a eletrônica (SEM - *Scanning Electron Microscopy*), apesar de serem eficientes, oferecem somente resultados qualitativos e destinam-se a análises de áreas muito pequenas^{9, 10, 11}.

Os métodos químicos, espectrais e outros tipos de análise para determinação de produtos do desgaste em amostras de lubrificantes, mesmo sendo satisfatoriamente sensíveis, são trabalhosos, requerem equipamentos especiais e não fornecem informações sobre o local de desgaste máximo⁷.

Como todos esses métodos convencionais de determinação de desgaste, mostraram-se insatisfatórios diante das necessidades e exigências, novas metodologias foram sendo exploradas de forma a produzir resultados e dados mais detalhados e precisos sobre o fenômeno.

2.2 – METODOLOGIAS NUCLEARES

Os métodos nucleares surgiram nesse rol de novas perspectivas e tecnologias. Essa metodologia tornou-se importante na avaliação dos sistemas tribológicos, sendo uma ferramenta a mais na tentativa de estabelecer os parâmetros e condições em que ocorre maior ou menor taxa de desgaste em equipamentos e seus componentes. Entre eles, pode-se citar a radiografia de raio-x, a radiografia com nêutrons, a gamagrafia, a ativação com nêutrons e a ativação superficial com partículas

carregadas ¹². As três primeiras técnicas destinam-se mais a uma análise da estrutura do material e não de sua superfície.

Como os sistemas tribológicos são complexos, para se conseguir maior eficiência na análise do fenômeno de desgaste, o ideal é realizar sua avaliação em condições reais de operação e também, se possível, mantê-las para avaliações futuras. Tomando-se esses parâmetros como fundamentais nas determinações de desgaste, o método da ativação com nêutrons e a ativação superficial demonstraram ser os mais adequados a este modelo experimental. Porém, a utilização de tais técnicas só foi possível graças à produção artificial de radionuclídeos ou radioisótopos. Desde a descoberta da possibilidade de se produzir artificialmente radionuclídeos em grande escala na virada do século passado, o desenvolvimento das máquinas para tal finalidade tiveram um avanço fantástico.

O reator nuclear foi o primeiro equipamento produtor desses radioisótopos; anos depois de sua existência, com o progresso da área nuclear, começaram a ser construídos os primeiros aceleradores de partículas. Esses radionuclídeos produzidos em reatores e aceleradores de partículas possuem propriedades que lhes são peculiares, tornando-os muito úteis à área de medicina, pesquisa e indústria.

Na medicina, são utilizados como traçadores e radiofármacos, na realização de exames para diagnósticos e terapia de algumas doenças, por exemplo, a disfunção e o câncer tiroideano ¹³.

Na Pesquisa, serve como elemento marcador de moléculas que fazem parte de reações químicas, em análises de determinações qualitativas e quantitativas. Podem também atuar como um datador, estabelecendo idades cronológicas nas áreas de arqueologia e geologia ^{14, 15}.

Já na área industrial, seu uso é mais recente, sendo aplicado desde a fabricação de medidores de nível e espessura como também, em diagnóstico e caracterização de materiais e superfícies ^{12, 14, 16, 17}.

Os métodos nucleares conhecidos até o momento, com aplicação no estudo do fenômeno de desgaste, diferem somente na forma da introdução do radionuclídeo (radiotraçador ou radioisótopo) na peça da máquina a ser estudada. Esses

radionuclídeos podem ser introduzidos por meio de ativação da peça ou por inserção do elemento radioativo na liga da peça de interesse. Assim, o princípio de determinação de desgaste por esses métodos consiste na introdução de um radioisótopo no componente a ser estudado e o desenvolvimento de um método específico de detecção, a fim de relacionar os dados nucleares obtidos e transformá-los em dados de desgaste: os processos de desgaste são caracterizados pela perda de material da peça da máquina nas quais as zonas de interesse foram previamente ativadas e, mediram-se as alterações de resultados do nível de radioatividade por meio de espectrometria gama.

Os métodos mais usados, que utilizam radioisótopos são os seguintes ⁷:

1) Método de inserção de marcador radioativo

Este tipo de inserção é feito por meio mecânico, isto é, na parte da máquina a ser estudada, onde bolinhas ou cavilhas pequenas com área determinada e conhecida (diâmetro entre 0,5 - 1,0 mm) são introduzidas na peça. A densidade do material da bolinha ou cavilha, não deve ser maior que a do componente de interesse.

2) Método de marcador radioativo fundido

Neste método, utiliza-se uma liga fundida do material do componente, a qual faz-se uma adição do radioisótopo em forma de pó. É importante que essa adição seja rápida e bem homogênea, pois do contrário surgirão problemas na coleta dos dados. A experiência tem mostrado que, o período necessário para obter-se uma boa homogeneidade na mistura, varia de 40 a 60 segundos. Os radioisótopos normalmente utilizados para esta finalidade são o ⁵⁹Fe e o ⁶⁰Co. Este pó deve ser previamente introduzido em uma cápsula feita da mesma liga da amostra fundida.

3) Método de deposição eletrolítica

Este método é realizado utilizando-se um banho eletrolítico, onde um eletrodo é constituído do material radioativo que se deseja depositar. Os elementos químicos normalmente usados são: Ag, Zn, Sn, Cr ou Mn, pois são os mais adequados às determinações de desgaste.

4) Método de marcação de gás radioativo

Para este tipo de marcação, pode-se usar algum dos componentes gasosos da liga de interesse. Pode-se também utilizar um gás diferente, que não faça parte da liga em questão, mas que produza uma reação química com um ou mais componentes

da amostra estudada. O gás mais amplamente empregado é o dióxido de enxofre (SO_2), que contém o ^{35}S como seu componente radioativo. Como este radioisótopo difunde-se facilmente na atmosfera, sua aplicação requer cuidados especiais, principalmente do ponto de vista de proteção radiológica, tais como capelas para trabalhos com vapores radioquímicos.

5) Método de revestimento de Zinco radioativo

Este método consiste em sublimar o Zn radioativo a 450°C e então depositá-lo sobre a superfície de interesse. Uma vantagem deste processo em relação à deposição eletrolítica é o tempo de preparação da amostra, a qual pode ser reduzida de 50 horas para um patamar de 3 a 4 horas. Em compensação, tem-se a mesma desvantagem do método de marcação gasosa, havendo a necessidade de uma capela própria para vapores radioquímicos na execução dos trabalhos.

6) Método baseado em reações nucleares

Neste processo, lança-se mão de reações nucleares para induzir a formação de material radioativo diretamente na amostra a ser estudada. Essas reações, podem ser produzidas usando-se nêutrons ou partículas carregadas, as quais são geradas em reatores nucleares e em aceleradores de partículas⁷.

Os métodos nucleares são ferramentas poderosas, quando há necessidade de se investigar partes de uma máquina, onde o acesso é difícil ou são seladas por uma estrutura de revestimento ou proteção.

Como os focos de interesse deste trabalho são as metodologias nucleares, mais especificamente o sexto item acima citado, estes dois tópicos (ativação com nêutrons e ativação superficial com partículas carregadas) serão tratados separadamente.

2.2.1 – ANÁLISE POR ATIVAÇÃO COM NÊUTRONS

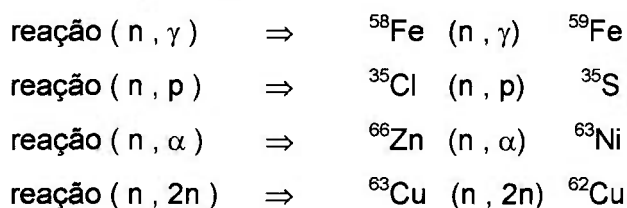
A análise por ativação com nêutrons é um método eficiente e muito sensível, onde se pode determinar elementos em nível de traço. Sua aplicação mais recente

concentra-se na área de ciência dos materiais, na geologia, na biologia, na arqueologia, na saúde e estudos ambientais.

Esta metodologia, normalmente utiliza como fonte de nêutrons os reatores nucleares. Primeiro porque os nêutrons podem ser produzidos em grande quantidade e segundo, pela capacidade que possuem de produzir uma mistura de nêutrons rápidos, intermediários e lentos. Na ativação, normalmente utiliza-se nêutrons lentos, também denominados térmicos, que possuem energia próxima de 0,03 eV. É para essa grandeza de energia que esse tipo de partícula produz reações nucleares adequadas aos estudos de desgaste.

No processo de irradiação, os nêutrons interagem com os núcleos do elemento alvo, produzindo as reações nucleares, que dão origem aos radionuclídeos. Sendo que esses nêutrons possuem uma faixa ampla de energia. Para esse intervalo de energia, as reações nucleares possíveis de ocorrer são do tipo (n, γ) , (n, p) , (n, α) e $(n, 2n)$, mas a mais utilizada é a reação tipo (n, γ) .

A título de exemplificação das reações acima citadas, têm-se ¹⁸:



Uma limitação de sua utilização ocorre quando se produzem elementos radioativos com meia-vida ($T_{1/2}$) muito curta, pois nesses casos não é possível aplicar a metodologia. Como exemplo de um radionuclídeo de meia-vida curta, pode-se citar o ²⁸Al, formado a partir no ²⁷Al, através da reação ${}^{27}\text{Al} (n, \gamma) {}^{28}\text{Al}$, que possui $T_{1/2} = 2,24$ minutos.

Quando se fala em meia-vida de um radionuclídeo é bom se ter uma definição do significado de tal termo, pois facilita o entendimento do processo. Meia-vida de um radionuclídeo é “o tempo transcorrido para que a atividade de um radionuclídeo se reduza a metade da atividade inicial”. Com esse conceito torna-se mais fácil entender a importância da meia-vida nas metodologias que utilizam essas substâncias radioativas.

Os radionuclídeos produzidos em reatores, na sua grande maioria, são emissores de radiação γ . Essas radiações possuem energias características, que são inerentes a cada elemento ou isótopo radioativo. Para medir essas radiações existem equipamentos específicos, de extrema importância, quando se deseja realizar uma ativação com nêutrons. Normalmente os detectores mais usados são os de Germânio-hiperpuro e os de Iodeto de Sódio dopado com Tálcio (NaI(Tl)). Evidentemente, esses detectores estão acoplados a outros equipamentos, os analisadores monocanais e multicanais, que formam um conjunto de recepção e amplificação dos pulsos elétricos produzidos pela interação da radiação com o cristal do detector.

Quando se utiliza irradiação com nêutrons na avaliação de desgaste, tem-se um grande inconveniente, que é o de se expor todo o volume da peça ao fluxo de nêutrons. Portanto, não se tem um controle sobre a área e também sobre a espessura ativada, isto é, não se tem uma espessura bem determinada e pequena. O que normalmente ocorre nesse tipo de avaliação é que o volume total do componente é irradiado. Nesse caso, áreas não importantes são ativadas junto com as de interesse, produzindo atividades totais desnecessárias e altas. Por essa razão, tais determinações só podem ser realizadas em laboratórios e sob condições de trabalho especiais do ponto de vista de radioproteção ^{7, 19, 20, 21}. Sendo a técnica de avaliação de desgaste uma ferramenta muito eficiente para detectar a remoção de pequenas camadas de material, por exemplo, 1 μ m de espessura, um outro ponto importante deve ser enfatizado: com a remoção de uma fina camada de material, não há como distinguir a variação da atividade, se optarmos por um sistema de medidas direta na peça irradiada, pois essa pequena variação de atividade presente será imperceptível, mesmo aos equipamentos mais sensíveis, dada à diferença de uma ordem de grandeza entre uma atividade e a outra. É por essa razão que normalmente utiliza-se a técnica da medida indireta, ou seja, acompanha-se a atividade presente no óleo de lubrificação ou mais comumente num filtro acoplado ao sistema, no caso de ser lubrificado. Para os sistemas sem lubrificação, recolhem-se os fragmentos de desgaste para medi-los.

Esta técnica, a indireta, foi bastante utilizada entre as décadas 50 e 70 ⁷. Em função das condições estabelecidas pelo próprio processo, essa metodologia apresentava a desvantagem de, na grande maioria das vezes, não se conseguir irradiar somente a área de interesse, obrigando a utilização de procedimentos especiais de trabalho, para evitar expor o operador à taxas de dose, acima do permitido pelas normas de radioproteção.

Esta técnica indireta apresenta algumas vantagens em relação às tradicionais, podendo citar-se²²:

- Observação simultânea de vários elementos, minimizando o tempo de análise.
- É uma técnica que tem alto grau de confiabilidade, pois produz dados e resultados com grande precisão.
- É uma análise não destrutiva e permite detectar o elemento de interesse, independentemente de sua forma química. Além disso, há a possibilidade de medi-lo repetidas vezes.
- Como não é preciso adicionar nenhum tipo de reagente químico à amostra, não existe o perigo de introduzir-se contaminantes.
- O sistema pode ser automatizado com facilidade.
- Seu limite de detecção está abaixo do patamar de 1,0 µg de elemento presente na amostra.

2.2.2 – ANÁLISE POR ATIVAÇÃO SUPERFICIAL EM ACELERADORES COM PARTÍCULAS CARREGADAS.

Devido às restrições que o método de ativação com nêutrons apresenta, buscaram-se novas alternativas onde essas barreiras fossem superadas, pois apesar do alto grau de eficiência do método existem dificuldades em aplicá-lo. Além disso, um ponto importante na sua aplicabilidade é a tentativa de minimizar a questão das condições especiais de trabalho, de modo a trazer facilidades na utilização dessa metodologia.

Foram justamente esses pontos desfavoráveis que possibilitaram aos aceleradores de partículas, mais especificamente os cíclotrons, ganhar um grande espaço de atuação nessa área, contribuindo diretamente no conhecimento e avanços da física nuclear. Pela sua versatilidade, tem-se uma utilização ampla, produzindo também benefícios econômicos para a área de caracterização, desenvolvimento e modificação de materiais e suas propriedades.

Nas últimas três décadas, o crescimento na área de tecnologia de materiais, empregando métodos baseados na utilização de cíclotrons, tem sido considerável. Em especial, pode-se citar o uso de feixe de íons, de energias variáveis, que se tornaram

uma fonte de interesse constante, por sua versatilidade ⁷. Dessa forma, os cíclotrons passaram a ser uma excelente opção para aplicação do método de ativação de materiais e superfícies, onde o nível de radiação produzido pela ativação do material ou parte dele é suficiente para executar a análise e pequeno quando comparado à ativação com nêutrons, permitindo que as condições especiais de trabalho fossem eliminadas.

A ativação de camada fina, TLA (*Thin Layer Activation*) também denominada de Ativação Superficial, SLA (*Surface layer Activation*) ^{20, 23}, é um método que foi desenvolvido a partir da utilização de aceleradores de partículas para estudos de materiais, seja do ponto de vista relativo ao comportamento, seja com relação às propriedades dos mesmos.

Uma das primeiras referências relacionada ao TLA surgiu na década de 60, onde Burrell ¹⁶, em 1962, utilizou dêuterons para ativar peças de uma máquina, visando medir o desgaste sofrido por ela. Porém, foi na década de 70 que houve um grande e rápido crescimento do uso de marcações de superfícies nas áreas de pesquisa e na indústria, principalmente em países como a Inglaterra, Alemanha e Rússia ²⁴.

No início, devido à não utilização do TLA para ensaios industriais, essa técnica voltou-se mais para propostas científicas. Mas, com os avanços tecnológicos, acabou-se achando um espaço para seu uso em aplicações industriais: a constante preocupação com a quantificação de material removido ou perdido por uma superfície por ação de um agente físico, químico, biológico, etc., ou mais particularmente em função do desgaste e/ou corrosão, fez com que as indústrias se voltassem para essa metodologia. Isso aconteceu principalmente em áreas que envolviam alta tecnologia, onde os aspectos de segurança operacional e econômico eram pontos relevantes na criação de uma nova planta industrial ou equipamentos ¹⁶. A resistência ao desgaste ou a durabilidade dos componentes passou a ter grande importância, pois em razão de tais parâmetros, pode-se obter maior segurança e controle do processo de desgaste, determinando qual o momento apropriado para realizar uma manutenção no equipamento, evitando-se desperdício de tempo e dinheiro.

Nos últimos vinte anos, dentre os vários métodos existentes, tem-se usado bastante a técnica de TLA ^{7, 25}, porque é um método rápido, sensível e permite a determinação de desgaste sob quaisquer condições de operação, sem a necessidade de

parar ou desmontar a máquina ou equipamento. Além disso, o grau de radioatividade é tão pequeno que atende aos padrões de saúde física do trabalhador, padrões esses estabelecidos pelas normas de Proteção Radiológica⁹.

De acordo com esse método, uma parte da superfície da peça estudada é irradiada com feixe de partículas carregadas aceleradas. Nessa metodologia pode-se utilizar prótons, dêuterons, ou mesmo partículas alfa, que produzem uma fina camada de material radioativo, no local onde se deseja analisar, processo que é conseguido por meio de um cíclotron ou acelerador de partículas^{24, 25}. As alterações nos resultados das medidas da radioatividade induzida na área desejada após algum tempo de trabalho são transformadas em dados de desgaste, usando-se procedimentos especiais e adequados ao método. A utilização dessa metodologia não se aplica somente ao aço e suas ligas ou ao ferro e suas ligas: aplica-se também a outros materiais, embora não seja adequada a qualquer tipo de material^{14, 23}.

O TLA é um dos métodos mais eficientes para monitoração de desgaste e corrosão. Por meio de medições contínuas, as partes críticas de uma máquina podem ser examinadas em condições reais de operação, fornecendo dados que possibilitam determinar a taxa de desgaste ou corrosão.

Por se tratar de um método eficiente e sensível, é possível determinar taxas de destruição de superfície que variam de $1,0 \times 10^{-4}$ mm a 1,0 mm por ano¹².

Esses métodos nucleares fornecem informações sobre o desgaste em um curto intervalo de tempo e tem boa sensibilidade quando comparado aos métodos convencionais. Entretanto, sua aplicabilidade é limitada aos casos onde os produtos de desgaste são totalmente removidos da superfície de interesse, ou seja, o desgaste é tão violento e rápido que retira totalmente a fina camada radioativa produzida pela ativação da superfície do material. A aplicação desses métodos deu origem a alguns problemas relativos à complexidade da mistura de isótopo formada durante a ativação e ao caráter complexo da distribuição da atividade ao longo da profundidade do material.

A escolha do método de medida nuclear adequado requer alguns conhecimentos básicos do fenômeno de tribologia, assim como qual o tipo de análise se espera fazer no material em estudo. Além disso, é preciso ter conhecimentos a respeito

das interações nucleares com a matéria como, por exemplo, as possíveis reações que ocorrem nesse tipo de interação.

O TLA certamente não é uma metodologia de baixo custo, porém dadas a sua eficiência, grau de confiabilidade e sensibilidade, é sem dúvida uma ferramenta indispensável quando se deseja obter dados sobre o desempenho de certas partes de um equipamento em condições reais de trabalho ou mesmo em bancadas de teste. Cada vez mais o TLA tem sido utilizado pelas indústrias e, pesquisadores de diversos países têm se dedicado a desenvolver ainda mais essa tecnologia, que provou ser muito eficaz na avaliação de fenômenos de desgaste e corrosão ^{12, 14, 15, 27}.

2.3 - COMPARAÇÃO ENTRE AS METODOLOGIAS

Quando são comparados os métodos nucleares com os métodos convencionais, nota-se que as desvantagens dos métodos convencionais são o grau de sensibilidade, o alto grau de complexidade na execução da análise, a imprecisão sobre o local onde ocorre o desgaste e a necessidade de bancadas de teste para realizá-los. Mas, a principal é que todos eles não permitem que os testes sejam realizados com o equipamento montado e nem em operação. O único fator em que levam vantagem é o custo, pois, tratam-se de métodos mais baratos, quando confrontados com os nucleares. Porém, quando o fator tempo é agrupado ao custo, a vantagem diminui bastante, pois os métodos convencionais exigem um período de tempo muito maior que os métodos nucleares para realização das mesmas análises. Porém, com os avanços tecnológicos das últimas décadas e as crescentes utilizações da energia nuclear nas várias áreas das atividades humanas, essa discrepância tende a ser minimizada. Hoje, o custo já não é calculado isoladamente: uma nova visão trabalha com a relação custo-benefício, que é muito mais adequada aos nossos dias. Sendo assim, as técnicas nucleares podem concorrer com maior igualdade.

Comparando-se as duas técnicas nucleares, a ativação em reatores ou em aceleradores, a ativação em aceleradores mostra-se mais conveniente, pois apresenta algumas vantagens:

- O nível de radiação gerado após a ativação do material é bem menor.
- Pode-se ter um controle mais preciso da energia da partícula incidente.
- Pode-se optar por mais de um tipo de partícula.
- É possível irradiar peças de grande volume.
- Pode-se selecionar qual parte será irradiada.
- Pode-se precisar qual a área será irradiada.
- Não são necessárias condições especiais de trabalho, do ponto de vista de proteção radiológica.

Por essas diferenças, as ativações em aceleradores de partículas mostram-se mais adequadas às diversas finalidades e usos que esse tipo de análise pode possibilitar. Portanto, pode-se afirmar que, trata-se de uma técnica versátil.

Apenas para se ter parâmetros comparativos com relação à questão de atividade gerada pela ativação para análises de desgaste, a irradiação de um balancim (*cam follower*) com dêuterons, produz uma atividade final de 370 kBq (10 μ Ci), a qual é 1000 vezes menor que a mesma peça ativada com nêutrons, cuja a atividade presente é de 407 MBq (11 mCi) ²⁴. Por esses dados, nota-se nitidamente a grande desvantagem do método de ativação com nêutrons em relação à taxa de exposição do operador: daí a necessidade de condições especiais de trabalho.

CAPÍTULO 3

3 – ANÁLISE DO DESGASTE POR ATIVAÇÃO SUPERFICIAL

3.1 – APLICAÇÃO DO MÉTODO DE ATIVAÇÃO DE CAMADA FINA

Análise do desgaste por ativação superficial trata-se de um método que foi desenvolvido com a finalidade de investigar os diferentes tipos de desgaste em um equipamento ou em parte dele.

A ativação de uma camada fina superficial, por ser um tipo de análise precisa e não destrutiva, é muito útil em determinações onde a acessibilidade é difícil ou inviável, mesmo com o equipamento desligado. A monitoração de desgaste pode ser feita em condições operacionais, sem necessidade de parar e/ou desmontar o equipamento testado. Portanto, os testes podem ser efetuados no local onde o mesmo opera ou em uma bancada de testes.

O método consiste em ativar completamente ou parcialmente a superfície dos componentes a serem estudados, com partículas carregadas, sejam elas: prótons, dêuterons, partículas alfa ou partículas de hélio-3 ²⁶.

A escolha da partícula vai depender do tipo de material a ser irradiado ou ativado, que implicará nas reações nucleares possíveis de ocorrer. Dependendo da energia da partícula incidente e do tempo de decaimento radioativo após a irradiação, consegue-se eliminar os radioisótopos inconvenientes formados, que tenham meia-vida mais curta, e ainda pode-se selecionar as reações de interesse e seus radionuclídeos formados. Como exemplo de utilização das diversas partículas nas reações nucleares pode-se citar:

- a) O Cobre (Cu) e o Ferro (Fe), que podem ser ativados com prótons, segundo as reações: $^{65}\text{Cu} (p, n) ^{65}\text{Zn}$ e $^{56}\text{Fe} (p, n) ^{56}\text{Co}$ ⁷.
- b) Com partículas alfa pode-se ativar o Cromo (Cr), o Vanádio (V) e o Zircônio (Zr) por meio das reações: $^{51}\text{V} (\alpha, n) ^{54}\text{Mn}$, $^{50}\text{Cr} (\alpha, pn) ^{52}\text{Mn}$ e $^{94}\text{Zr} (\alpha, pn) ^{96}\text{Nb}$ ²⁸.
- c) Com dêuterons pode-se ativar o Cobre (Cu), o Ferro (Fe) e a Prata (Ag), através das seguintes reações: $^{65}\text{Cu} (d, 2n) ^{65}\text{Zn}$, $^{56}\text{Fe} (d, n) ^{57}\text{Co}$ e $^{109}\text{Ag} (d, 2n) ^{109}\text{Cd}$ ²⁶.
- d) E finalmente, com partículas de hélio-3 pode-se citar a ativação do Alumínio (Al) segundo a reação: $^{27}\text{Al} (^3\text{He}, 2\alpha) ^{22}\text{Na}$ ⁷.

As reações acima citadas são apenas alguns exemplos do que pode ser feito em termos de ativação com partículas carregadas. Existe uma quantidade considerável de reações possíveis e também com outros elementos químicos, que podem ser utilizados segundo objetivos e interesses particularizados ²⁹.

Embora seja possível obter tais reações com esses elementos, é bom lembrar que alguns parâmetros devem estar preestabelecidos.

Um ponto importante é a energia da partícula, pois ao chocar-se com a superfície do material, deve possuir uma quantidade de energia mínima capaz de promover uma reação nuclear ao interagir com o meio. A essa energia mínima denomina-se energia de limiar, abaixo da qual a partícula não conseguirá produzir tal reação nuclear.

Como o objetivo do presente trabalho está voltado mais particularmente a utilização de prótons como partícula incidente, dar-se-á maior ênfase a ela.

Nessas investigações, a espessura de camada ou profundidade ativada é muito pequena, normalmente variando de aproximadamente 10 μm até aproximadamente 300 μm ^{11, 19, 21}. A atividade gerada na peça, na sua grande maioria, é da ordem de 370 kBq (10 μCi), mas em alguns casos pode ultrapassar essa ordem de grandeza ^{10, 12, 19}.

É importante e fundamental saber que a energia incidente é diretamente proporcional a profundidade ativada no material de estudo. Portanto, a camada de átomos radioativos produzida pode ser controlada através da faixa de energia especificada para partícula que bombardeia o material alvo^{9, 26}.

A metodologia de investigação de desgaste por ativação de camada fina, divide-se basicamente em quatro etapas:

- a) A primeira etapa consiste em definir o material a ser testado, bem como sua composição química. A partir desse dado, inicia-se um estudo para saber qual dos elementos que compõem a amostra é mais indicado à ativação. Fazendo-se um levantamento teórico das reações nucleares possíveis de ocorrer, obtém-se os prováveis radionuclídeos presentes ao final da irradiação. Sabendo-se qual o átomo de interesse e tendo-se em mãos a curva de excitação desse átomo ou elemento químico, para prótons ou a partícula desejada, consegue-se estabelecer qual a energia mais adequada para a ativação, ou seja, para que as reações nucleares aconteçam, eliminando-se o máximo possível, as reações indesejáveis, que possam ocorrer, pois os radionuclídeos, produtos de tais reações podem interferir no processo de avaliação, dificultando as medidas dos radionuclídeos de interesse.
- b) Na segunda etapa, feita a escolha e prefixação dos parâmetros de irradiação, tais como: tempo de irradiação, valor de corrente, energia da partícula e o sistema de irradiação. Uma vez fixados esses parâmetros, deverão permanecer constantes até o final dos testes. Isso garante uma uniformidade na realização dos experimentos e também sua reprodutibilidade, o que é fundamental para obter-se uma análise confiável.
- c) A terceira etapa consiste da elaboração de uma curva de calibração, a qual é obtida a partir da irradiação, preferencialmente de folhas do mesmo material a ser analisado. A utilização de folhas se deve ao fato de possuir uma espessura bem definida. Feita a irradiação segundo parâmetros preestabelecidos, a ativação produz radionuclídeos que podem ser identificados e medidos, com o auxílio de um detector de Ge-Hiperpuro ou um detector de NaI(Tl) acoplado a um multicanal.

Esse equipamento é importante, pois permite não só a identificação dos radionuclídeos presentes na amostra, como também sua quantificação. Além disso,

com esses dados é possível saber se realmente ocorreu a formação de dados radionuclídeos previstos, aqueles que surgiram no estudo teórico das reações nucleares feito anteriormente.

A escolha por folhas ou ainda blocos, depende da facilidade de obter as folhas por laminação com a espessura desejada ao seu destino. Porém, sempre que houver possibilidades é aconselhável trabalhar com folhas, pois facilitam bastante esta etapa do trabalho, uma vez que a espessura é bem definida, apresentando apenas pequenas variações.

As folhas são empilhadas umas sobre as outras, como se formassem um bloco. A quantidade de folhas necessárias depende exclusivamente da camada ativa produzida, parâmetro que varia de acordo com a energia e tipo de partícula escolhida para a ativação.

A vantagem do sistema de empilhamento de folhas sobre o bloco maciço é que elas permitem a simulação do desgaste sem a necessidade de usar uma politriz, pois já representam as várias camadas de desgaste de um bloco. É como se fossem retiradas finas camadas de um bloco para medi-las em um detector. No caso de utilizar-se o bloco, o procedimento deve ser outro, pois a remoção de camadas é feita por processo mecânico, polimento com lixa, que pode criar dificuldades no processo de análise.

No processo de identificação dos picos do espectro de energia γ dos radionuclídeos procura-se sempre seguir o fopico que possua maior intensidade, isto é, maior porcentagem de desintegração ou abundância, pois é mais facilmente discriminado pelo analisador e produz menor erro de medida. Fixando-se o radionuclídeo de interesse e o pico de energia a ser acompanhado, mede-se a atividade presente em cada uma das folhas que foram irradiadas. Tendo-se os valores das atividades presentes nas respectivas folhas e sabendo-se suas espessuras, é possível elaborar uma curva de calibração, representada pela porcentagem de atividade presente em função da espessura de material removido.

Pode haver a necessidade de se elaborar mais de uma curva de calibração, ou mesmo, para mais de um radionuclídeo presente na amostra. Nem sempre a primeira curva de calibração obtida tem as características esperadas, por exemplo, a

linearidade na faixa de desgaste que se precisa ou deseja analisar. A curva ideal é aquela que mais se aproxima de uma reta para a faixa de espessura de interesse na análise. Sendo assim, pode-se chegar a conclusão que a primeira curva obtida não seja adequada, isto é, o radionuclídeo escolhido para elaborar a curva de calibração não seja o ideal e sim um outro identificado juntamente com o primeiro na medição das amostras. Se tal fato ocorrer, deve-se optar por aquele que produza uma curva com linearidade mais proeminente e tomá-lo como padrão para a análise.

- d) A quarta e última etapa consiste dos testes de desgaste propriamente dito. É nessa fase que se realizam as irradiações das peças, onde se deseja verificar o processo de desgaste. Aqui também devem ser mantidas as mesmas condições e parâmetros das irradiações realizadas na etapa anterior. Essa reprodutibilidade é importante para o sucesso da investigação.

Para os casos de investigação de desgaste no local de operação do equipamento é aconselhável a utilização de detectores de NaI(Tl), pois sua montagem é mais simples, não necessitando ser mantido a baixas temperaturas, como ocorre com o detector de Ge-hiperpuro, que é mantido em nitrogênio líquido.

A execução das medidas das atividades pode realizar-se por dois caminhos diferentes, são eles:

- a) O método direto, onde o equipamento é posicionado o mais próximo possível da peça ativada. Neste caso, é acompanhado o decréscimo da atividade presente na peça ao longo do período de medida. Esse período de tempo pode ser contínuo, sem interrupção ou em vários períodos iguais, intercalados e pré-determinados. Essa é uma questão a ser decidida por quem realiza a investigação, pois se trata de um fator empírico, que deve ser analisado caso a caso.
- b) O método indireto possui um procedimento diferente, uma vez que se acompanha a atividade presente num filtro que é acoplado ao sistema, por onde passa o lubrificante do equipamento, ou seja, dos fragmentos arrastados pelo elemento lubrificante (normalmente um óleo) e se fixam nesse filtro. Com isso, os fragmentos provenientes do processo de desgaste ocorrido na peça ativa durante sua operação são monitorados e determina-se a respectiva atividade.

Nesse processo ocorre o oposto do anterior, pois a atividade aumenta em função do tempo, em função do acúmulo de partículas ativas. Aqui também se pode trabalhar com as variáveis de período de tempo.

A opção por um método ou outro, vai depender das condições físicas e do tipo de equipamento objeto de análise. Um detalhe que vale a pena ser lembrado, é que na análise indireta há necessidade de trabalhar-se com uma atividade um pouco superior, dada a diferença de condição de medida, pois é mais difícil determinar o desgaste de camadas muitas finas, uma vez que a quantidade de fragmentos é pequena e a atividade presente também será proporcional a ela, estando próxima do *background*.

3.2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A utilização da técnica de Ativação de camada fina (TLA) tem sido estudada e aplicada em países como: Japão, Romênia, Alemanha, Estados Unidos e outros³⁰; seja em Institutos de pesquisa como em centros de tecnologia industrial. Sua utilização presta-se à análise de processos de desgaste em peças de equipamentos e motores e de corrosão em tubulações e equipamentos. Algumas significativas são citadas a seguir.

No Centro de Tecnologia de Materiais da Daimler-Benz AG, S. Sailer¹⁵ aplicou essa metodologia no estudo de desgaste em carcaças de mancais de um motor, onde um feixe de dêuterons produziu uma fina camada de material radioativo, de forma que se pudesse acompanhar suas alterações de atividade.

Neste processo optou-se por fazer medidas de atividades indiretas, ou seja, mediu-se amostras do óleo que lubrificava o motor e não a peça diretamente. Na verdade, nesse tipo de medida mediram-se os fragmentos originários do desgaste presentes no óleo, como citado anteriormente. Isso foi realizado com a utilização de um detector de cintilação acoplado a um computador.

No Centro de Pesquisa Thornton da Shell Research Ltd., R. Evans²⁴ realizou irradiações de balancins ("cam followers") utilizando um feixe de dêuterons com energia de aproximadamente 9 MeV.

Esse trabalho visou dois tópicos importantes: o primeiro foi comparar essa técnica com a ativação por nêutrons e segundo mostrar que é uma técnica eficiente e com boa precisão.

No Instituto FZK/Karlsruhe – Alemanha, em cooperação com indústrias alemãs, P. Fehsenfeld, A. Kleinrahm e H. Schweickert ²⁷ realizaram ensaios de desgaste, onde foram ativados com prótons, anéis de cilindros, peças de máquinas têxteis e parede de bloco de motor de automóvel. No caso do bloco de motor, a peça foi posicionada em um ângulo diferente de 90° em relação ao feixe, justamente porque se desejava produzir um anel de material radioativo em torno da parede da cavidade do bloco, onde se encaixaria o pistão do motor, para que se pudesse determinar o desgaste dessa área.

No ciclotron U-120 do Laboratório de Ciclotron do I.P.N.E. (Institute of Physics and Nuclear Engineering) – Bucareste/Romênia ²⁶, onde é possível acelerar partículas como: prótons, dêuterons, ³He e ⁴He, dada à versatilidade do equipamento, testes e ensaios utilizando tais partículas podem ser feitos com facilidade.

Os pesquisadores B. Constantinescu, E.A. Ivanov, G. Pascovici, L. Popa-Simil e P. M. Racolta ²⁶ realizaram testes, onde foram irradiados anéis de pistão, cilindros e hastes de mancais de motores a diesel, com a finalidade detectar níveis de desgaste nessas peças e obtiveram sucesso comprovando a aplicabilidade da metodologia.

Nos ensaios foi utilizado mais de um tipo de partícula carregada, as quais produziram radionuclídeos que tiveram suas respectivas atividades acompanhadas com o uso de um detector de NaI(Tl) acoplado a um multicanal. O sistema de medidas foi o direto, ou seja, o detector foi posicionado próximo à peça irradiada, sendo medida diretamente a atividade presente e fornecendo os dados necessários à determinação do processo de desgaste.

No Centro de Pesquisa de Ciência e Tecnologia Nuclear da Universidade de Tokio no Japão, Toshiro Kosako e Kazuo Nishimura ²³ utilizaram um acelerador de Van de Graaff, para irradiar com prótons de 7 MeV, um comando de válvulas de um motor de 8 pistões da Toyota. Neste experimento foi utilizado, para medir as atividades presentes um detector de Ge-puro, que foi posicionado diretamente no local onde se encontrava a peça ativada. Porém estes testes foram realizados em uma bancada

montada para essa finalidade. Para elaborar a curva de calibração, foram utilizados blocos de aço irradiados em forma de cubos, com volume de $1,5 \text{ cm}^3$.

Usando-se uma politriz com uma lixa de gramatura 600 mesh, desgastou-se o bloco e mediu-se a espessura de desgaste com um micrômetro eletrônico. Na realização das medidas de atividade foi usado um detector de Ge-hiperpuro.

Ao mesmo tempo, testou-se a qualidade dos óleos usados para lubrificar o motor, por meio de medidas das atividades dos fragmentos de desgaste presentes nos mesmos, obtendo-se um diagnóstico a respeito da qualidade do produto.

G. Wallace, L. H. Boulton e D. Hodder ¹¹ fizeram uso da técnica de ativação de camada fina (TLA) para examinar o processo de erosão – corrosão, que ocorre num digestor de celulose de uma fábrica de papel. A proposta era de comparar esse método com o método de medida de espessura por ultra-som. Nesse sentido, foram irradiadas amostras do material, com prótons de 11 MeV. Essas amostras foram fixadas na parede do digestor e acompanhou-se a diminuição da atividade no local da instalação, utilizando um detector de NaI(Tl) acoplado a um computador.

No Instituto de Física da USP (Universidade do Estado de São Paulo) – Brasil, V. H. Rotberg, M. M. Vilela e A. C. C. Villari ³¹ usaram a ativação superficial para estudar o desgaste de superfícies que continham cobre, visando sua aplicação na indústria elétrica, para monitorar o processo de desgaste em contatos elétricos e rotores. Assim sendo, utilizaram um acelerador do tipo Tandem Pelletron para acelerar prótons com energia de 16 MeV. Essas partículas serviram para ativar o cobre natural, produzindo o radionuclídeo ^{65}Zn , que teve seu fotopico acompanhado por um detector de Ge(Li), determinando a atividade presente na amostra. A metodologia demonstrou ser eficiente e que pode ser aplicada a estudos de materiais dessa natureza.

CAPÍTULO 4

4 – ACELERADORES DE PARTÍCULAS CARREGADAS

4.1 – ACELERADORES DE PARTÍCULAS

Os aceleradores tiveram um desenvolvimento notável no período de 1926 a 1932, pelo interesse que se tinha nas investigações nucleares e, principalmente, pela necessidade de se produzir raios-x muito penetrantes, que serviam para obter radiografias de peças de espessuras maiores.

Em 1929, Robert Van de Graaff^{32, 33} construiu o acelerador de Van de Graaff, também chamado de acelerador de corrente direta. Estes aceleradores tiveram papel importante nos estudos das estruturas atômicas. São equipamentos muito confiáveis, e ainda, permitem realizar investigações com boa resolução e precisão.

Seguindo ao desenvolvimento desta máquina, surgiram os aceleradores de Van de Graaff Tandem e o acelerador Péletron Tandem. Trilhando por esse caminho já conhecido, Wideröe³³, em 1928, colocou em operação o primeiro acelerador linear, o qual foi utilizado para acelerar íons de sódio e de potássio. Esse tipo de acelerador, dependendo de seu porte, pode produzir partículas com maiores ou menores energias.

Hoje, utilizam-se os aceleradores lineares para produção de elétrons de energias variáveis, que dependendo da energia, pode ser destinado a vários usos, tais como: a investigação de física nuclear, médico-biológicas, estudo de partículas elementares, de estruturas nucleares e também aplicações industriais³³.

Os aceleradores lineares, apesar de eficientes, apresentam um problema de ordem estrutural, pois a velocidade adquirida pela partícula é proporcional ao comprimento da máquina, onde ocorre a aceleração. Além disso, para que se possa manter o tamanho do acelerador dentro de parâmetros razoáveis, é necessário que o eletrodo seja pequeno. Isso obriga a utilização de altas frequências, criando-se assim, uma dificuldade de trabalho, que é inerente à máquina.

Na tentativa de solucionar tal problema, foram estudados aspectos e parâmetros da máquina. A partir destes estudos nasceu a concepção do acelerador circular, onde a partícula não mais descreve uma órbita linear, mas sim, uma órbita circular. Neste novo grupo incluem-se: o Ciclotron, o Bétatron, o Síncroton entre outros ^{33, 34}

4.2 – CÍCLOTRON

O ciclotron é uma máquina que foi criada com a finalidade de acelerar diversas partículas com uma determinada energia. Por ser uma máquina versátil, pode ser utilizado nos mais variados campos, que vão desde a pesquisa fundamental até as aplicações práticas. Este equipamento foi colocado em operação pela primeira vez em 1932 por Ernest Lawrence ^{34, 35}, na Universidade da Califórnia, em Berkeley. Ele era capaz de acelerar partículas, tais como, prótons e dêuterons até altas energias, usadas em experiências de bombardeamento de núcleos atômicos.

O ciclotron é composto basicamente por dois eletrodos ocios e isolados em forma de "Dê", situados em uma câmara de vácuo, acoplados a uma fonte de alta tensão com um sistema de radiofrequência, que aplica a estes eletrodos um campo elétrico \vec{E} , como pode ser visualizado na figura 4.2.1.

Esta câmara de vácuo com os "Dês" está localizada entre os pólos de um eletroímã, que cria um campo magnético, \vec{B} , perpendicular ao plano destes eletrodos. A aceleração dos íons gerados no centro ciclotron por uma fonte de íons é feita pela combinação destes campos elétrico e magnético: o campo magnético força os íons a

descreverem orbitais circulares no plano dos “Dês”, enquanto o campo elétrico acelera estes íons e “puxando-os” pela diferença de potencial que existe entre estes eletrodos, aumentando, desta maneira, o raio de sua trajetória.

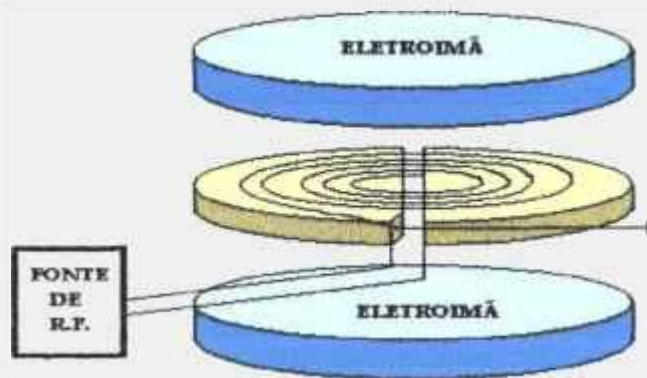


Figura 4.2.1 – Desenho esquemático do sistema de aceleração de partículas de um ciclotron.

Em um ciclotron clássico, que acelera partículas carregadas positivamente (carga $|q| = q$) de massa m , o movimento desta partícula devido ao campo magnético é circular, de raio r com velocidade constante v e a aceleração é a aceleração centrípeta de módulo $a = v^2/r$. A força centrípeta é formada pela força magnética de módulo $|q \cdot \vec{v} \cdot \vec{B}|$, então:

$$\frac{mv^2}{r} = q \cdot v \cdot B$$

Esta condição é válida dentro do “Dê”, onde o campo elétrico é zero e a partícula descreve uma trajetória circular de raio:

$$r = \frac{mv}{qB}$$

Isto demonstra que o raio da trajetória circular e a velocidade são proporcionais. Os íons são acelerados repetidamente por meio da diferença de potencial alternada, aplicada através da separação dos eletrodos. Quando a partícula atinge a borda do "Dê" ocorre uma inversão de polaridade do campo elétrico, que a atrai para o outro "Dê", feito pelo sistema de radiofrequência. Ao sofrer esse processo de atração, a partícula sofre uma alteração de velocidade e de raio de trajetória, o qual aumenta a cada evento ocorrido. Dentro dos "Dês" a partícula não sofre a ação do campo elétrico, o qual é igual a zero, permanecendo em sua órbita circular. Esse processo acontece até o momento em que a partícula atinge a órbita mais externa dos "Dês" de raio R, onde está posicionado um defletor, que extraí a partícula, defletindo-a para linha de feixe.

A energia cinética, κ , da partícula carregada emergente de um ciclotron de raio R é:

$$\kappa = \frac{(q \cdot B \cdot R)^2}{2m}$$

A velocidade angular, $\omega = \frac{v}{r}$, é dada por:

$$\omega = \frac{v}{r} = \frac{q}{m} \cdot B$$

Nota-se que, num campo magnético constante ω depende de B e da razão $\frac{q}{m}$.

A energia cinética da partícula acelerada em um ciclotron será tanto maior quanto maior for o raio do acelerador, atingindo-se um limite em virtude de efeitos relativísticos, onde a frequência do movimento circular passa a depender da velocidade da partícula, para velocidades próximas da luz.

4.2.1 – CÍCLOTRON CV-28 DO IPEN-CNEN/SP

O ciclotron, modelo CV-28, instalado no IPEN-CNEN/SP, é do tipo isócrono, compacto e de energia variável. Tem capacidade de acelerar quatro tipos de partículas, as quais são produzidas a partir de gases. A tabela 4.2.1.1 mostra os gases utilizados e as respectivas partículas ou íons que são produzidas, como também as energias máximas aceleradas para cada uma delas.

Tabela 4.2.1.1 – Partículas produzidas pelo Ciclotron CV-28 do IPEN-CNEN/SP ³⁶.

Tipo de gás	Partícula formada	Energia máxima da partícula
Hidrogênio	Próton (p)	24 MeV
Deutério	Dêuteron (d)	14 MeV
Hélio - 3	${}^3\text{He}^{++}$	36 MeV
Hélio - 4	Alfa (α)	28 MeV

Apesar dessa máquina apresentar uma boa versatilidade com relação aos tipos de partículas aceleradas, está ajustada para acelerar apenas prótons com energia máxima. Isso ocorreu em função da grande necessidade que se teve em produzir radioisótopos para a área da Medicina Nuclear, um dos principais objetivos do IPEN-CNEN/SP. Dentre os vários utilizados, pode-se citar os radioisótopos de interesse, destinados a diagnósticos médicos, ${}^{67}\text{Ga}$, ${}^{111}\text{In}$, ${}^{201}\text{Tl}$, ${}^{123}\text{I}$, ${}^{18}\text{F}$ e gerador de ${}^{81}\text{Rb} - {}^{81\text{m}}\text{Kr}$, que são produzidos através de irradiações com prótons. No caso do CV-28, foram rotineiramente produzidos ${}^{67}\text{Ga}$, ${}^{123}\text{I}$ e ${}^{18}\text{F}$. Para produzir esses radioisótopos, trabalhou-se com a energia máxima de prótons (24 MeV) e com uma faixa de corrente que variou entre 10 μA e 30 μA . Como a quantidade de radioisótopo produzida é diretamente proporcional à corrente (μA) e ao tempo de irradiação (horas), as irradiações se estendem por um período de tempo de horas consecutivas de irradiação. Isso tornou

impossível modificar os parâmetros operacionais da máquina para efetuar experimentos para pesquisa em geral, pois não havia tempo suficiente para retorná-los para as produções rotineiras. Desta maneira, as pesquisas foram adaptadas para serem feitas com prótons e com energia máxima de 24 MeV. Com a aquisição e operação do segundo ciclotron do IPEN, o Cyclone 30, destinado exclusivamente à produção de radioisótopos, o modelo CV-28 ficará destinado exclusivamente às pesquisas em geral.

Quando o uso do equipamento estiver voltado à área de pesquisa, os parâmetros operacionais serão diferentes, uma vez que se procura sempre trabalhar com baixas atividades, para que se possa manipular o material irradiado em laboratórios, evitando-se exposições a altas doses de radiação, que exigiria condições especiais de trabalho. Para esses casos, a faixa de corrente é bem baixa, normalmente entre 1 μA e 5 μA .

Basicamente, o ciclotron pode ser dividido em duas grandes partes principais: o corpo central, onde as partículas são geradas e aceleradas e as linhas de feixe, por onde o feixe de partículas é conduzido até os dispositivos que contém os materiais a serem irradiados.

O corpo do ciclotron possui uma câmara de vácuo, a qual é mantida com um nível de vácuo em torno de 10^{-6} mbar, por meio de duas bombas difusoras, sendo suficiente para ionizar apenas o gás injetado e para garantir o isolamento, devido à alta tensão gerada pelo sistema de radiofrequência e de extração. Nesta câmara está situado um eletroímã com forma circular, dividido em três regiões de aproximadamente 60° cada. As partículas são geradas por uma fonte tipo "penning", montada na posição radial e localizada no centro da câmara, onde as mesmas são aceleradas.

Por tratar-se de um ciclotron clássico, a extração das partículas é feita por meio de um defletor (canal eletrostático), construído em cobre e com capacidade de produzir um campo eletrostático suficientemente alto, que possibilita a extração das partículas. Após a extração elas passam por um canal magnético e são enviadas para um distribuidor magnético que tem a função de desviar o feixe de partículas para cada uma das sete linhas de feixe externo, posicionados a 0° , $\pm 20^\circ$, $\pm 40^\circ$ e $\pm 60^\circ$ ³⁶.

A figura 4.2.1.2 mostra um desenho do ciclotron CV-28, onde podem ser visualizadas algumas partes da máquina e também as linhas de feixe externas.

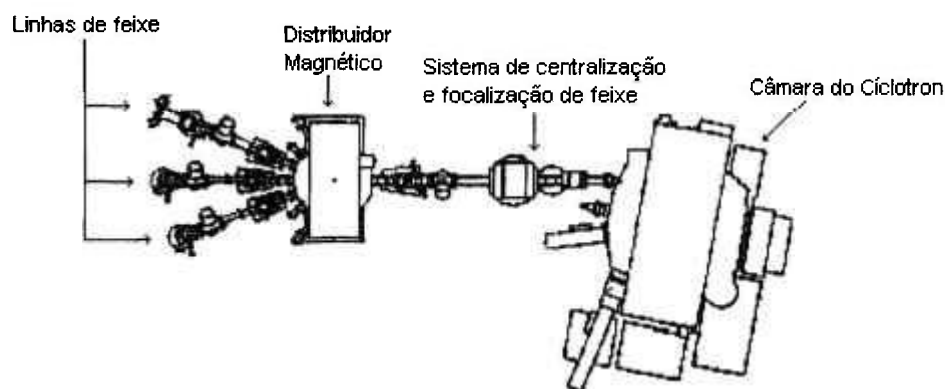


Figura 4.2.1.2 – Desenho do ciclotron CV-28 do IPEN-CNEN/SP.

Apesar da máquina possuir capacidade para acoplar até sete linhas de irradiação, atualmente têm-se apenas três operacionais. Essas linhas devem estar sempre alinhadas, pois seu posicionamento é fundamental para que o feixe de partículas tenha um transporte eficiente até o alvo.

Existem alguns equipamentos acoplados às linhas de feixe:

- Sistema de centralização e focalização de feixe,
- Sistema de varredura de feixe e
- Válvula de gaveta (*beam-gate*).

O sistema de centralização e focalização do feixe opera por meio de bobinas que produzem um campo magnético, mostrado na figura 4.2.1.4, permitindo que o feixe seja convenientemente transportado até o material a ser irradiado, sem que sofra desvios que acarretem perdas significativas. Isto é particularmente importante em aceleradores de íons positivos: existe um limite prático de dissipação de calor no sistema de deflexão, da ordem de 3 kW³⁷, que limita a intensidade de corrente extraída. Dessa maneira, quanto maior a perda na transferência, menor a corrente efetiva no alvo.



Figura 4.2.1.3 – Fotografia do ciclotron CV-28 do IPEN-CNEN/SP.

O sistema de varredura é composto de duas bobinas, uma horizontal e outra vertical, que permite obter uma maior homogeneidade do feixe em relação à área irradiada.

A válvula de gaveta separa cada uma das linhas de feixe dos sistemas de porta-alvo, que são diferenciados em função das peculiaridades do experimento realizado.



Figura 4.2.1.4 – Fotografia mostrando o sistema de centralização e focalização do cíclotron CV-28.

4.2.2 – SISTEMA DE PORTA-ALVOS

O sistema de porta-alvo utilizado no presente trabalho é composto por um colimador de quatro setores, um *beam-stopper*, um colimador circular e, o porta-alvo propriamente dito, que podem ser vistos na figura 4.2.2.1.

O colimador de quatro setores é composto por quatro blocos de alumínio isolados eletricamente entre si, o que permite medir simultaneamente e independentemente os quatro quadrantes ao redor da área irradiada, fornecendo informações para que se possa fazer os ajustes necessários no feixe de partículas, tornando-o mais adequado e eficiente.

O *Beam-stopper* com acionamento pneumático destina-se a medir o feixe e qual a intensidade de corrente que será colocada no alvo. Sua utilização, aliado ao colimador de quatro setores, é de fundamental importância na otimização do feixe a ser

utilizado. Desta maneira, o feixe somente incide no alvo após estar efetivamente otimizado, o que permite realizar irradiações com tempos curtos.

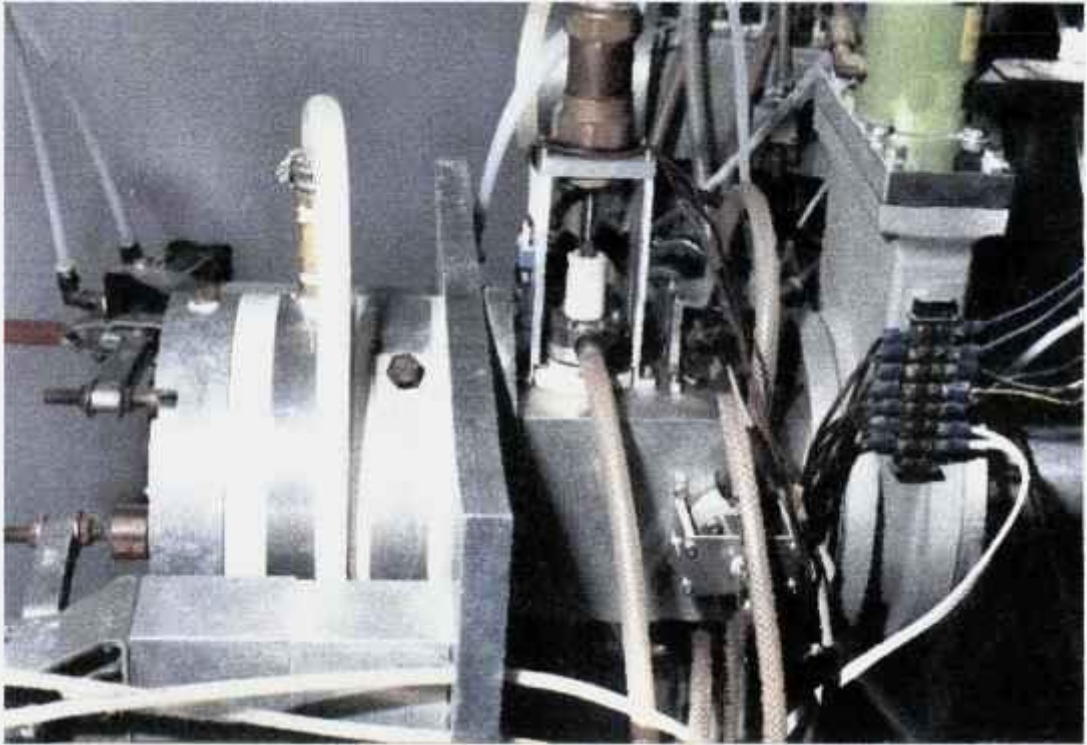


Figura 4.2.2.1 – Conjunto: porta-alvo, colimador de diâmetro de 10 mm, colimador de quatro setores e *beam-stopper*.

O colimador circular tem a propriedade de delimitar qual área será irradiada ou ativada. Esse equipamento é montado em conjunto com o suporte de porta-alvo, de forma a permitir um alinhamento perfeito entre alvo e colimador. Sua principal função é garantir que somente a área de interesse será irradiada. Por isso, no caso de desgaste é possível estabelecer previamente qual parte ou área se quer ativar. Na figura 4.2.2.2 pode-se visualizar o colimador circular montado na linha de feixe do ciclotron e na figura 4.2.2.3 ele aparece sozinho, desacoplado do porta-alvo.

Na verdade, quando se fala em sistema de porta-alvo, já está incluído também o colimador, que sempre é necessário e útil, qualquer que seja o propósito do trabalho a ser realizado.

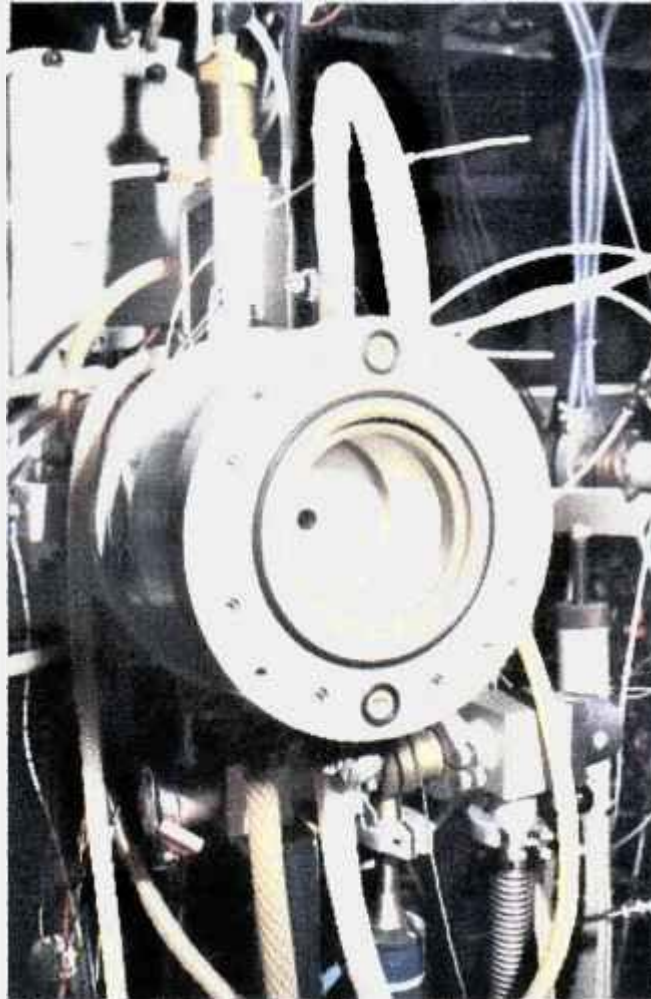


Figura 4.2.2.2 – Fotografia mostrando o colimador circular montado na linha de feixe do ciclotron CV-28.

Nas suas construções é utilizado o alumínio como elemento base, primeiro por tratar-se de um material leve, com boa condutividade térmica e elétrica e boa resistência mecânica, e segundo, porque quando exposto à irradiação, produz radionuclídeos de meia-vida ($T_{1/2}$) curta. Cabe salientar que, o alumínio deve ter alto grau de pureza, evitando a formação de radionuclídeos indesejáveis devido às impurezas, que possuam meia-vida mais longa. Em função dessa característica, a não formação de radioisótopos de meia-vida longa, torna-se um material adequado a esse tipo de uso. Por isso, pode ser manuseado após um curto período de tempo de decaimento, o que não ocorre com a maioria dos outros materiais.

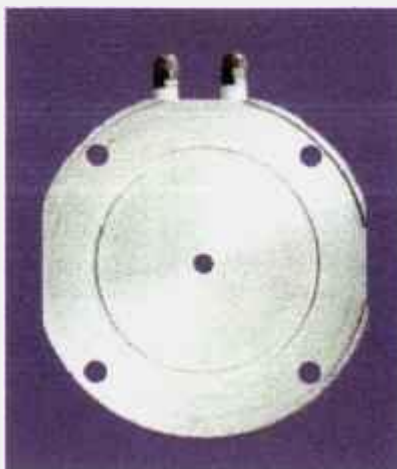


Figura 4.2.2.3 – Colimador circular com diâmetro de 10 mm, desmontado do porta-alvo

O feixe de partículas, no caso próton, incidindo em qualquer destas partes dissipa energia na forma de calor. Esse calor gerado, é absorvido em parte pelos colimadores e em parte pelo porta-alvo propriamente dito, nos quais o feixe de partículas incide diretamente. Para que esse calor gerado não venha causar danos ao material alvo e aos componentes, faz-se necessário retirá-lo do meio de alguma maneira que seja eficiente e rápida, caso contrário, pode vir a ocorrer alterações físicas que venham a comprometer tanto resultados como equipamentos, ou ainda provocar fusão ou até mesmo, volatilização do material alvo.

Visando evitar esses tipos de problemas, tanto os colimadores e *beam - stopper*, quanto o porta-alvo são refrigerados com água desionizada, à temperatura de aproximadamente 10°C. Com a água a essa temperatura e, sendo o alumínio um bom condutor térmico, a dissipação de calor é bastante eficiente, preservando a integridade do sistema.

O porta-alvo é construído segundo as necessidades e tipo de material que se deseja irradiar. Porém, basicamente pode ser dividido em dois modelos principais: o sistema inclinado e o sistema frontal, sempre em relação à linha de incidência do feixe.

O sistema inclinado tem o alvo posicionado a um determinado ângulo, diferente de 90° , em relação ao feixe de partículas. Já o sistema frontal, está posicionado a 90° em relação ao feixe. O utilizado no presente trabalho, está posicionado a 90° e é refrigerado pela parte posterior, não havendo nenhum contato direto da água de refrigeração com o alvo. Isso garante que a água não será contaminada por qualquer tipo de radionuclídeo gerado durante a ativação. Como não há contato direto, a transferência de calor é feita por condução, como nos trocadores de calor convencionais. Esse tipo de refrigeração é chamado de 2π . A figura 4.2.2.4 mostra uma vista frontal do porta-alvo utilizado nas irradiações do presente trabalho.

A avaliação da espessura a ser irradiado é feita utilizando-se tabelas que relacionam a penetração e o poder de frenamento em função da energia dos íons incidentes³⁸.



Figura 4.2.2.4 – Fotografia do porta-alvo utilizado nas irradiações das amostras da fase experimental.

CAPÍTULO 5

5 – MATERIAIS E MÉTODOS

5.1 – MATERIAIS

Os materiais utilizados nas análises realizadas consistiram de:

a) Folhas de cobre.

Especificações: - pureza química: 99,99+%, espessuras de 20 e 50 μm , adquiridas da empresa Goodfellow Metals Ltd.

Uso: - material a ser utilizado nos ensaios de homogeneidade e de determinação de energia do feixe de prótons.

b) Folhas de aço inoxidável AISI 316.

Especificações: - espessura de 12,5 μm , adquiridas da empresa Goodfellow Metals Ltd.

Uso: - material a ser utilizado na elaboração da curva de calibração e simulação de desgaste de um bloco maciço.

c) Blocos de aço inoxidável AISI 316.

Especificações: - barra redonda com diâmetro de 9,5 mm, adquiridas da empresa Villares.

Uso: - material a ser utilizado nos ensaios de desgaste programado, para estudo do método de ativação por camada fina.

Para a fase experimental desse trabalho foram utilizados os seguintes equipamentos:

- a) **Cíclotron CV-28 do IPEN-CNEN/SP.**
Uso: - produzir feixe de prótons com energia de 24 MeV. A linha de feixe utilizada foi a número 3, situada a -20° em relação ao centro do ímã distribuidor.
- b) **Sistema de Porta-alvo com diafragma de quatro setores, *beam-stopper* e colimador circular com diâmetro de 10 mm.**
Uso: - irradiar as folhas de cobre.
- irradiar as folhas de aço inoxidável AISI 316.
- irradiar os blocos de aço inoxidável AISI 316.
- c) **Politriz**
Uso: - fazer o polimento das amostras a serem irradiadas.
- d) **Micrômetro**
Uso: - executar as medidas de espessuras nos desgastes dos blocos e também nas folhas de aço inox para confirmação da espessura.
- e) **Analisador multicanal com detector de Ge-hiperpuro**
Uso: - fazer as medições das atividades das folhas de cobre, usadas na determinação de homogeneidade de feixe e das folhas de aço inox, usadas na elaboração da curva de calibração.
- f) **Analisador multicanal com detector de NaI(Tl)**
Uso: - fazer as medidas das folhas de aço inox, com a finalidade de comparar com a curva obtida no detector de Ge-hiperpuro.
- fazer as medidas de desgaste dos blocos de aço inox, por meio da atividade remanescente na peça.
- g) **Politriz automática com pressão controlada**
Uso: - simulação de uma situação de desgaste real, usando blocos de aço inox não irradiados e irradiados.

- h) Serra circular automática de precisão
Uso: - cortar os blocos de aço inox usados nos experimentos de desgaste, com espessuras adequadas às necessidades experimentais.
- i) Detector de radiação tipo Geiger – Müller
Uso: - medir o nível de radiação emitida pelas peças irradiadas, para verificar se estava dentro do limite permissível para trabalhos em laboratório, sem a necessidade de condições especiais e monitorar o laboratório para verificar a existência de pontos superficiais contaminados.

5.2 – PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

A metodologia experimental adotada para a execução do trabalho seguiu a seguinte seqüência:

- a) Verificação do alinhamento da linha de feixe e avaliação preliminar da homogeneidade do feixe com uso de filme fotográfico.
- b) Avaliação da homogeneidade de feixe por meio de reações monitoras em cobre natural.
- c) Avaliação da energia dos prótons incidentes nos materiais alvo, por meio de reações monitoras em cobre natural.
- d) Levantamento da curva de calibração Atividade x Profundidade a partir de folhas de aço inoxidável AISI 316 medidas com detector de Ge-hiperpuro.
- e) Levantamento da curva de calibração Atividade x Profundidade a partir de folhas de aço inoxidável AISI 316 medidas com detector de NaI(Tl) e sua comparação com a curva do item d.
- f) Estudo de desgaste em blocos de aço inoxidável AISI 316 comercial.

5.2.1 – ALINHAMENTO E VERIFICAÇÃO PRELIMINAR DO FEIXE

Para o alinhamento da linha de feixe com o sistema de porta-alvo utilizaram-se filmes fotográficos com aproximadamente 20 mm de largura por 20 mm de comprimento, presos no porta-alvo na posição de fixação das amostras, os quais foram sensibilizados pelo feixe de prótons, com energia de 24 MeV. Como este material é bastante sensível, trabalhou-se com correntes próximas a 0,5 μA e tempos de irradiação bem curtos, da ordem de 1 minuto. Tempos e correntes maiores podem queimar totalmente os filmes, prejudicando a observação. Antes de o feixe incidir sobre o filme, ele foi otimizado com o auxílio do diafragma de quatro setores e do *beam-stopper*. No transporte do feixe, além das bobinas de centralização e quadrupolares, foi usado um sistema de varredura, composto por duas bobinas colocadas perpendicularmente entre si. O feixe foi varrido horizontalmente e verticalmente, com um campo magnético a uma frequência de 180 e 280 Hz respectivamente. Inicialmente o feixe de prótons foi desfocalizado no colimador de 11 x 11 mm², formado por quatro setores independentes e um *beam-stopper* de acionamento pneumático, que possibilitava a medida do feixe central e suas extremidades. Uma vez otimizado, retirava-se o *beam-stopper* e um segundo colimador com diâmetro de 10 mm, colocado em seqüência, definia a área final do feixe que incidiria sobre o filme fotográfico. Estes procedimentos de otimização foram padronizados, sendo aplicados a todos os ensaios posteriores, tais como: homogeneidade de feixe de prótons, determinação da energia do feixe, irradiação das folhas e blocos de aço inox.

5.2.2 – HOMOGENEIDADE DE FEIXE

Para realizar a análise de homogeneidade de feixe produzido pelo ciclotron CV-28 do IPEN-CNEN/SP, tomou-se como base o trabalho elaborado por B. W. Wieland³⁹, que foi adaptado às condições existentes.

A homogeneidade foi avaliada através de reações monitoras induzidas por prótons em cobre natural. Entre o feixe e a folha colocou-se uma flange de alumínio que permitiu a ativação da folha de cobre apenas em sete pontos distintos. A medida das atividades nestas regiões forneceram, portanto, um “mapeamento” da intensidade do

feixe na área delimitada pelo colimador de 10 mm de diâmetro. Para esta fase, o desenvolvimento do procedimento experimental consistiu basicamente de quatro etapas:

- a) Confeção de uma flange em alumínio de alta pureza, com as mesmas especificações do material utilizado na construção dos sistemas de diafragma de quatro setores, com forma circular, de diâmetro igual a 56 mm e espessura de 4,0 mm, contendo 7 orifícios com diâmetro igual a 1,5 mm cada um. Um deles, localizado no centro da peça e os demais distribuídos uniformemente ao redor do mesmo, formando um ângulo de 60° entre si. A distância entre o centro do orifício central e o centro dos outros orifícios é de 4,25 mm. Como o alcance para prótons com energia de 24 MeV no alumínio é de 2,94 mm, somente as sete áreas correspondentes aos sete orifícios permitiram a passagem do feixe, funcionando como um colimador múltiplo dentro da área irradiada, delimitada pelo colimador de 10 mm de diâmetro. A figura 5.2.2.1 mostra um desenho com as dimensões da flange utilizada nos experimentos.

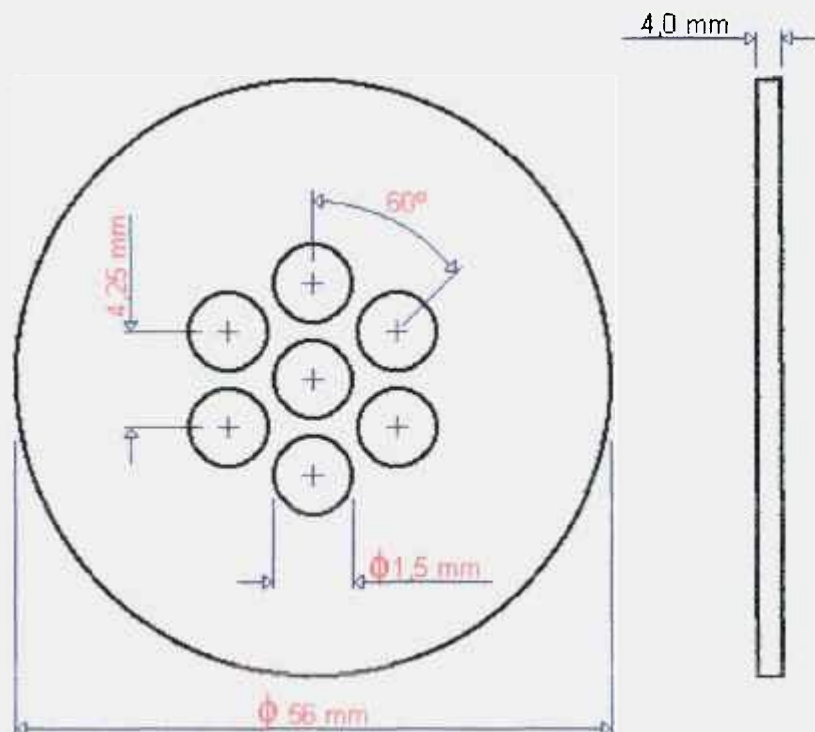


Figura 5.2.2.1 – Flange de alumínio usada nas irradiações de cobre destinadas à avaliação da homogeneidade de feixe.

- b) Montagem da flange de alumínio com os orifícios sobre uma folha de cobre com espessura de 20 μm , pureza química de 99,99+%, da empresa Goodfellow Metals Ltd. Esse tipo de arranjo, montado no porta-alvo, permitiu identificar distintamente os sete pontos onde o feixe atingiu a folha de cobre. Na figura 5.2.2.2 pode-se visualizar as respectivas dimensões da folha de Cu e o posicionamento das sete áreas expostas ao feixe de prótons.
- c) Irradiação do sistema montado utilizando-se dois feixes de prótons de 24 MeV com correntes de 1 e 10 μA , respectivamente. Os tempos de irradiação foram suficientes para garantir uma distribuição média de corrente razoável ao longo da área irradiada em função da oscilação da voltagem do defletor eletrostático.

Os parâmetros utilizados nas irradiações com 1 μA e 10 μA destinadas à avaliação da homogeneidade de feixe, foram respectivamente os seguintes:

- Tempo de irradiação da amostra: 69 minutos.
 - Corrente média da irradiação: 0,87 μA .
 - Temperatura no alvo: $\sim 10^\circ\text{C}$.
 - Vazão do sistema de refrigeração: $\sim 6,0$ litros/min..
 - Dose no alvo: 1,0 μAh .
-
- Tempo de irradiação da amostra: 33 minutos.
 - Corrente média da irradiação: 7,6 μA .
 - Temperatura no alvo: $\sim 10^\circ\text{C}$.
 - Vazão do sistema de refrigeração: $\sim 6,0$ litros/min..
 - Dose no alvo: 4,2 μAh .

Depois de irradiado, o conjunto porta-alvo/folha ficou armazenado por algumas horas, para que os radionuclídeos de meia-vida curta fossem eliminados por decaimento radioativo, diminuindo-se a dose de exposição, permitindo a manipulação e conseqüentemente a retirada da folha de cobre.

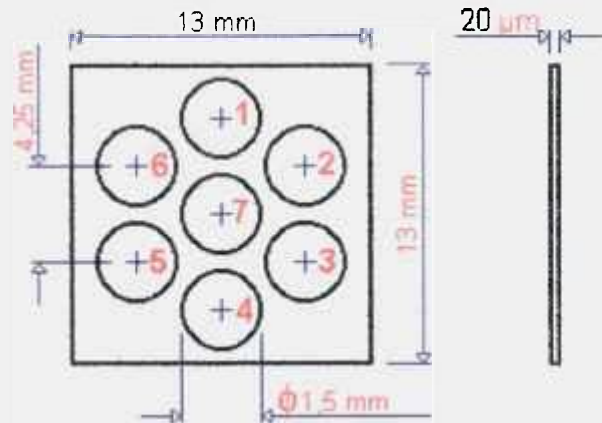


Figura 5.2.2.2 – Folha de Cu utilizada nas irradiações destinadas à avaliação da homogeneidade de feixe.

- d) A última etapa consistiu em secionar e numerar a folha de cobre irradiada, separando as sete áreas ativadas. Essas sete partes foram medidas separadamente, utilizando-se um detector de Ge-hiperpuro acoplado a um multicanal analisador e a um computador. Com isso, foi possível não só identificar os radionuclídeos presentes como também acompanhar e medir suas respectivas atividades em cada uma das partes. Abaixo, na figura 5.2.2.3 mostra-se um fluxograma do sistema de aquisição de dados que foi utilizado nas determinações das atividades presentes. A irradiação da folha de cobre produziu os radionuclídeos ^{62}Zn , ^{63}Zn e ^{65}Zn . Porém, acompanharam-se os fotopicos referentes aos radionuclídeos ^{62}Zn e ^{65}Zn , que possuem meia-vida mais longa, uma vez que o ^{63}Zn foi eliminado por decaimento radioativo.

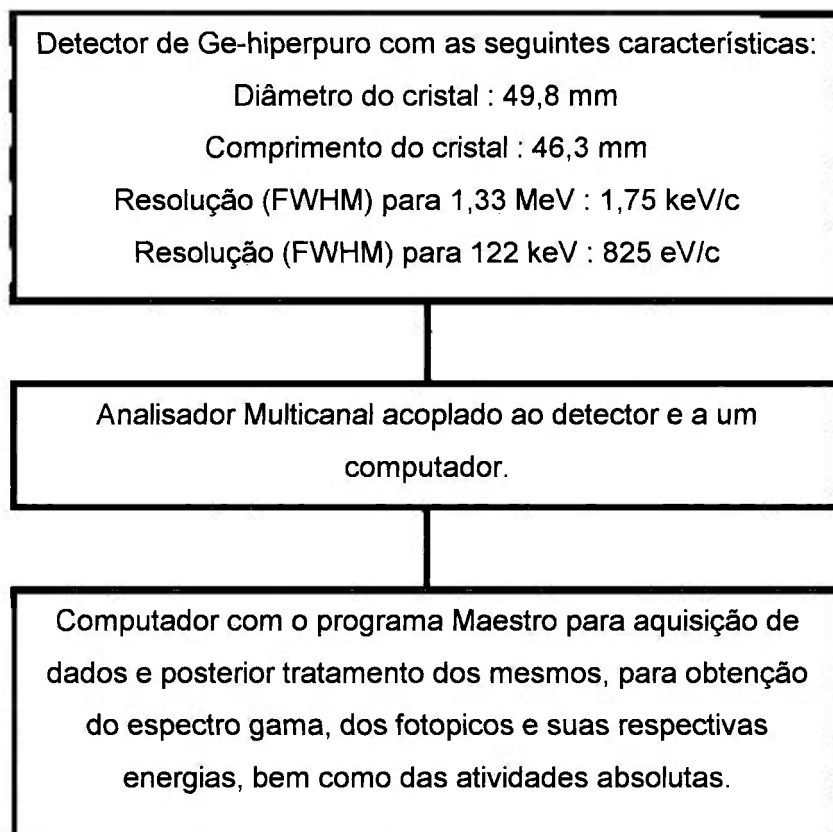


Figura 5.2.2.3 – Fluxograma do sistema de aquisição de dados utilizado na avaliação da homogeneidade de feixe.

5.2.3 – ENERGIA DO FEIXE DE PRÓTONS PRODUZIDO PELO CÍCLOTRON CV-28

Em paralelo ao descrito no item 5.2.2, fez-se uma avaliação a respeito da energia do feixe de prótons produzido pelo ciclotron CV-28. Nesse sentido, foram utilizadas duas técnicas diferentes para monitorar a energia do feixe. Uma descrita por Kopecký⁴⁰ e outra Piel et. al.⁴¹. Para tais, foi utilizado o sistema padrão de porta-alvo composto de: diafragma de quatro setores, *beam-stopper*, colimador com diâmetro de 10 mm e o porta-alvo propriamente dito.

Em ambas as técnicas, as folhas de cobre utilizadas possuíam mesma procedência e pureza química da anterior, porém com espessura de 50 μm . Assim como ocorreu na análise da homogeneidade de feixe, aqui também, fez-se uso de reações monitoras induzidas por prótons em cobre natural.

Na primeira técnica de avaliação de energia de feixe, utilizou-se apenas uma folha de cobre, fixada no porta-alvo, posicionado a 90° em relação ao feixe, refrigerado com água desionizada, à temperatura de aproximadamente 10°C .

Na ativação dessa folha de cobre foram utilizados prótons com energia de 24 MeV, corrente nominal de 1 a 1,5 μA e tempos de irradiação que variou de 10 a 160 minutos. Com esses parâmetros, o cobre ao ser ativado com prótons produziu os radionuclídeos ^{62}Zn , ^{63}Zn e ^{65}Zn , assim como ocorreu na avaliação de homogeneidade de feixe. Porém, acompanhou-se apenas os fotopicos referentes aos radionuclídeos ^{62}Zn e ^{65}Zn , pois se tinha interesse em acompanhar os mesmos fotopicos da técnica anterior, uma vez que os cálculos seriam feitos em função da relação entre eles.

Na segunda, foram usadas três folhas de cobre, de mesma espessura (50 μm), intercaladas por duas folhas de alumínio de alta pureza, com espessura de 430 μm , as quais serviram como degradadores de energia. Um desenho esquemático, apresentado na figura 5.2.3.1, mostra a montagem das folhas de cobre e de alumínio, que foram intercaladas formando um bloco, que foi fixado no porta-alvo.

Para execução desses experimentos foi utilizado o mesmo conjunto de equipamentos da técnica anterior, porém, com parâmetros de irradiação diferentes, mantendo-se constante, apenas a energia da partícula. Os parâmetros de irradiação utilizados na segunda técnica foram novamente alterados, pois neste caso o interesse era acompanhar os fotopicos dos radionuclídeos ^{62}Zn e ^{63}Zn e suas respectivas atividades, que seriam usadas na execução dos cálculos de energia. Nesta técnica utilizou-se um tempo de irradiação de 6 minutos e uma corrente nominal de 150 nA.

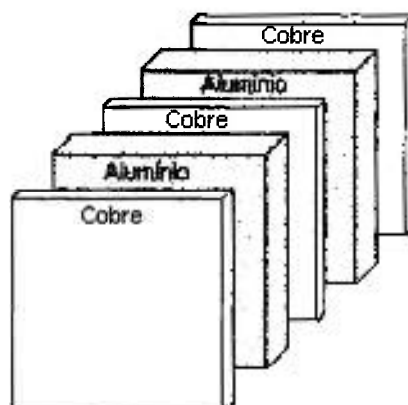


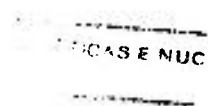
Figura 5.2.3.1 – Folhas de cobre e alumínio intercaladas, utilizadas na avaliação da energia incidente.

Cabe salientar que, as avaliações de energia foram realizadas somente após a comprovação da homogeneidade de feixe de prótons, utilizando-se os parâmetros operacionais do ciclotron, previamente estabelecidos.

Somente após estabelecer estes parâmetros iniciais, que são fundamentais para desenvolvimento do próprio trabalho, pois garantem a reprodutibilidade do processo no que diz respeito às irradiações e a aplicação da técnica de desgaste, deu-se prosseguimento à fase seguinte.

5.2.4 – ATIVAÇÃO DE CAMADA FINA (TLA – *Thin Layer Activation*)

O procedimento adotado nessa fase pode ser dividido em dois itens mais gerais que são: ensaios com o conjunto de folhas de aço inox e ensaios com os blocos de aço inox.



5.2.4.1 – FOLHAS DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316

Inicialmente, para avaliação da viabilidade de implantação da técnica de desgaste, tornou-se necessário, a construção de curvas de calibração, onde se pudesse relacionar atividade x profundidade ativada.

Antes de realizar as irradiações das folhas de aço inox, era preciso ter-se uma idéia dos possíveis radionuclídeos que seriam encontrados após a ativação. Para tanto, fez-se previamente um estudo teórico a respeito da composição química e das reações nucleares que envolvem esse material na interação com prótons. Isso facilitou bastante a fase de identificação dos radionuclídeos presentes nas amostras irradiadas.

Esta etapa constituiu em irradiar um conjunto de folhas de Aço Inoxidável AISI 316, utilizando-se como base os parâmetros operacionais estabelecidos segundo os dados obtidos na análise de homogeneidade de feixe. Cada conjunto era composto de 20 folhas de aço inox, cada uma com espessura de 12,5 μm , tendo o conjunto, espessura total de 250 μm . Na determinação desta espessura total foram levados em consideração parâmetros como: a energia do próton incidente, o tipo de material e a faixa de energia que se desejava efetuar a ativação. Esses foram estabelecidos como parâmetros iniciais no desenvolvimento da técnica de análise estudada.

As folhas de aço inoxidável AISI 316 foram adquiridas da empresa Goodfellow Metals Ltd., pois havia necessidade de partir de um material com grau de pureza definida e conhecida. Além disso, essa empresa tem tecnologia para fornecer esse material em diversas espessuras e com excelente grau de uniformidade.

Na tentativa de obter uma boa quantidade de pontos para construção de uma curva de calibração no intervalo de espessura de interesse para análise de desgaste, optou-se por folhas de aço inox com espessura de 12,5 μm . Escolheu-se o aço inox por ser um material padrão de utilização na indústria em geral. Tendo em vista esta faixa de espessura de interesse e o aço inox, a energia incidente no conjunto foi fixada em 8 MeV, segundo cálculos teóricos. Além disto, com esse valor de energia muitas reações nucleares puderam ser evitadas, selecionando somente as de interesse. Este fato, será melhor discutido no próximo capítulo.

Como a energia do próton fornecida pelo Cíclotron é de 24 MeV, buscou-se uma forma de alterar a energia da partícula incidente nas folhas sem modificar o padrão operacional do cíclotron, o que não seria possível, devido à utilização prioritária em produções rotineiras de radioisótopos, feitas com energia máxima. Em função dessa condição inicial, fabricou-se uma janela de degradação de energia, de maneira que a energia do próton produzido pelo cíclotron fosse atenuada de tal forma que, a energia após atravessar o degradador estivesse na faixa de 8 MeV. O material utilizado na construção da janela foi o alumínio de alta pureza, assim como ocorreu em casos anteriores, com espessura de 2000 μm . Para calculá-la, foram utilizadas tabelas específicas, que relacionam o alcance de prótons no alumínio³⁸.

Na irradiação dos conjuntos de folhas, os parâmetros utilizados foram os seguintes:

- Tempo de irradiação da amostra: 50 minutos,
- Corrente média da irradiação: 2,5 μA ,
- Temperatura no alvo: $\sim 10^\circ\text{C}$,
- Vazão do sistema de refrigeração: $\sim 6,0$ litros/min.,
- Dose no alvo: 2,0 $\mu\text{A}\cdot\text{h}$.

Esses parâmetros estabelecidos para as irradiações das folhas foram tomados como padrão para todas as posteriores.

Após a ativação do conjunto de folhas, o material irradiado foi armazenado por um período de aproximadamente uma semana, para que todos os radionuclídeos de meia-vida curta fossem eliminados por decaimento radioativo. Sendo assim, facilitou-se a identificação dos radionuclídeos remanescentes e também se diminuiu a taxa de dose e, conseqüentemente, a exposição do operador. Transcorrido esse período de decaimento radioativo, foi realizada a medida da atividade induzida em cada uma das folhas que compunham o conjunto, com finalidade de analisar a atividade em função da profundidade irradiada. Também foi medido o conjunto como um todo, sendo retirada uma folha de cada vez. A utilização das folhas neste tipo de medida e, a curva de calibração obtida significa cortes sucessivos (desgaste) de 12,5 μm em uma "hipotética" peça analisada.

5.2.4.2 – CURVAS DE CALIBRAÇÃO

Para medir as respectivas atividades presentes nas folhas, foi inicialmente utilizado um detector de Ge-hiperpuro acoplado a um multicanal analisador, mostrado na figura 5.2.2.3, que permitiu a identificação e quantificação dos radionuclídeos formados. Uma vez elaborado o gráfico com as curvas dos radionuclídeos, fez-se uma análise para verificar qual seria a curva com melhor característica e que poderia servir como uma curva de calibração para a análise em questão.

Numa segunda fase dentro desta mesma etapa, a curva de calibração foi também obtida com a utilização de um detector de NaI(Tl) e comparada com a curva obtida com o detector de Ge-hiperpuro. O objetivo dessa comparação era avaliar a viabilidade de utilização de um detector de NaI(Tl) para elaborar a curva calibração, pois na análise de desgaste a utilização de um detector portátil de NaI(Tl) é adequado em função das condições de medida de partes de um equipamento em operação, impraticável com o de Ge-hiperpuro.

Essa determinação das atividades das folhas no detector de NaI(Tl), foi realizada por dois caminhos diferentes: sem usar nenhum anteparo metálico entre as folhas e o detector e utilizando o anteparo entre eles, com a finalidade de simular uma condição real. Numa situação real de monitoração de desgaste, normalmente as peças ativadas são componentes internos de uma máquina ou ferramenta e não podem ser monitoradas diretamente. Havendo portanto, sempre uma superfície metálica entre a peça e o detector. Esse tipo de simulação serviu para verificar se o arranjo produziria algum tipo de alteração na curva de calibração obtida. Desta maneira, foram confeccionadas duas cápsulas abertas de aço inoxidável AISI 316 comercial, uma com espessura de parede de 8,5 mm e outra com espessura de parede de 6,5 mm perfazendo um total de 15 mm. Essas cápsulas foram fabricadas com a finalidade de servirem como um corpo que envolvesse a peça ativada, criando uma barreira física entre o detector de NaI(Tl) e a amostra a ser medida.

Uma última etapa ainda foi realizada: medição das atividades das folhas de aço inox para verificar se, ao passar à fase de ensaios com blocos, não se teria grandes distorções nas medidas das atividades presentes no material ativado. Nesse sentido, foram utilizadas duas técnicas de medida:

- a) Na primeira, cada uma das folhas do conjunto, ativadas pelo feixe de prótons, foi medida separadamente no detector de NaI(Tl). A atividade total era a soma das atividades individuais das folhas, assim como ocorreu na elaboração da curva de calibração.
- b) Na segunda, todo o conjunto de folhas foi colocado no detector para se determinar a atividade total do mesmo. Depois, retirou-se a primeira folha, que se situava na parte superior do conjunto, na qual incidiu o feixe de prótons e efetuou-se a medida de atividade remanescente no conjunto. Este processo foi repetido até que restasse apenas a última folha ativada, que também foi medida.

Tendo-se todos esses dados em mãos, foi possível analisar se tal procedimento experimental funcionaria para os blocos de aço inox ou se haveria necessidade de alguma mudança no procedimento, a fim de adequá-lo às posteriores medições de atividade dos blocos de aço inox.

5.2.4.3 - BLOCOS DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316 COMERCIAL

Após a obtenção da curva de calibração com as folhas de aço inoxidável AISI 316 com espessuras definidas, descritas no item 5.2.4.1, passou-se a uma simulação de um caso mais próximo ao real: irradiação de blocos de aço inoxidável AISI 316 e conseqüente realização de desgastes programados. A preocupação experimental se fixou em dois pontos considerados como críticos:

- a) Escolha da espessura do bloco, de modo a poder simular uma peça de um equipamento e,
- b) Obtenção de um método para se realizar desgastes programados que sejam reprodutivos.

O material usado na confecção dos blocos foi fornecido pela empresa Villares. Trata-se de um aço inoxidável AISI 316 comercial, em cuja constituição química não existe nenhum "aditivo" em especial. Isto é importante, pois grande parte das indústrias

que produzem máquinas e componentes metálicos utilizam essa categoria de material, que constitui um material padrão e com ampla aplicação.

A Tabela 5.2.4.3.1 mostra a composição química nominal do aço inoxidável AISI 316 fornecido pela Villares e a análise química feita pelo Departamento de Engenharia Química do IPEN, utilizando-se o método de Fluorescência de Raios-x. Nota-se que, pela análise efetuada, a qualidade do aço estudado está dentro dos padrões normais estabelecidos pelo fornecedor. Embora a tabela 5.2.4.3.1 não contenha citações a respeito dos elementos químicos, carbono e ferro, que também fazem parte da liga, sabe-se que todo aço e suas ligas trazem em sua composição básica esses dois elementos, sendo o teor de carbono em torno de 0.10% e o ferro entra como balanço, completando a composição percentual da liga.

Tabela 5.2.4.3.1 – Composição nominal do aço inoxidável AISI 316, fornecido pela Villares e a análise química pelo método de Fluorescência de Raios-x .

Elemento químico presente	Análise	Villares	
	Porcentagem (%)	Porcentagem (%)	
		Mínimo	Máximo
Cr	16,20 ± 0,1	16,00	18,00
Mn	0,71 ± 0,02	—	2,00
Ni	14,20 ± 0,1	10,00	14,00
Mo	2,80 ± 0,1	2,00	3,00
P	—	—	0,045

Os blocos utilizados nesta fase experimental, possuíam diâmetro de 9,5 mm e espessura em torno de 1,5 mm, espessura muito superior à penetração de prótons de 8 MeV. Estas dimensões foram fixadas também em função da geometria do equipamento utilizado nos testes de desgaste programado e do próprio porta-alvo. As dimensões também foram padronizadas para manter a uniformidade das medidas.

A figura 5.2.4.3.1 mostra o porta-alvo desmontado, onde pode ser visualizado internamente, bem como o bloco de aço inox e o degradador de alumínio, que foram submetidos ao feixe de prótons do ciclotron CV-28. Esse mesmo conjunto pode ser visto por outro ângulo na figura 5.2.4.3.2, onde aparece a seqüência de montagem.

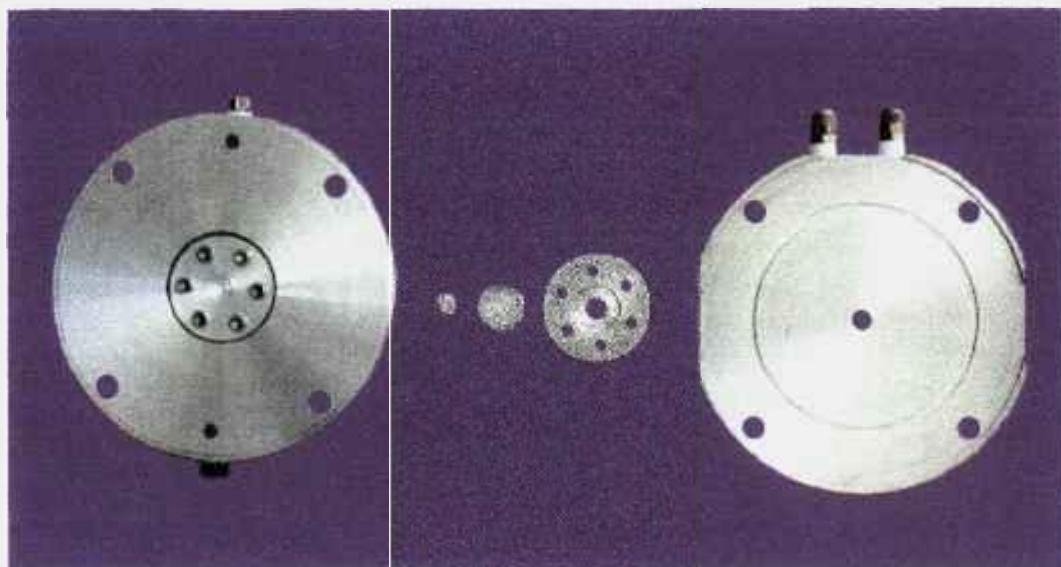


Figura 5.2.4.3.1 – Porta-alvo desmontado, com o bloco de aço inox e o degradador de alumínio.

Antes de partir para a irradiação e as medidas de desgaste destes blocos propriamente dito, tornou-se necessário ter à disposição um método que possibilitasse efetuar a remoção de camadas de uma maneira controlada, com o objetivo de simular um processo de desgaste mais real possível. Para tal, utilizou-se uma politriz automática com pressão constante e controlada sobre a amostra, que fez o papel de um segundo componente de uma máquina, que produziria o desgaste da primeira, no caso, o bloco de aço inox. Para garantir a reprodutibilidade dos parâmetros operacionais, os mesmos foram estabelecidos e padronizados, ou seja, seriam iguais para qualquer um dos testes realizados. Tendo isso como meta, iniciou-se uma série de ensaios que conduziram à determinação de tais parâmetros que, posteriormente seriam utilizados até o final dos experimentos. Desta maneira, executou-se uma série de testes com material não irradiado, de dimensões e composição idênticas, no equipamento onde se realizariam experimentos com material irradiado. Isso foi importante porque, ao iniciar-se os testes com o material irradiado não houve necessidade de verificar cada parâmetro novamente

e, não se gastou um tempo desnecessário no teste, pois isso reflete em taxa de exposição para o operador. Embora essa taxa de exposição estivesse em níveis muito baixos, a não fixação de parâmetros poderia inclusive ocasionar perdas das amostras irradiadas com desgastes não reprodutivos. Apenas frisando, todo empenho no sentido de padronizar o método e parâmetros de análise, contribuiu de forma positiva para uma boa uniformidade e reprodutibilidade durante os procedimentos experimentais.

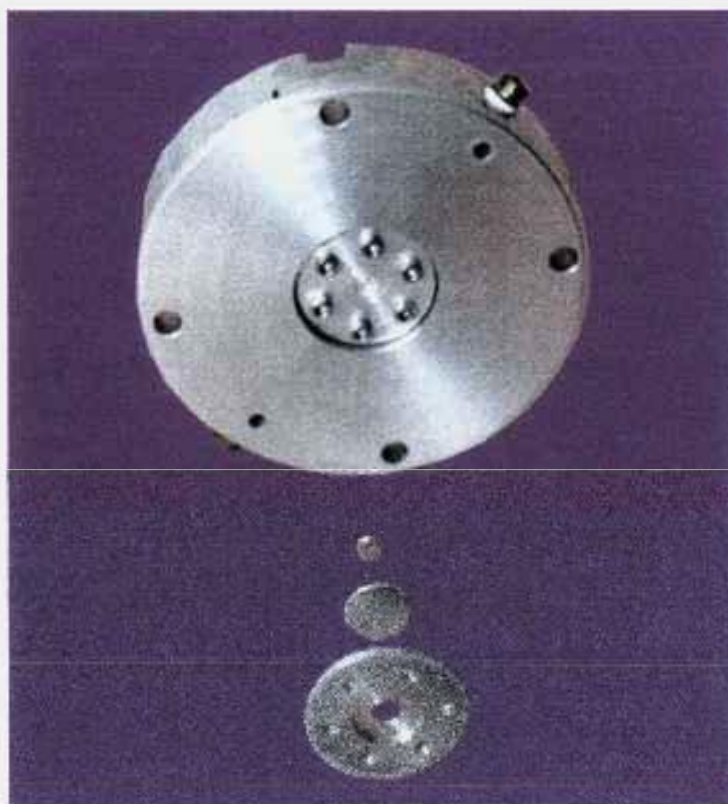


Figura 5.2.4.3.2 – Porta-alvo desmontado, visto por outro ângulo, mostrando a seqüência de montagem.

Os parâmetros obtidos a partir dos ensaios de desgaste programado com blocos não ativados foram os seguintes:

- Tempo de desgaste: 10 ~ 11 minutos,
- Velocidade de rotação da poltriz: ~ 200 rpm (rotações / minuto),
- Lixa utilizada: lixa d'água de 600 mesh.

Estes parâmetros permitiram fixar uma remoção superficial de cerca de 10 μm de espessura, cujo valor corresponde à espessura aproximada da folha de aço inox, permitindo a obtenção de pontos próximos aos da curva de calibração. Em algumas amostras os tempos de desgaste foram bem menores, para remoções superficiais da ordem de 1 a 5 μm , uma vez, que o tempo de operação da politriz está diretamente relacionada com a espessura removida da amostra.

Nesta fase final do trabalho, os blocos de aço inox comercial foram irradiados segundo as condições preestabelecidas para as irradiações dos conjuntos de folhas, conforme descrito no item 5.2.4.1. Após a irradiação, os blocos foram armazenados por um período de uma semana, para eliminar os radionuclídeos de meia-vida curta. Após esse tempo de decaimento radioativo, os blocos foram submetidos a testes de desgaste programado, usando-se a politriz automática, cuja finalidade era de simular condições de desgaste próximas de uma situação real, de uma peça de um equipamento qualquer. Os parâmetros dos testes foram os mesmos dos ensaios com material não irradiado, uma vez que já haviam sido padronizados.

Ao final de cada etapa de desgaste, a amostra era desmontada do equipamento e levada ao detector de NaI(Tl) para que fosse determinada a atividade remanescente e determinada a espessura. Nesta fase, foram utilizados os mesmos anteparos de aço inox que os da obtenção da curva de calibração. Esse processo repetiu-se por várias vezes, até que a atividade presente no bloco de aço inox não pudesse mais ser detectada, distinguida do *background*, só então foi finalizada a análise do material.

A última etapa experimental destinou-se à avaliação do método de ativação de camada fina, no que diz respeito à sensibilidade, uma vez que a aplicabilidade estava comprovada. Nessa fase, mantiveram-se os parâmetros preestabelecidos, alterando-se apenas o fator tempo, pois a camada removida deveria ser a menor possível. Nesse sentido, reduziu-se o tempo de desgaste na politriz automática, que passou a oscilar entre 2 e 5 minutos, para cada processo de desgaste, gerando uma remoção de camada de material da ordem de 1 a 5 μm .

Com a parte experimental efetuada, tinha-se em mãos os dados necessários à análise final da metodologia, de sua aplicabilidade e os parâmetros necessários à sua utilização para esse tipo de material, assim como, a viabilidade de torná-la uma análise com aplicação prática às nossas necessidades e objetivos.

CAPÍTULO 6

6 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1 – FEIXE DE PRÓTONS

A primeira etapa da fase experimental foi desenvolvida com o objetivo de verificar o alinhamento da linha de feixe do ciclotron CV-28.

A sensibilização dos filmes fotográficos pelo feixe de prótons teve dois objetivos básicos: verificar o alinhamento da linha de feixe e uma primeira visualização, embora bastante rudimentar, da homogeneidade de feixe produzido pelo ciclotron CV-28.

O que se observa neste tipo de experimento é que a parte do filme atingida pelos prótons torna-se enegrecida. Visualmente, foi possível notar que o alinhamento da linha de feixe estava dentro dos parâmetros esperados, pois o filme foi sensibilizado exatamente no centro do porta-alvo, na posição onde as amostras seriam irradiadas, e com diâmetro de 10 mm, definido pelo colimador, sem alterações de geometria. Além disso, ele apresentava uma coloração homogênea e bem distribuída, ligeiramente enegrecida na região central, indicando seu posicionamento correto em relação ao sistema linha de feixe/porta-alvo. Quando isso não ocorre, há uma formação de áreas mais claras, com a forma de uma lua minguante, caracterizando a falta de alinhamento da linha de feixe.

Isto foi conseguido com o auxílio do sistema de varredura, do diafragma de quatro setores e do *beam-stopper*, que permitiram a otimização do feixe antes de incidir no alvo: durante a própria otimização percebe-se quando o feixe de prótons não atinge igualmente cada um dos quatro setores do diafragma, pois produz grandes diferenças de

valores de corrente entre eles. Como este diafragma está alinhado com o conjunto colimador/porta-alvo, o feixe não otimizado pode propiciar a formação de áreas não ativadas pelo feixe de prótons.

O outro ponto que pode ser observado é a homogeneidade do feixe de prótons produzido pelo ciclotron CV-28. Em função da geometria formada, a mesma do colimador, e da coloração resultante da sensibilização, verificou-se que, embora de maneira totalmente empírica, o feixe aparentemente apresentava boa homogeneidade. Isso porque não surgiu nenhum ponto com coloração muito mais escura no filme, o que caracterizaria a existência de locais com maior concentração de feixe, onde a densidade de corrente do feixe é muito maior que outras regiões de área irradiada, denominados "pontos quentes".

Uma vez comprovado o alinhamento e uma aparente homogeneidade do feixe, passou-se ao método de investigação que permitisse quantificar o grau de homogeneidade existente nesse feixe prótons.

A construção da flange de alumínio, com os sete orifícios de diâmetros iguais a 1,5 mm, foi uma maneira bem prática e funcional de isolar pontos distintos na área irradiada por um mesmo feixe de prótons e ao mesmo tempo. Do ponto de vista de caracterização de feixe, isto foi muito importante, pois foram obtidos dados comparativos com parâmetros operacionais do ciclotron exatamente iguais para todos eles. Este fato contribuiu na precisão da própria análise, uma vez que, a qualidade do feixe é fator essencial ao sucesso na aplicação da técnica de desgaste.

Para avaliar o grau de homogeneidade de feixe produzido pelo ciclotron CV-28, foi escolhido o Cu (cobre) por ser um dos materiais mais utilizados na caracterização de feixe de prótons. Ele possui seções de choque bastante conhecidas e estudadas, estando bem estabelecidas em diversas citações bibliográficas⁴⁰. Inclusive, é possível relacionar os valores de atividade dos radioisótopos formados com a energia dos prótons incidentes.

Na irradiação de cobre natural com prótons de 24 MeV são produzidos os radionuclídeos ^{62}Zn , ^{63}Zn e ^{65}Zn , sendo que na avaliação da homogeneidade foram seguidos apenas os fotopicos referentes ao ^{62}Zn e ^{65}Zn , respectivamente.

Na tabela 6.1.1 são mostradas as reações nucleares que dão origem a esses radionuclídeos, suas respectivas meias-vidas e seus fotopicos correspondentes.

Tabela 6.1.1 – Reações de prótons de 24 MeV em cobre natural.

Reação nuclear	Radionuclídeo formado	Meia-vida ($T_{1/2}$)	Energia dos fotopicos (keV)
$^{63}\text{Cu} (p, 2n) ^{62}\text{Zn}$	^{62}Zn	9,257 horas	548.32 596.60
$^{63}\text{Cu} (p, n) ^{63}\text{Zn}$	^{63}Zn	38 minutos	670 962
$^{65}\text{Cu} (p, n) ^{65}\text{Zn}$	^{65}Zn	5856 horas	1115,55

A amostra irradiada não foi medida logo após o término da irradiação, porque a atividade presente era grande, impossibilitando determiná-la por espectrometria gama. Esse nível de atividade alta ocorreu, pois os tempos de irradiações foram suficientemente grandes para garantir uma distribuição média de corrente razoável ao longo da área irradiada, em função de variações no feixe, principalmente devido a oscilações da voltagem do defletor eletrostático. Em função dessa restrição, a atividade de ^{63}Zn não foi medida.

Portanto, esperou-se o decaimento radioativo do ^{63}Zn , que é um radionuclídeo de meia-vida curta, para que as atividades de ^{62}Zn e de ^{65}Zn atingissem um nível conveniente para as medições em função da obtenção de um “tempo morto” adequado às medições.

Antes de medir as atividades, as sete áreas de cada uma das folhas de Cu ativadas (com correntes de 1 μA e 10 μA), foram separadas e numeradas para que não ocorressem trocas em relação à posição de irradiação. Cada uma delas foi medida isoladamente num detector de Ge-hiperpuro, acompanhando-se em todas elas, as atividades dos fotopicos de interesse (^{62}Zn e ^{65}Zn).

Na figura 6.1.1, a título ilustrativo, mostra-se uma fração do espectro- γ obtido no detector de Ge-hiperpuro, onde são apresentadas as transições- γ destes dois

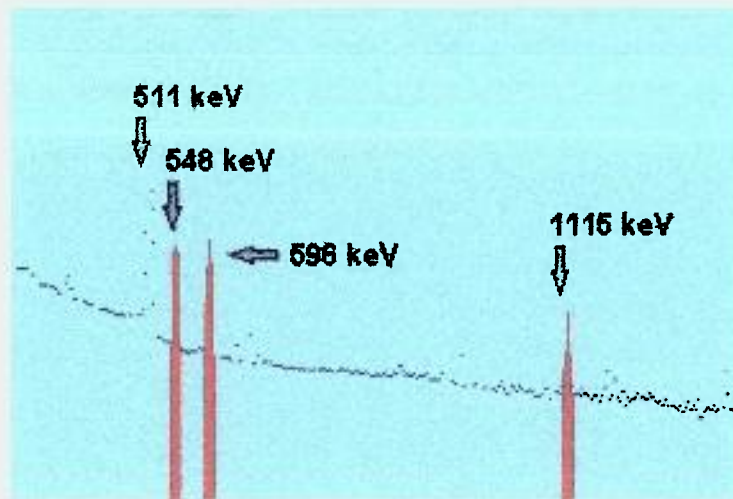


Figura 6.1.1 – Espectro- γ parcial obtido no detector de Ge-hiperpuro, onde são mostrados os fotopicos dos radionuclídeos ^{62}Zn e ^{65}Zn .

O ponto número 7, mostrado na figura 5.2.2.2 do capítulo anterior, por estar posicionado no centro da amostra e equidistante dos demais pontos (1, 2, 3, 4, 5, 6), foi tomado como referência para a normalização e a distribuição dos dados. As atividades de ^{62}Zn e ^{65}Zn determinadas no ponto 7 foram consideradas padrões, atribuindo-lhes o valor de 100%. A partir daí, os demais pontos foram calculados em função dele, fornecendo os valores percentuais nas sete áreas ativadas para as folhas de Cu. A figura 6.1.2 mostra o resultado final, cujas porcentagens apresentadas representam os valores normalizados em relação ao ponto central, sendo que cada um desses valores é a média das atividades medidas, referentes aos fotopicos de energia de 548, 596 e 1115 keV. Nela, pode-se visualizar a distribuição percentual da homogeneidade do feixe de prótons ao longo das amostras irradiadas com correntes nominais de 1 μA e 10 μA respectivamente.

A figura 6.1.2 mostra a distribuição para uma irradiação com prótons de 24 MeV, com corrente média de 0,87 μA , durante 69 minutos (dose 1 μAh). Com o feixe desfocalizado, em cada setor independente a corrente foi de 0,4 μA . Os valores indicados apresentaram uma homogeneidade de feixe que variou em torno de 20%, com uma determinada tendência de apresentar menor intensidade na parte inferior. Esta tendência acentua-se quando a irradiação foi realizada com correntes de feixe maiores. Quando trabalhou-se com uma corrente de feixe média de 7,6 μA , durante 33 minutos (dose 4,2 μAh), nota-se que existe um fator de 2 entre o ponto mais ativo e o menos da amostra, evidenciado na parte inferior da área irradiada. Assim, como ocorreu na irradiação com

uma determinada tendência de apresentar menor intensidade na parte inferior. Esta tendência acentua-se quando a irradiação foi realizada com correntes de feixe maiores. Quando trabalhou-se com uma corrente de feixe média de $7,6 \mu\text{A}$, durante 33 minutos (dose $4,2 \mu\text{Ah}$), nota-se que existe um fator de 2 entre o ponto mais ativo e o menos da amostra, evidenciado na parte inferior da área irradiada. Assim, como ocorreu na irradiação com baixa corrente, aqui também, a corrente em cada setor independente foi de aproximadamente $0,4 \mu\text{A}$. Esse decréscimo de corrente na parte periférica do alvo já era esperado, pois o aumento da faixa de corrente torna o feixe mais focalizado, fazendo com que atinja com maior intensidade a região central do alvo.

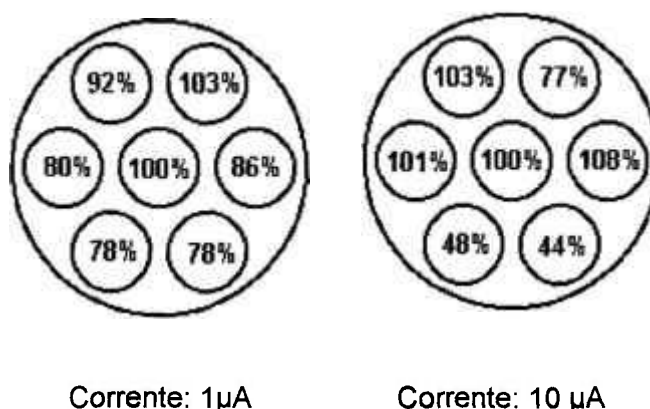
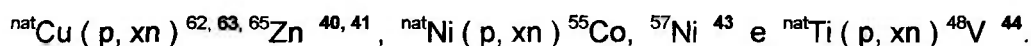


Figura 6.1.2 – Distribuição percentual das atividades induzidas nas duas folhas de Cu ativadas com correntes nominais de $1 \mu\text{A}$ e $10 \mu\text{A}$ respectivamente.

6.2 – ENERGIA DO FEIXE DE PRÓTONS PRODUZIDO PELO CÍCLOTRON CV-28

Para a estimativa da energia de um feixe de partículas carregadas produzidas por um ciclotron três técnicas independentes podem ser utilizadas: medidas do poder de freamento, da ativação através de reações monitoras e do tempo de vôo ⁴². As análises do poder de freamento e do tempo de vôo necessitam de arranjos experimentais sofisticados, de custos inevitavelmente elevados. Já, no caso da ativação através de reações monitoras é a mais simples, sendo freqüentemente usada nos experimentos que

determinam funções de excitação de reações nucleares. Para prótons na faixa de energia do ciclotron CV-28 do IPEN, 24 MeV, as reações mais empregadas são:



No caso do presente trabalho, a avaliação da energia foi feita por análise de ativação através de reações monitoras de próton em cobre natural por dois métodos distintos, descritos por Kopecký⁴⁰ e por Piel et al⁴¹, respectivamente.

No primeiro⁴⁰, a energia média do feixe incidente na folha de cobre foi determinada comparando-se a razão entre as atividades induzidas de ⁶²Zn e ⁶⁵Zn produzidas simultaneamente com suas seções de choque de referência, obtidas a partir da técnica de empilhamento, é dada por:

$$\sum_i k_i E^i = \frac{A_{62} * T_{1/2}({}^{62}\text{Zn})}{A_{65} * T_{1/2}({}^{65}\text{Zn})} \quad i=0-3$$

Onde E é a energia média na folha de cobre, A_{62} e A_{65} são as respectivas atividades de ⁶²Zn e ⁶⁵Zn corrigidas para o final da irradiação, $T_{1/2}$ as meias-vidas e os k_i são parâmetros do polinômio, determinados experimentalmente por Kopecký⁴⁰ pelo ajuste do gráfico das seções de choque de referência em função da energia do próton.

Numa primeira irradiação, com duração de 9 minutos e uma corrente média de 1,1 μA numa folha de cobre de 50 μm de espessura, obteve-se ao final da irradiação, atividades de ⁶²Zn e ⁶⁵Zn de $2,099 \times 10^6$ Bq e 791,43 Bq, respectivamente. Estes valores fornecem uma energia média na folha de cobre de 22,3 MeV. A frequência de oscilação do campo elétrico utilizado no ciclotron foi de 24,991 MHz. Portanto, a energia fornecida pelo ciclotron CV-28, isto é, a incidente na folha de cobre, para este valor de frequência do campo elétrico foi de 22,5 MeV.

Em uma segunda avaliação, utilizando os mesmos valores de frequência do campo elétrico, porém, com tempo de irradiação de 160 minutos e corrente média de 1,12 μA numa folha de cobre de 5 μm de espessura, obteve-se ao final da irradiação, atividades de $1,074 \times 10^6$ Bq e 384,35 Bq para os radioisótopos ⁶²Zn e ⁶⁵Zn, respectivamente.

Estas atividades levam a uma energia média incidente foi de 22,6 MeV. Como a folha de cobre usada tem uma espessura de apenas 5 μm , praticamente não ocorre uma degradação do feixe de prótons, portanto, pode-se considerar este valor como a própria energia incidente na folha. Ao comparar-se este dado com o valor de 22,5 MeV, nota-se que existe boa concordância de valores.

No segundo método, descrito por Piel et al ⁴¹, a determinação da energia incidente foi feita através das reações monitoras: ${}^{63}\text{Cu} (p, n) {}^{63}\text{Zn}$ e ${}^{63}\text{Cu} (p, 2n) {}^{62}\text{Zn}$. Como os limiares destas reações são diferentes, a razão entre as seções de choque desses radionuclídeos sofre alteração, mesmo para pequenas variações de energia incidente de prótons. Para energias menores que 20 MeV, Piel et al ⁴¹ compilaram os dados de literaturas existentes para estas duas reações e relacionaram as razões das suas seções de choque ($\sigma {}^{63}\text{Cu} (p, 2n) {}^{62}\text{Zn} / \sigma {}^{63}\text{Cu} (p, n) {}^{63}\text{Zn}$) com a energia.

As razões das seções de choque foram obtidas segundo a relação:

$$\frac{\sigma(p,2n)}{\sigma(p,n)} = \frac{A_{62}(1 - e^{-\lambda_{63}t})}{A_{63}(1 - e^{-\lambda_{62}t})}$$

onde:

- A_{62} e A_{63} são, respectivamente, as atividades de ${}^{62}\text{Zn}$ e ${}^{63}\text{Zn}$, corrigidas para o final da irradiação.
- λ_{62} e λ_{63} são as constantes de decaimento radioativo do ${}^{62}\text{Zn}$ e do ${}^{63}\text{Zn}$.
- t é o tempo de irradiação.

As atividades foram determinadas analisando-se as amostras em um detector de Ge-hiperpuro e utilizando os parâmetros citados anteriormente na tabela 6.1.1.

Como neste método a compilação dos dados bibliográficos foi feita para energias menores que 20 MeV, a utilização dos degradadores de energia se fez necessário para que a energia média nas duas últimas folhas de cobre, estivessem dentro da faixa compreendida pela curva construída por Piel, da relação entre a razão das seções de choque e a energia da partícula, uma vez que, pelo método anterior a energia medida do ciclotron CV-28 foi de 22,6 MeV, superando o estabelecido por este

trabalho tomado como referência. Na figura 6.2.1 podem ser visualizados os dados obtidos no presente trabalho sobre a curva obtida a partir dessa relação, e que ao mesmo tempo apresenta uma extrapolação gráfica, que foi construída em função da análise dos dados experimentais obtidos a partir da primeira folha de cobre, correspondente a energia maiores que 20 MeV.

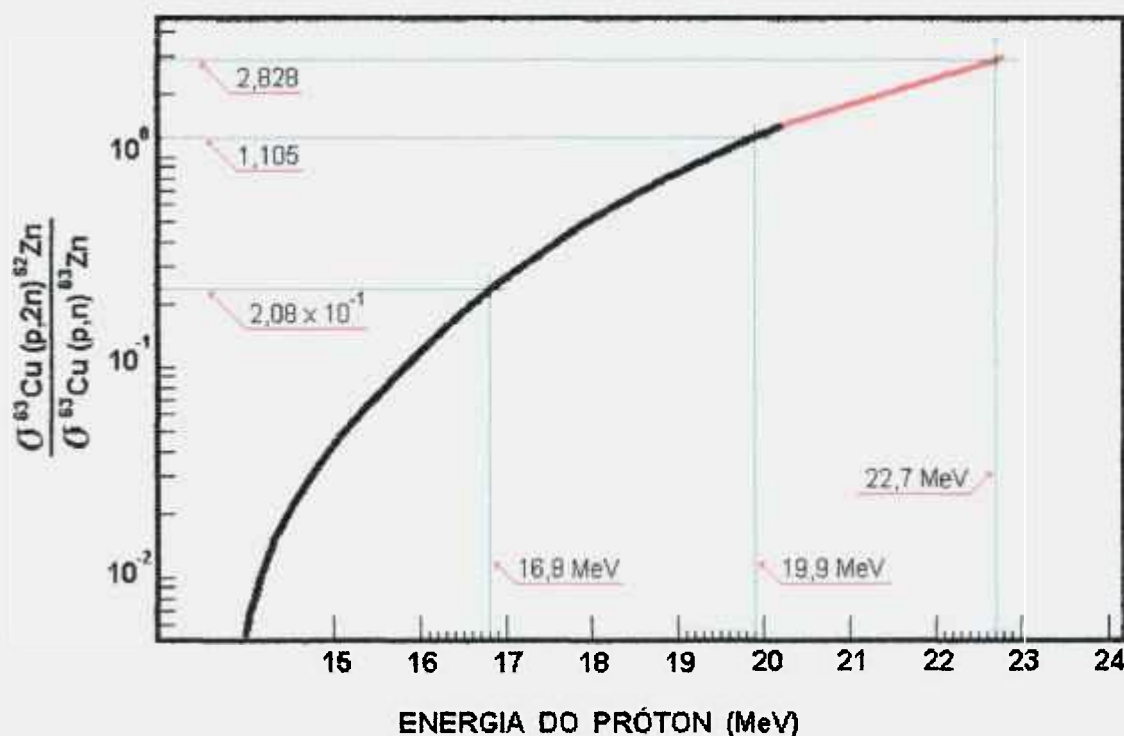


Figura 6.2.1 – Gráfico obtidos por Piel ⁴¹ com os dados obtidos a partir da irradiação de folhas de cobre para analisar a energia do próton produzido no ciclotron CV-28.

A figura 6.2.2 mostra como foi feita a montagem das folhas de cobre com os degradadores de alumínio, conjunto esse, que foi submetido ao feixe de prótons produzidos no ciclotron. Nesta montagem são apresentadas as energias médias obtidas em cada folha de cobre, segundo figura 6.2.1, e as energias incidentes em cada folha do conjunto. Por este método a energia do ciclotron é de 23 MeV, bastante coerente com o resultado obtido pelo outro método.

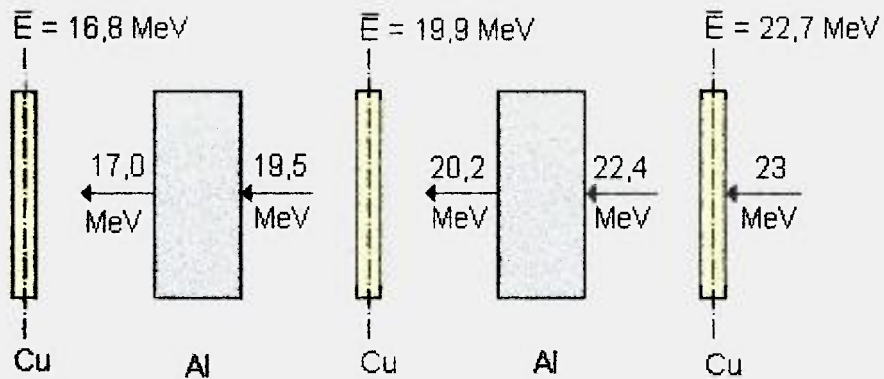


Figura 6.2.2.- Montagem das folhas de cobre com os degradadores de alumínio.

6.3 – ANÁLISE DA ENERGIA DOS PRÓTONS UTILIZADOS NAS IRRADIAÇÕES EM FUNÇÃO DAS REAÇÕES NUCLEARES.

Quando se deseja produzir finas camadas de radionuclídeos inseridas numa faixa superficial de uma peça é preciso conhecer sua constituição química, sua aplicação e que tipo de análise se deseja fazer. O aço inoxidável AISI 316 é um material duro, com boa resistência ao desgaste e a corrosão. Portanto, uma camada ativa da ordem de 100 μm de profundidade é a conveniente para a avaliação de desgaste.

Dados a respeito da energia incidente de prótons em experimentos de desgaste em aço são citadas em algumas referências bibliográficas ^{10, 11, 23}. Na verdade, não existe um valor fixo preestabelecido: o que se tem é uma faixa de energia adequada ao método, a qual varia entre 6 e 13 MeV aproximadamente. Cabe aqui salientar que, os trabalhos tomam o átomo de Ferro (Fe) como precursor da reação nuclear em questão. Isso acontece porque essa investigação é comumente aplicada a equipamentos e máquinas construídas a partir do aço e suas ligas, tais como: motores de automóveis, caminhões, trens, engrenagens, ferramentas de torno, etc. É importante que o radionuclídeo produzido a partir do isótopo estável tenha meia-vida longa e seja produzido em quantidades mensuráveis. A energia mínima de 6 MeV é delimitada justamente pela energia de limiar da reação do próton com o ferro, uma vez que a reação $^{56}\text{Fe} (p, n) ^{56}\text{Co}$ apresenta um valor de 5,4 - 5,6 MeV. Essa energia de limiar

também é denominada de Barreira Coulombiana^{10, 22}. Além disso, no caso do aço e suas ligas, com energias de prótons incidentes menores que 13 MeV, evita-se a formação de vários radioisótopos considerados inconvenientes, reduzindo-se essa quantidade a um patamar adequado.

Essa faixa de energia do próton está relacionada com a curva de excitação do ferro para essa partícula. A figura 6.3.1 mostra tal fato com clareza, onde a probabilidade de ocorrer a reação nuclear é expressa pela seção de choque (σ) em função da energia do próton.

Observa-se que, para energias de prótons abaixo dos 15 MeV é possível produzir o radionuclídeo ^{56}Co sem que ocorra interferência dos demais, produzidos a partir do mesmo elemento (^{56}Fe). Cabe salientar que, para cada tipo de material e partícula, existe uma curva específica, que é fundamental para o desenvolvimento da investigação.

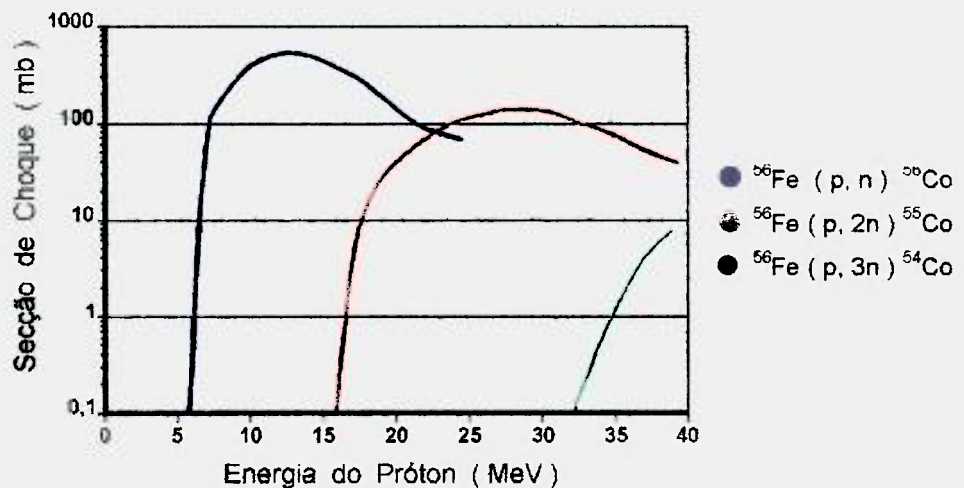


Figura 6.3.1 – Curva de excitação do isótopo de ferro (^{56}Fe) para prótons.

No caso do presente trabalho, a escolha de energia incidente nas amostras foi fixada em termos do material estudado, o aço inoxidável AISI 316. Partindo-se da composição química do aço, citada na tabela 5.2.4.3.1, a tabela 6.3.2 mostra a porcentagem isotópica de cada elemento da liga⁴⁵. Estes isótopos são importantes, pois a partir deles se pode fazer uma análise das reações nucleares possíveis, apresentadas na tabela 6.3.3, no caso para prótons⁴⁶. Nessa tabela podem ser vistas as reações

nucleares, o radioisótopo formado, a respectiva meia-vida e a energia de limiar da reação.

Tabela – 6.3.2 – Composição isotópica dos elementos químicos presentes no aço inoxidável AISI 316 ⁴⁵.

Elemento químico	Isótopo	Porcentagem (%)
Cromo – Cr	⁵⁰ Cr	4,35
	⁵² Cr	83,79
	⁵³ Cr	9,50
	⁵⁴ Cr	2,36
Manganês – Mn	⁵⁵ Mn	100,00
Níquel – Ni	⁵⁸ Ni	68,27
	⁶⁰ Ni	26,10
	⁶¹ Ni	1,13
	⁶² Ni	3,59
	⁶⁴ Ni	0,91
Molibdênio – Mo	⁹² Mo	14,84
	⁹⁴ Mo	9,25
	⁹⁵ Mo	15,92
	⁹⁶ Mo	16,68
	⁹⁷ Mo	9,55
	⁹⁸ Mo	24,13
	¹⁰⁰ Mo	9,63
Carbono – C	¹² C	98,90
	¹³ C	1,10
Ferro – Fe	⁵⁴ Fe	5,82
	⁵⁶ Fe	91,80
	⁵⁷ Fe	2,10
	⁵⁸ Fe	0,28
Fósforo – P	³¹ P	100,00

Com este número extremamente grande radionuclídeos formados, torna-se inconveniente e difícil acompanhar o desgaste por espectrometria gama, seja por sua quantidade, gerando diversos radionuclídeos de meia-vida longa, seja pelo “tempo morto” apresentado nas medidas. Desta maneira, deve-se, à medida do possível, eliminar a maioria das reações, selecionando de preferência, um pico de interesse.

Algumas destas reações possuem energia de limiar maiores que 24 MeV, energia máxima do ciclotron CV-28, sendo portanto, automaticamente eliminadas. Como exemplo desse tipo de reação, tem-se:

- A partir do ^{56}Fe : o ^{52}Fe com limiar de 45,4 MeV.
- A partir do ^{58}Ni : o ^{52}Fe com limiar de 31 MeV.
- A partir do ^{31}P : o ^{28}Mg com limiar de 32,3 MeV e o ^{24}Na com limiar de 42,4 MeV.
- A partir do ^{60}Ni : o ^{54}Mn com limiar de 27,1 MeV e o ^{57}Ni com limiar de 33,1 MeV.

Tabela 6.3.3 – Reações nucleares possíveis com prótons de 24 MeV em aço inoxidável AISI 316 em função dos isótopos presentes.

Reação nuclear	Radioisótopo formado	Meia-vida ($T_{1/2}$)	Energia de limiar (MeV)
$^{52}\text{Cr} (p, n) ^{52}\text{Mn}$	^{52}Mn	5,67 dias	5,6
$^{54}\text{Cr} (p, n) ^{54}\text{Mn}$	^{54}Mn	312,3 dias	2,2
$^{55}\text{Mn} (p, pn) ^{54}\text{Mn}$	^{54}Mn	312,3 dias	11,1
$^{58}\text{Ni} (p, \alpha + p3n) ^{55}\text{Co}$	^{55}Co	17,54 horas	1,39
$^{58}\text{Ni} (p, 2p) ^{57}\text{Co}$	^{57}Co	270,9 dias	8,33
$^{58}\text{Ni} (p, 2p + pn) ^{57}\text{Co}$	^{57}Co	270,9 dias	8,33
$^{58}\text{Ni} (p, p2n) ^{56}\text{Ni}$	^{56}Ni	6,10 dias	22,9
$^{58}\text{Ni} (p, pn + 2n) ^{57}\text{Ni}$	^{57}Ni	36,16 horas	12,4
$^{58}\text{Ni} (p, \alpha 2pn) ^{52}\text{Mn}$	^{52}Mn	5,67 dias	27,8
$^{58}\text{Ni} (p, \alpha p 2n) ^{52}\text{Fe}$	^{52}Fe	8,27 horas	31,0
$^{58}\text{Ni} (p, \alpha pn) ^{53}\text{Fe}$	^{53}Fe	8,51 minutos	20,1
$^{58}\text{Ni} (p, 2pn) ^{56}\text{Co}$	^{56}Co	78,76 dias	19,9
$^{60}\text{Ni} (p, \alpha n) ^{56}\text{Co}$	^{56}Co	78,76 dias	11,8
$^{60}\text{Ni} (p, \alpha) ^{57}\text{Co}$	^{57}Co	270,9 dias	0,268
$^{60}\text{Ni} (p, 2pn) ^{58}\text{Co}$	^{58}Co	70,78 dias	20,3
$^{60}\text{Ni} (p, n) ^{60}\text{Cu}$	^{60}Cu	23,2 minutos	7,02

Reação nuclear	Radioisótopo formado	Meia-vida (T _{1/2})	Energia de limiar (MeV)
$^{60}\text{Ni} (p, \alpha p 2n) ^{54}\text{Mn}$	^{54}Mn	312,3 dias	27,1
$^{60}\text{Ni} (p, p 3n + 4n) ^{57}\text{Ni}$	^{57}Ni	36,16 horas	33,1
$^{60}\text{Ni} (p, \alpha 2n + p 5n) ^{55}\text{Co}$	^{55}Co	17,54 horas	22,1
$^{61}\text{Ni} (p, \alpha) ^{58}\text{Co}$	^{58}Co	70,78 dias	0
$^{62}\text{Ni} (p, 2n) ^{61}\text{Cu}$	^{61}Cu	3,41 horas	13,8
$^{62}\text{Ni} (p, n) ^{62}\text{Cu}$	^{62}Cu	9,74 minutos	4,81
$^{64}\text{Ni} (p, n) ^{64}\text{Cu}$	^{64}Cu	12,71 horas	2,50
$^{64}\text{Ni} (p, \alpha n) ^{60}\text{Co}$	^{60}Co	5,27 anos	8,79
$^{96}\text{Mo} (p, 2n) ^{95m}\text{Tc}$	^{95m}Tc	61 dias	11,8
$^{97}\text{Mo} (p, 2n) ^{96}\text{Tc}$	^{96}Tc	4,28 dias	6,07
$^{98}\text{Mo} (p, 2n) ^{97m}\text{Tc}$	^{97m}Tc	87 dias	9,94
$^{12}\text{C} (p, pn) ^{11}\text{C}$	^{56}Co	78,76 dias	5,49
$^{13}\text{C} (p, n) ^{13}\text{N}$	^{57}Co	270,9 dias	1,67
$^{56}\text{Fe} (p, \alpha n) ^{52}\text{Mn}$	^{52}Mn	5,67 dias	13,3
$^{56}\text{Fe} (p, 2pn) ^{54}\text{Mn}$	^{54}Mn	312,3 dias	20,8
$^{56}\text{Fe} (p, \alpha pn) ^{51}\text{Cr}$	^{51}Cr	27,7 dias	20,0
$^{56}\text{Fe} (p, 2pn) ^{52}\text{Fe}$	^{52}Fe	8,28 horas	45,4
$^{56}\text{Fe} (p, pn) ^{55}\text{Fe}$	^{55}Fe	2,72 anos	11,4
$^{56}\text{Fe} (p, 2n) ^{55}\text{Co}$	^{55}Co	17,54 horas	15,9
$^{56}\text{Fe} (p, n) ^{56}\text{Co}$	^{56}Co	78,76 dias	5,49
$^{57}\text{Fe} (p, n) ^{57}\text{Co}$	^{57}Co	270,9 dias	1,67
$^{58}\text{Fe} (p, n) ^{58}\text{Co}$	^{58}Co	70,78 dias	3,14
$^{31}\text{P} (p, 4p) ^{28}\text{Mg}$	^{28}Mg	20,93 horas	32,3
$^{31}\text{P} (p, \alpha 3pn) ^{24}\text{Na}$	^{24}Na	15,03 horas	42,4

Assim, optou-se por uma energia de prótons incidentes nas amostras de 8 MeV, pelos seguintes motivos:

- a) A espessura ativada foi de aproximadamente 170 μm , a qual é adequada para análise de desgaste.
- b) Diversas reações possuem energia de limiar acima deste valor. Desta maneira, a formação de diversos radioisótopos foi evitada, restringindo-se o número de reações possíveis, não prejudicando a análise por espectrometria gama. Como exemplos, pode-se citar:
 - A partir do ^{56}Fe : o ^{54}Mn com limiar de 20,8 MeV, ^{52}Mn com limiar de 13,3 MeV, o ^{55}Fe com limiar de 11,4 MeV, o ^{51}Cr com limiar de 20 MeV e ^{55}Co com limiar de 15,9 MeV.
 - A partir do ^{58}Ni : o ^{56}Ni com limiar de 22,9 MeV, o ^{56}Co com limiar de 19,9 MeV e ^{57}Ni com limiar de 12,4 MeV.
 - A partir do ^{60}Ni : o ^{55}Co com limiar de 22,1 MeV.

Além desse fato, o número de radioisótopos presentes na análise de desgaste pode ser reduzido ainda mais, em função das meias-vidas curtas de alguns deles, sendo eliminados por decaimento radioativo. Como exemplos desse caso, têm-se:

- A partir do ^{58}Ni : o ^{55}Co com meia-vida de 17,54 horas.
- A partir do ^{60}Ni : o ^{60}Cu com meia-vida de 23,2 minutos.
- A partir do ^{62}Ni : o ^{62}Cu com meia-vida de 9,74 minutos.

Finalmente, alguns radioisótopos formados podem ser desprezados pela quantidade formada, em função da baixa porcentagem do elemento químico (que gera a reação) presente na liga ou pelo baixo rendimento de reação. Suas atividades são tão pequenas que não é possível distingui-los do *background*. Como exemplo, têm-se: $^{95\text{m}}\text{Tc}$, ^{96}Tc , $^{97\text{m}}\text{Tc}$, ^{60}Co e ^{54}Mn .

O elemento químico metálico presente em maior quantidade no aço inoxidável AISI 316 é o ferro, em seguida vem o cromo e logo após o níquel. Unindo-se esses dados aos das tabelas 6.3.2 e 6.3.3, mostradas anteriormente, e adicionando-se às duas condições citadas, a energia incidente de 8 MeV e um período de espera

de 7 a 10 dias para as medições, os radionuclídeos que permanecem na amostra para as medidas são: ^{52}Mn , ^{56}Co , ^{57}Co e ^{58}Co . Os demais remanescentes que podem se formar, possuem as atividades extremamente pequenas e possivelmente não devem interferir na análise do espectro desses citados. A tabela 6.3.4 mostra as reações nucleares principais que dão origem a estes quatro radionuclídeos.

Tabela 6.3.4 – Reações nucleares principais que formam os radionuclídeos ^{52}Mn , ^{56}Co , ^{57}Co e ^{58}Co .

Reação nuclear	Radioisótopo formado	Energia de limiar (MeV)
$^{52}\text{Cr} (p, n) ^{52}\text{Mn}$	^{52}Mn	5,6
$^{58}\text{Ni} (p, 2p) ^{57}\text{Co}$	^{57}Co	8,33
$^{60}\text{Ni} (p, \alpha) ^{57}\text{Co}$	^{57}Co	0,268
$^{58}\text{Ni} (p, 2p + pn) ^{57}\text{Co}$	^{57}Co	8,33
$^{61}\text{Ni} (p, \alpha) ^{58}\text{Co}$	^{58}Co	0
$^{56}\text{Fe} (p, n) ^{56}\text{Co}$	^{56}Co	5,49
$^{57}\text{Fe} (p, n) ^{57}\text{Co}$	^{57}Co	1,67
$^{58}\text{Fe} (p, n) ^{58}\text{Co}$	^{58}Co	3,14

Desta maneira, de todos os radionuclídeos formados, somente esses quatro, foram propositalmente selecionados para a análise de desgaste e, como veremos mais adiante, o ^{56}Co foi o radionuclídeo mais conveniente para este tipo de amostra.

6.4 – ATIVAÇÃO DAS FOLHAS DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316

As folhas de aço inoxidável AISI 316 foram irradiadas com três objetivos principais:

- 1) Obter uma curva de calibração para esse material, isto é, um gráfico correlacionando a Atividade com a Espessura Irradiada.

- 2) Verificar qual seria o alcance dos prótons nesse material em função de sua energia.
- 3) Servir como referência na simulação de desgaste superficial de finas camadas sucessivas numa peça irradiada, onde cada folha representasse a espessura removida durante o processo de desgaste numa situação real.

Para que se pudesse realizar a medida de atividade em cada folha do conjunto, procurou-se eliminar ao máximo a presença de radionuclídeos interferentes após a irradiação. Conforme citado anteriormente, as folhas de aço inox ativadas ficaram armazenadas por um período de aproximadamente uma semana, para que os radionuclídeos de meia-vida curta fossem eliminados por decaimento radioativo. Como os radionuclídeos acompanhados possuem meia-vida bem mais longa, quando comparados a esses, não houve problema algum em usar esse parâmetro como fator seletivo de radionuclídeos nas amostras.

Quando foram executadas as primeiras medidas, houve a necessidade de identificar as transições- γ com suas respectivas energias para cada um dos radionuclídeos presentes. Depois de identificados, optou-se pela transição gama de maior intensidade para cada um deles. Isso foi feito utilizando-se um multicanal analisador acoplado ao detector de Ge-hiperpuro. Ao executar as medidas das atividades nas folhas de aço inox, identificou-se os fotopicos dos seguintes radionuclídeos: ^{52}Mn , ^{56}Co , ^{57}Co e ^{58}Co , comprovando a citação anterior. As atividades destes radionuclídeos foram acompanhadas e quantificadas em todas as folhas do conjunto. Com a obtenção desses dados, foi possível elaborar uma curva de Atividade Relativa (%) em função da espessura do material (μm), para cada radionuclídeo identificado.

A tabela 6.4.1 reapresenta as principais reações precursoras desses radionuclídeos, com seus fotopicos de maior porcentagem de desintegração e respectivas meias-vidas.

Tabela 6.4.1 – Dados referentes aos radionuclídeos ^{52}Mn , ^{56}Co , ^{57}Co e ^{58}Co , produzidos pela ativação com prótons.

Reação nuclear	Radionuclídeo formado	Energia do maior fotopico (keV)	Meia-vida (T1/2) Dias	desintegração do fotopico %
$^{52}\text{Cr} (p , n) ^{52}\text{Mn}$	^{52}Mn	744	5,67	90,6
$^{56}\text{Fe} (p , n) ^{56}\text{Co}$	^{56}Co	847	78,76	99,9
$^{58}\text{Ni} (p , 2p) ^{57}\text{Co}$ $^{60}\text{Ni} (p , \alpha) ^{57}\text{Co}$ $^{58}\text{Ni} (p , 2p + pn) ^{57}\text{Co}$ $^{57}\text{Fe} (p , n) ^{57}\text{Co}$	^{57}Co	121	270,9	85,6
$^{61}\text{Ni} (p , \alpha) ^{58}\text{Co}$ $^{58}\text{Fe} (p , n) ^{58}\text{Co}$	^{58}Co	811	70,78	99,4

Na figura 6.4.1, pode-se visualizar as curvas obtidas para os quatro radionuclídeos (^{52}Mn , ^{56}Co , ^{57}Co e ^{58}Co) a partir das medidas executadas com o detector de Ge-hiperpuro. O gráfico obtido com base nos resultados experimentais é bastante semelhante aos citados em algumas referências bibliográficas ^{11, 22, 24}. Pode-se notar que as curvas dos radionuclídeos mostrados no gráfico da figura 6.4.1 demonstram uma correlação bem definida existente entre a atividade induzida e a espessura do material.

A figura 6.4.1 obtida a partir da medida das atividades presentes nas folhas de aço inox, está baseada no decréscimo da atividade da região irradiada em função da espessura removida do material ³¹. As curvas de calibração obtidas podem ser escritas por:

$$AR\% = \frac{Ae^{(\lambda t)}}{A_0} * 100 = f(x)$$

A : atividade da região irradiada após a remoção das camadas superficiais.

A_0 : atividade total da região irradiada.

X : camada removida.

λ : constante de desintegração do radionuclídeo.

t : tempo transcorrido entre a medida de A_0 e **A**.

Assim, a relação estabelecida entre $AR\% = f(x)$, da figura 6.4.1, é dada na forma de curva de calibração.

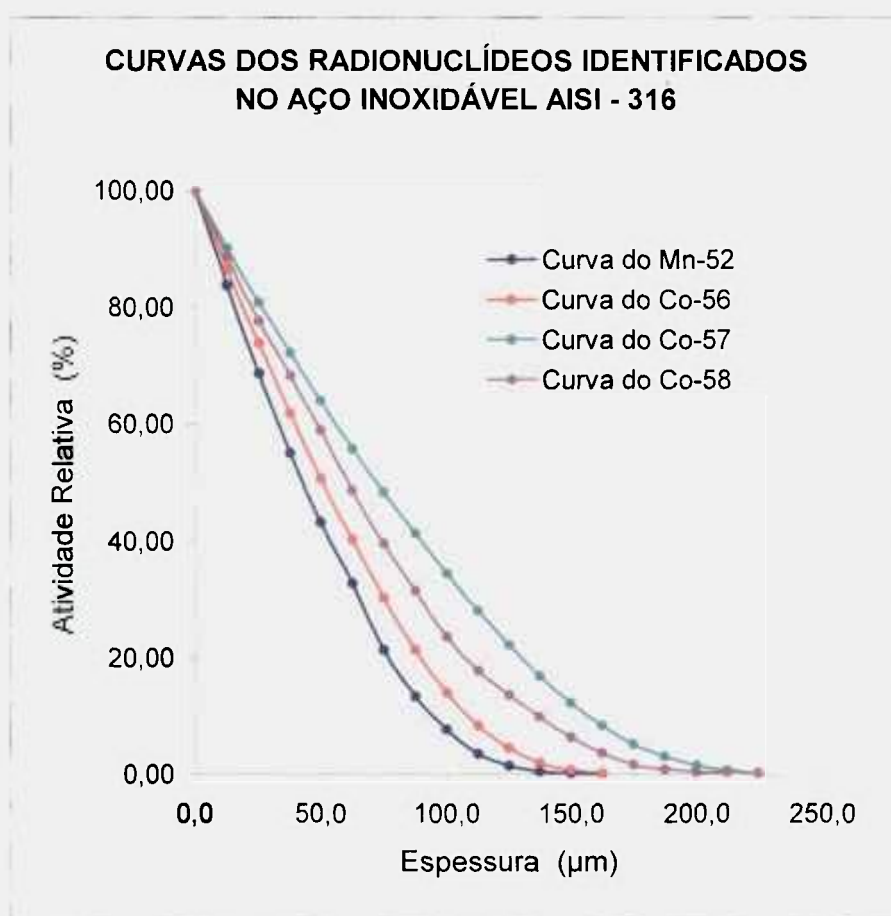


Figura 6.4.1 – Curva obtida a partir dos fotopicos referentes ao ^{52}Mn , ^{56}Co , ^{57}Co e ^{58}Co , medidos num detector de Ge-hiperpuro.

6.5 – CURVA DE CALIBRAÇÃO

6.5 – CURVA DE CALIBRAÇÃO

As curvas obtidas a partir das medidas das folhas de aço inox, e apresentadas na figura 6.4.1, demonstram que qualquer uma das quatro poderia ser utilizada como uma curva de calibração, pois todas podem, a princípio, estabelecer uma relação entre a atividade medida e a espessura ativada do material.

Numa primeira avaliação, elimina-se a curva do ^{52}Mn , pois este radionuclídeo possui uma meia-vida curta, quando comparada aos demais. Sendo assim, mostra-se não conveniente para essa análise, principalmente se houver necessidade de realizá-la em vários intervalos de tempo por um período mais prolongado.

Quando se analisa os dados com os referentes à curva de excitação e à composição percentual do ferro no material, verifica-se que o ^{56}Co destaca-se dos demais radionuclídeos, pois para a faixa de energia de 8 MeV possui uma boa seção de choque para a reação ($^{56}\text{Fe} (p, n) ^{56}\text{Co}$), a qual se situa em torno de 200 mbarns, como foi observado na figura 6.3.1.

Fazendo-se uma última comparação entre as três curvas restantes, pode-se observar que a curva do ^{56}Co possui maior variação de atividade em função da profundidade ativada. Além disso, ao se fazer um cálculo do rendimento em função da faixa de energia de próton usada verifica-se que a atividade produzida de ^{56}Co é cerca de trezentas vezes maior que os radionuclídeos ^{57}Co e ^{58}Co , sendo mais conveniente medi-lo e identifica-lo do que os outros dois. As atividades de ^{57}Co e ^{58}Co medidas nas folhas foram baixas, prejudicando, principalmente, as medidas das últimas folhas, cuja intensidade praticamente se confundia com o *background*. Assim, as folhas correspondentes às profundidades superiores a 200 μm , não forneceram dados confiáveis, pois o grau de incerteza da atividade medida é grande e não devem ser levadas em consideração.

Por essas razões o radionuclídeo ^{56}Co possui as características mais adequadas à faixa de análise de interesse do trabalho, meia-vida de 78,76 dias e rendimento de produção conveniente. Sendo assim, optou-se por considera-lo como

desgaste, espessuras menores que 80 – 100 μm , nota-se que é possível fazer uma segunda aproximação a uma função linear, tornando-se mais conveniente a uma aplicação prática, pois a variação de atividade é diretamente proporcional à variação de espessura num processo de desgaste ocorrido. Tal fato pode ser observado na figura 6.5.2, onde é apresentado o gráfico da curva ajustada a uma função linear para a região de interesse.

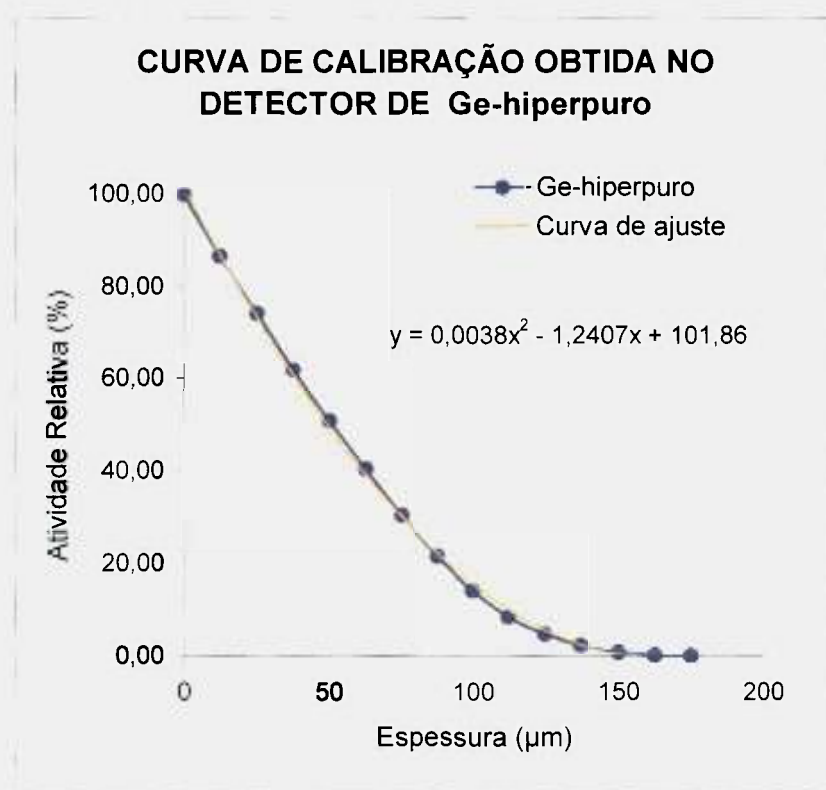


Figura 6.5.1. – Curva de calibração do ^{56}Co obtida no detector de Ge-hiperpuro, com a curva de tendência e respectiva equação representativa.

Por exemplo, pode-se supor que, para uma perda de 25 μm na espessura de uma peça obtém-se um percentual de 75% da atividade inicial medida.

No caso do ^{56}Co foi possível detectar atividades mensuráveis até a 14^a folha do conjunto, correspondendo, portanto, a 175 μm (cabe lembrar que cada folha possuía 12,5 μm). Considerando que o degradador de energia usado era de 2000 μm de alumínio e utilizando tabelas de penetração de prótons em alumínio e aço inox³⁸, chega-se a uma

energia incidente de aproximadamente 23 MeV, valor que concorda com o obtido na avaliação da energia efetuada com reações monitoras de cobre, descritas no item 6.2.

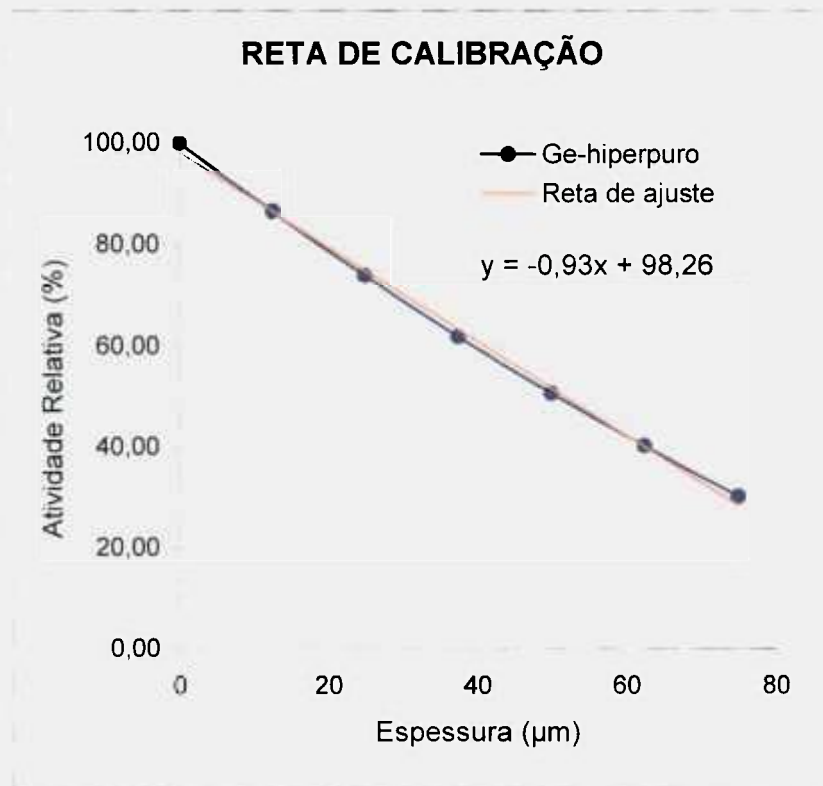


Figura 6.5.2 – Linearização da curva de calibração do ^{56}Co para espessuras menores que 80 µm obtida no detector de Ge-hiperpuro.

Uma vez definido o radionuclídeo a ser acompanhado, no caso o ^{56}Co , e sua respectiva transição gama, dada às suas características específicas, somente este radionuclídeo foi analisado com um detector de NaI(Tl), sendo feita sua comparação com a curva obtida com o detector de Ge-hiperpuro. Isto se mostrou necessário, pois detectores de NaI(Tl) podem ser confeccionados como sondas portáteis, sendo convenientes para instalação em medições de desgaste de equipamentos. Além disto, como numa situação real sempre existe obstáculos físicos entre a peça de interesse e o detector, foram feitas simulações colocando-se anteparos metálicos entre as folhas e o detector de NaI(Tl).

Como havia necessidade de comprovar se as cápsulas em aço inoxidável AISI 316, fabricadas para servirem de anteparo trariam algum tipo de interferência, foram

elaboradas duas curvas, medindo-se a atividade das folhas de aço inox do conjunto previamente ativado, o mesmo usado nas determinações com o detector de Ge-hiperpuro. Assim, fez-se primeiro uma série de medidas sem a utilização das cápsulas metálicas e outra, utilizando-as. As curvas obtidas são mostradas na figura 6.5.3.

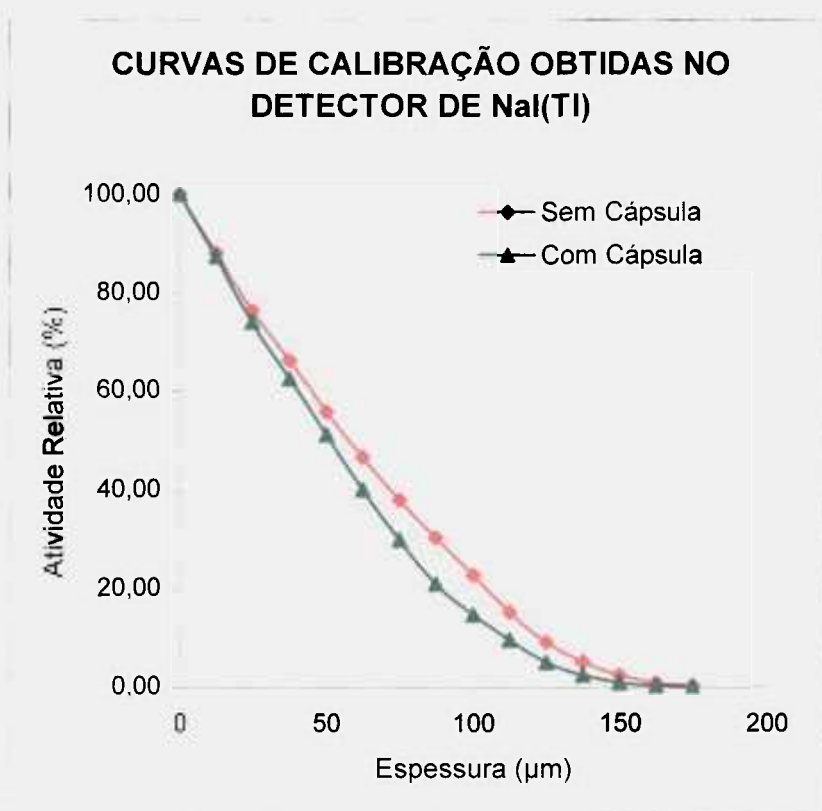


Figura 6.5.3 – Curvas obtidas através da medida das folhas de aço inoxidável AISI 316 com o detector de NaI(Tl), com e sem as cápsulas metálicas entre as folhas e o detector.

Como pode se notar, existe uma diferença não muito acentuada entre as características das curvas, principalmente para a faixa de espessura de até uns 40 μm , onde o desvio entre elas situa-se num valor próximo de 5%. Porém, conforme vai aumentando os valores de espessura, existe a tendência de crescimento do valor de desvio, o qual na faixa dos 80 μm é de aproximadamente 24%. Mesmo assim, esses valores não são discrepantes a ponto de impedir uma comparação entre elas.

Como pode se notar, existe uma diferença não muito acentuada entre as características das curvas, principalmente para a faixa de espessura de até uns 40 μm , onde o desvio entre elas situa-se num valor próximo de 5%. Porém, conforme vai aumentando os valores de espessura, existe a tendência de crescimento do valor de desvio, o qual na faixa dos 80 μm é de aproximadamente 24%. Mesmo assim, esses valores não são discrepantes a ponto de impedir uma comparação entre elas.

Finalmente, para saber se seria possível utilizar um detector de NaI(Tl) nas medidas de desgaste com as cápsulas de aço inox, era preciso comparar as curvas obtidas com a curva de calibração obtida com a do detector de Ge-hiperpuro, conveniente para discriminação e análise de intensidade dos fotonicos. Embora houvesse diversas disparidades entre eles, pois se tratavam de equipamentos com arranjos físicos diferentes, procurou-se, à medida do possível, ter-se parâmetros próximos nas investigações. Na figura 6.5.4 são mostradas as curvas obtidas com o detector de NaI(Tl), sem a utilização e com utilização das cápsulas metálicas, sobrepostas à curva elaborada com o detector de Ge-hiperpuro.

Analisando-se as curvas da figura 6.5.4, observa-se que a curva obtida com o detector de NaI(Tl), utilizando as cápsulas metálicas, possui praticamente as mesmas características da curva obtida com o detector de Ge-hiperpuro. Já, a curva sem a utilização das cápsulas apresenta diferenças, principalmente quando a espessura atinge o patamar dos 80 μm . Porém, como o interesse está voltado à curva com utilização das cápsulas metálicas, deu-se ênfase a ela. A figura 6.5.5 apresenta um ajuste da curva obtida num detector de NaI(Tl) à uma função linear para a faixa menores que 100 μm , assim como foi feito com a curva de calibração obtida com o detector de Ge-hiperpuro.

A identificação de alguma mudança na característica da curva de calibração pode constituir num fator que dificulte sua utilização nos moldes preestabelecidos, criando a necessidade de se estudar alterações no processo de análise de desgaste que permita adequá-la às condições experimentais existentes, sem alterações dos parâmetros operacionais ditados pelo próprio equipamento ou peça testada ou, no pior dos casos, a inviabilidade de aplicação da técnica. Porém, ficou comprovado que é perfeitamente possível utilizar o detector de NaI(Tl) com as cápsulas metálicas na elaboração de uma curva de calibração, conseqüentemente, seu uso a uma aplicação prática de desgaste.

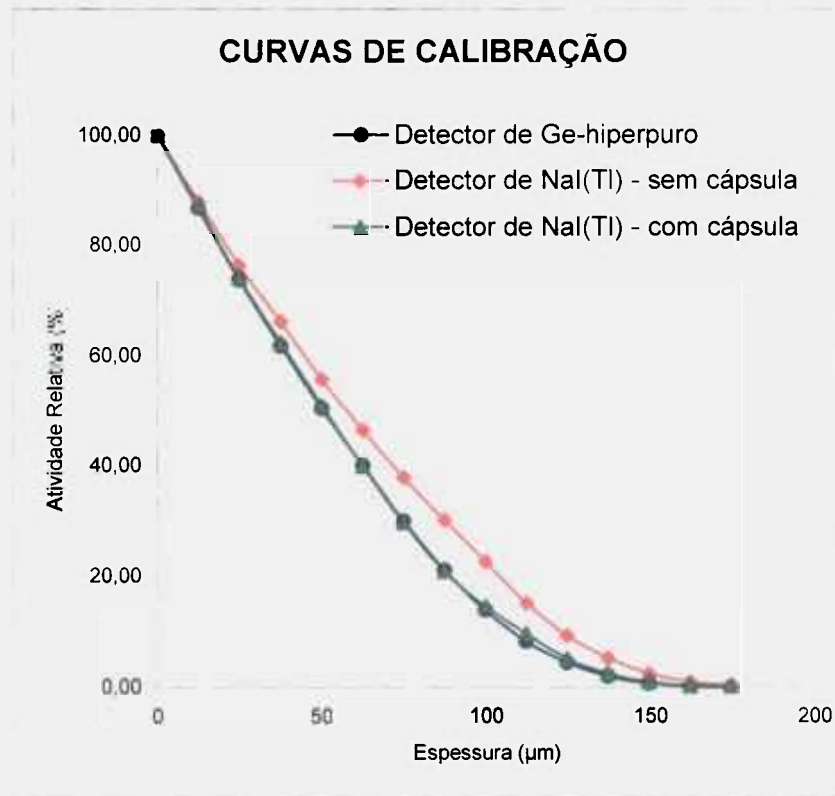


Figura 6.5.4 – Curvas obtidas nos detectores de NaI(Tl) e Ge-hiperpuro com o conjunto de folhas de aço inox.

A opção pelo detector de NaI(Tl) justifica-se, à medida que se deve buscar um arranjo experimental de maior simplicidade e robustez possíveis. Nesse caso específico, um conjunto que possa ser adaptado a um trabalho de campo sem sofrer danos. Como esses detectores podem ser fabricados na forma de sondas portáteis, podem ser fixados em alguma parte do equipamento onde se deseje realizar medidas de desgaste, com medições diretas, sem maiores problemas ou inconvenientes de um detector de Ge-hiperpuro. Isto é relevante, pois um detector de Ge-hiperpuro é equipamento de manuseio delicado e complicado, em função de suas características e especificações técnicas.

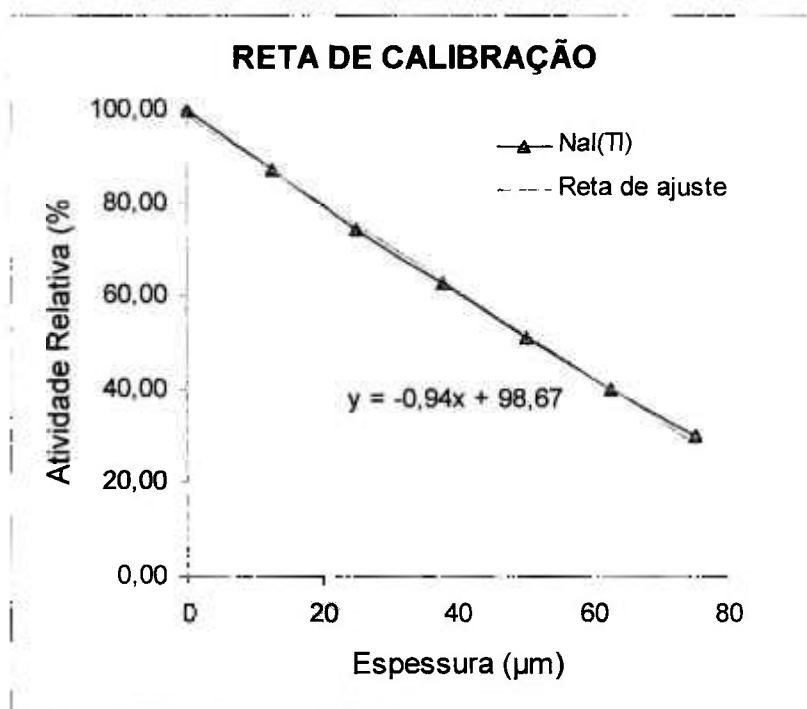


Figura 6.5.5 – Linearização da curva de calibração do ^{56}Co para espessuras menores que 80 μm obtida no detector de NaI(Tl), com as cápsulas metálicas.

Uma última avaliação foi realizada utilizando-se as folhas de aço inox e o detector de NaI(Tl), antes de passar aos ensaios com os blocos irradiados desse metal: a realização de duas formas de medidas de atividades. Na primeira condição de medida, foi feita monitoração individual das folhas do conjunto e, os dados obtidos foram usados na construção de uma curva referencial, já que nesse tipo de procedimento a sensibilidade nas medições é maior, onde cada folha é analisada isoladamente. Isso se deve ao fato de que a atividade detectada é menor e não existe a questão da barreira física, pois as folhas não estão empilhadas, como ocorre na simulação de um bloco maciço. Portanto, não existe a interferência das camadas superiores sobre as inferiores. Esta forma de medição corresponde às curvas de calibração obtidas anteriormente. Na segunda forma de medida, trabalhou-se com o conjunto completo de folhas, onde a geometria é diferente, sendo medida a atividade total. Nesse caso, onde as camadas representadas pelas folhas, que foram retiradas uma a uma, media-se sempre a atividade remanescente no conjunto, de forma a simular um bloco de aço inox sendo submetido de desgaste de camadas de aproximadamente 12 μm . Na figura 6.5.6 podem ser vistos os pontos obtidos nas medidas do conjunto de folhas de aço inox, utilizando o procedimento acima citado, pelas duas formas, com o detector de NaI(Tl).

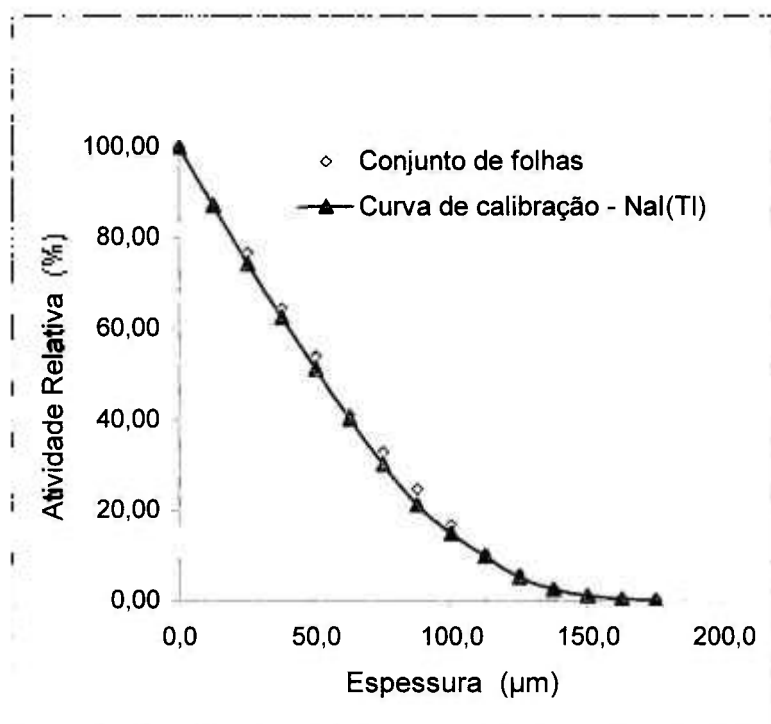


Figura 6.5.6 – Dados obtidos com o conjunto de folhas de aço inoxidável AISI 316, plotados sobre a curva de calibração com o detector de NaI(Tl).

O que se pôde notar é que, embora fossem procedimentos bem diferentes, os resultados foram próximos, ou seja, o desvio da curva obtida com o conjunto foi de aproximadamente 6% em relação à curva obtida a partir das folhas de aço inox, medidas individualmente. Baseado nessa premissa, pode-se afirmar que, as curvas têm praticamente o mesmo perfil. Isso vem reforçar ainda mais que a metodologia pode ser aplicada a peças e componentes de máquinas sem correr o risco de produzir resultados errôneos, que afetem a sensibilidade da análise ou invalide sua utilização.

6.6 – ATIVAÇÃO DOS BLOCOS DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316

Como foi comprovado no item anterior, é perfeitamente possível utilizar o detector de NaI(Tl) portátil com anteparos de aço inox na elaboração da curva de calibração. Portanto, este sistema foi utilizado na avaliação do desgaste em blocos de aço inox.

Os blocos ativados foram submetidos a processos de desgaste programado, onde os parâmetros estabelecidos com os blocos não irradiados foram utilizados nestes processos. Numa primeira etapa de testes o bloco foi submetido a um processo de desgaste, com remoção de camada da ordem de 11 μm . Isso foi obtido utilizando uma polítrix automática com uma lixa de gramatura 600 por um período de tempo de desgaste de aproximadamente 10 minutos, como já citado anteriormente. Após cada remoção de cerca de 11 μm de camada superficial, a atividade remanescente no bloco era medida. Esse procedimento foi repetido até que se atingisse uma atividade tão pequena que estivesse próxima do *background*, onde a espessura total removida estava em torno de 100 - 120 μm .

Na figura 6.6.1 são mostrados os dados experimentais obtidos no desgaste de um bloco de aço inox. Os dados referem-se ao fotopico do ^{56}Co acompanhado com o detector de NaI(Tl), e comparado com a curva de calibração obtida com as folhas.

Nota-se que, existe uma boa concordância entre as atividades remanescentes no bloco de aço inox e a espessura de camada metálica removida, quando comparado com a curva de calibração obtida com as folhas de aço inox.

Foram realizadas outras séries de experimentos justamente com o objetivo de confirmar se o método aplicado seria reprodutivo, pois se tal fato não ocorresse seria necessário rever a metodologia e os parâmetros fixados para o desgaste programado, de forma a torná-lo aplicável.

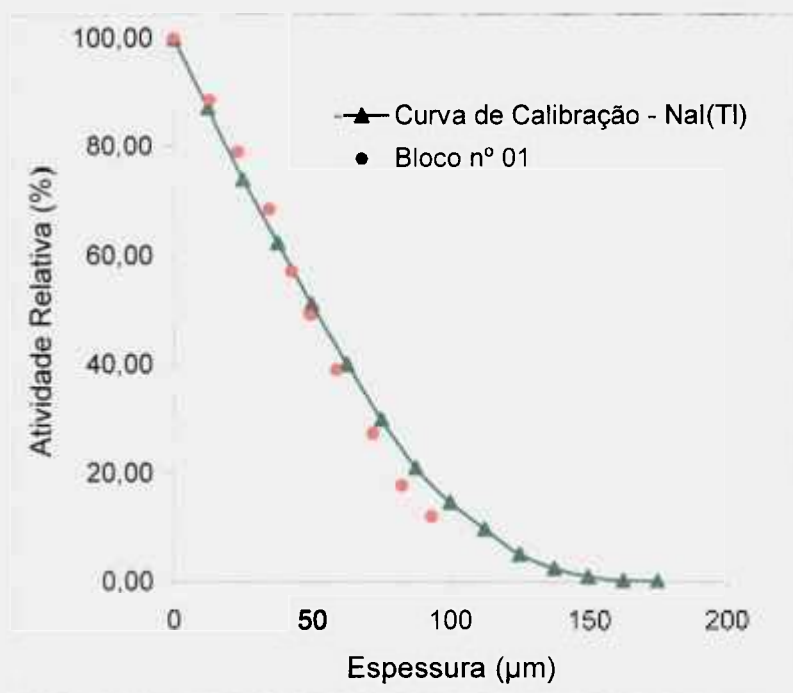


Figura 6.6.1 – Atividade relativa de ^{56}Co em bloco de aço inoxidável AISI 316, durante desgastes programados de aproximadamente 11 µm.

Realizadas outras duas séries de experimentos constataram que os parâmetros preestabelecidos eram válidos e reprodutivos e que a metodologia experimental poderia ser aplicada com sucesso.

Com o intuito de diminuir a camada de desgaste do bloco, mesmo utilizando uma sonda portátil de NaI(Tl), restava ainda verificar qual era o grau de sensibilidade dessa metodologia. Para isso, foram realizados mais alguns experimentos que pudessem revelar, para esse tipo de arranjo montado, a ordem de grandeza de tal fator. Nesse sentido, os blocos ativos foram submetidos a processos de desgaste programado por curtos períodos de tempo, de 2 a 5 minutos, e depois medidos no detector de NaI(Tl), assim como ocorreu com os demais. Na figura 6.6.2 são mostrados os pontos obtidos, distribuídos ao longo da curva de calibração, também para o fotopico do ^{56}Co .

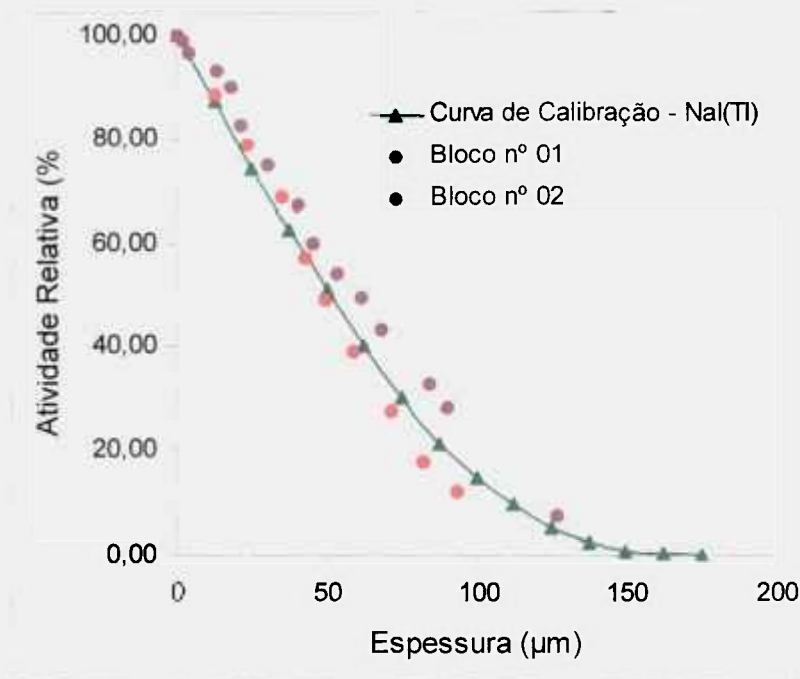


Figura 6.6.2 – Dados obtidos nos desgastes de blocos de aço inoxidável AISI 316 com curtos períodos de tempo, plotados sobre a curva de calibração do detector de NaI(Tl).

No gráfico da figura 6.6.2, embora exista uma dispersão dos pontos experimentais obtidos em relação à curva de calibração, nota-se que possuem uma boa aproximação em relação a ela, comprovando mais uma vez a aplicabilidade do método, mesmo para faixas de desgaste pequenas. Porém, para espessuras removidas pequenas, da ordem de 1-2 μm , o erro cresce, mas sem invalidar completamente o método e o arranjo experimental. Este erro tenderá a diminuir com a utilização de um detector mais adequado que o disponível para estes experimentos e principalmente, um método mais adequado para determinar a espessura de camada removida.

Seguindo-se o mesmo raciocínio utilizado na análise dos gráficos anteriores, ajustou-se os dados da faixa inicial do desgaste a uma reta, para compara-la à obtida a partir da curva de calibração. O gráfico da figura 6.6.3 mostra a reta ajustada sobre a distribuição dos pontos experimentais obtidos. O coeficiente angular obtido, -0,96, é comparável ao obtido com a condição ideal das folhas na curva de calibração, figura 6.5.5, de -0,94.

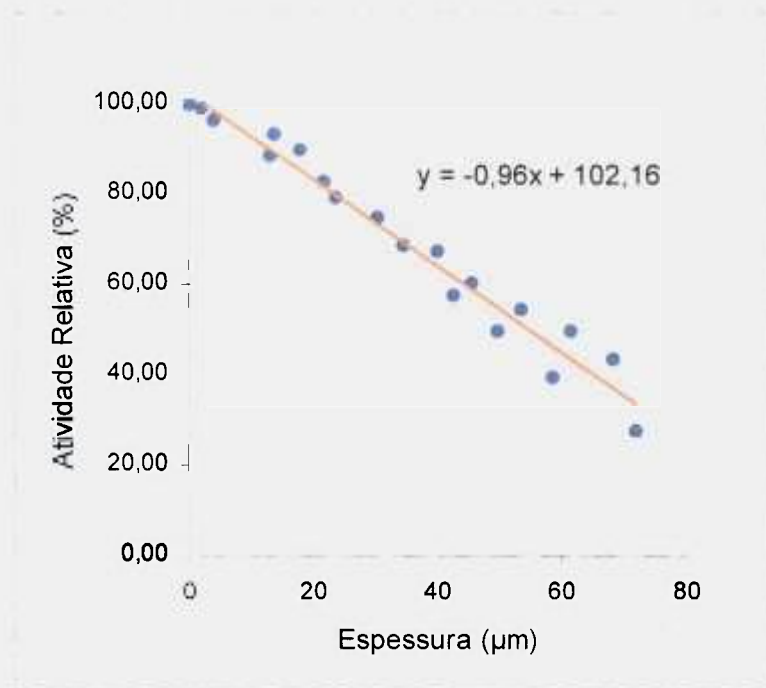


Figura 6.6.3 – Distribuição dos pontos obtidos experimentalmente no desgaste de blocos de aço inoxidável AISI 316, originando a reta ajustada.

Na figura 6.6.4 apresenta-se a reta construída a partir dos dados experimentais, obtidos com os blocos, sobreposta à reta construída a partir da curva de calibração, obtida com as folhas, com o detector de NaI(Tl).

O que se nota no gráfico da figura 6.6.4, é que os pontos experimentais obtidos não são discrepantes em relação à reta de calibração, possuindo um pequeno desvio. Utilizando-se a equação da reta ajustada e comparando-a com a obtida na curva de calibração chega-se a resultados bastante coerentes. Quando se realiza desgaste de camadas da ordem de aproximadamente 10 µm, a faixa de desvio dos dados obtidos em relação à reta de calibração é de 6%, isto é, um valor que está dentro das expectativas do método. Ao alterar-se essa espessura média de 10µm para a faixa dos 5µm, a faixa de desvio sobe para o patamar dos 19%, não tão boa quanto a anterior. Nota-se, portanto, uma tendência ao aumento do grau de desvio conforme diminui da espessura removida.

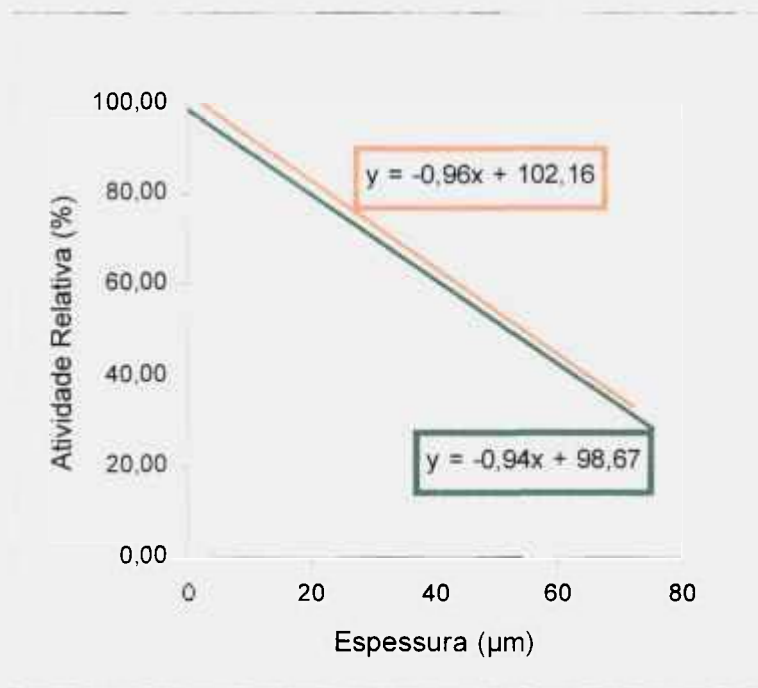


Figura 6.6.4 – Retas dos dados experimentais sobrepostas, a reta obtida a partir da curva de calibração com o detector de NaI(Tl).

Dando continuidade a esta análise, no sentido de comprovar essa tendência, a figura 6.6.5 apresenta um gráfico onde a espessura removida pelo processo de desgaste foi da ordem de 1 a 3 μm.

Realmente, pode-se comprovar que o desvio aumenta na razão inversa da espessura de camada removida pelo processo de desgaste sofrido pelo bloco. Nesse caso, a faixa de desvio ocorrido foi da ordem de 26% em relação à reta de calibração, o qual é um valor relativamente alto, ainda mais se forem consideradas as características dessa metodologia, que se destina a análises onde se exige uma boa precisão, com capacidade de determinar finas camadas de desgaste.

Numa avaliação mais detalhada dos dados, do arranjo experimental montado para execução das medidas de atividade e do equipamento utilizado nas medições de espessura removida no processo de desgaste (micrômetro), pode-se afirmar que esse desvio tem como causa principal o micrômetro. Isto porque, esse equipamento tem capacidade de medir uma espessura mínima de até 1 μm, portanto para remoções de camadas próximas dessa ordem de grandeza o erro de medida é considerável, dada a

sua natureza e grau de precisão nessa faixa de espessura. Também a poltriz automática, para essa faixa de espessura não fornece uma remoção homogênea na superfície, com leve tendência a ser maior nas laterais que no centro. Já, para camadas em torno de 10 μm de espessura, o erro diminui bastante, pois é mais adequado a essa faixa de medida.

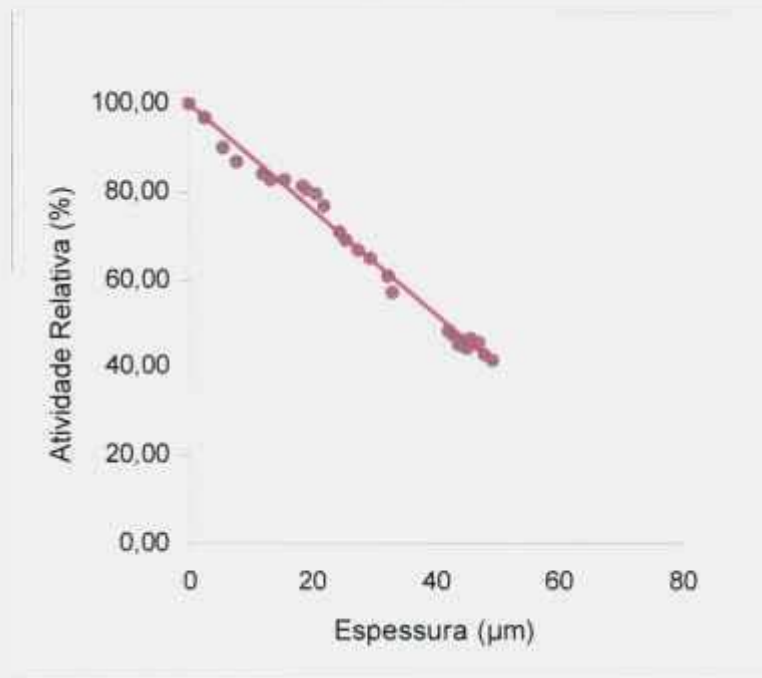


Figura 6.6.5 – Dados obtidos a partir do desgaste programado de um bloco de aço inoxidável AISI 316, com remoção de camadas na faixa de 1 a 3 μm de espessura, medidos no detector de NaI(Tl).

Analisando-se o arranjo experimental constatou-se que o erro envolvido nas medidas das atividades está na faixa dos 5 – 10%, em função do tipo de detector, no caso o de NaI(Tl) e do próprio arranjo experimental. Comparando-se ao erro gerado pelo equipamento de medida de espessura, verifica-se ainda que é pequeno quando comparado ao outro. Embora o detector de NaI(Tl) utilizado seja simples, sem muitos recursos, e do tipo portátil, mostrou-se eficaz para a análise realizada. Já, a respeito do equipamento de medir espessura não se pode dizer o mesmo, embora não tenha inviabilizado a realização do trabalho.

Embora tenham ocorrido alguns problemas ligados aos equipamentos, como o caso do medidor de espessura (micrômetro), os resultados obtidos neste trabalho foram satisfatórios, o que comprova sua aplicabilidade a casos reais, onde se deseja fazer determinações de desgaste em peças construídas a partir do aço inoxidável AISI 316, mesmo não possuindo um arranjo ideal. É claro que se o objetivo for realizar uma análise de desgaste superficial, onde se queira determinar espessuras menores que as aqui citadas, haverá necessidade de se construir um arranjo experimental que produza dados com maior precisão, o que de qualquer forma, não invalida a utilização dessa metodologia, pois se mostrou bastante confiável e precisa dentro das condições apresentadas.

Além disto, a aplicação da ativação superficial na avaliação de desgaste em peças e componentes de máquinas e motores, como, por exemplo, girabrequim, bloco de motores, etc., necessitam de um alto investimento em termos de infra-estrutura necessária, o que não foi o objetivo do presente trabalho.

CÁPITULO 7

7 – CONCLUSÕES

A metodologia experimental adotada no presente trabalho se propôs a enfatizar vários pontos básicos e importantes na implantação da técnica de ativação superficial com prótons na avaliação de desgaste:

- a) Desenvolvimento de sistema de irradiação em ciclotron e monitoração do feixe que permitiu sua utilização, através do uso de um sistema de varredura, diafragma de quatro setores e *beam-stopper* e avaliação quantitativa da homogeneidade e energia incidente do feixe, com mapeamento da área irradiada através de reações monitoras em cobre natural. O sucesso das irradiações para o uso da ativação superficial depende exclusivamente da qualidade do feixe utilizado.
- b) Utilização do aço inoxidável AISI 316, largamente aplicado na indústria em geral.
- c) Seleção da faixa de energia de prótons adequada e tempo de espera conveniente nas medições para seleção de apenas um radionuclídeo de interesse, dentre os inúmeros produzidos pela ativação com prótons de 24 MeV, fornecida pelo ciclotron CV-28.
- d) Levantamento da curva de calibração atividade em função da espessura, através da técnica de empilhamento. Comprovação da viabilidade de utilizar um detector portátil de NaI(Tl) através da comparação com um de Ge-hiperpuro. A simulação com anteparos metálicos entre as folhas e o detector mostrou não existir nenhuma influência na utilização da sonda portátil de NaI(Tl) para medir atividades de partes internas de um equipamento.
- e) A metodologia de desgaste programado em blocos de aço inox demonstrou ser eficiente, dispensando o uso de complexos dispositivos experimentais para avaliação de desgaste.

Dos itens da metodologia aplicada, diversos deles merecem ser mencionados.

A análise de todos os resultados a respeito da homogeneidade de feixe de prótons do ciclotron CV-28 estabeleceu parâmetros importantes a respeito de seu perfil. Para irradiações com correntes em torno de 1,0 μA o feixe de prótons pode ser considerado homogêneo, pois apresenta uma faixa de oscilação em torno de 20%. Para correntes em torno de 10 μA , a oscilação máxima foi de 55%, comportamento já esperado, uma vez que o aumento da faixa de corrente produz esse tipo de efeito. Portanto, a qualidade do feixe produzido pelo ciclotron para correntes menores que 2,5 μA , possui características de homogeneidade adequadas à sua utilização na análise de desgaste por ativação superficial ou de qualquer outra metodologia que necessite de tais especificações.

É importante salientar que isso foi possível porque o feixe a baixas correntes está bem desfocalizado e, tal desempenho foi conseguido, por meio de um sistema de varredura de feixe implantado nas linhas de irradiação do ciclotron CV-28 e do diafragma de quatro setores e um *beam-stopper* que permitiu a otimização do feixe antes de atingir as amostras. Isto demonstrou, na prática, ser um equipamento muito bom evitar a formação de “pontos quentes” na área irradiada.

Os métodos aplicados para analisar a energia dos prótons produzidos no ciclotron demonstraram ser uma maneira relativamente simples de verificar se a energia real apresentava uma diferença muito grande em relação ao nominal da máquina. O que se pôde comprovar é que a energia real gerada pelo equipamento está no patamar dos 22,7 MeV, um pouco inferior ao valor teórico, em torno de 6%, mas que já era esperado, pois se sabia que as condições reais de operação, principalmente da frequência do campo elétrico, eram diferentes das nominais, especificadas pelo fabricante.

Os núcleos de ^{56}Co , ^{57}Co , ^{58}Co e ^{52}Mn , que possuem transições gama de energia e intensidade de desintegração de 846,8 KeV (99,9%), 122,1 KeV (85,6%), 810,8 KeV (99,4%) e 744 KeV (90,6%), respectivamente ^{29, 30}, inicialmente foram selecionados por energia do próton incidente ou decaimento radioativo e identificados por meio de um detector de Ge-hiperpuro. Embora todos estes pudessem ser utilizados para elaborar uma curva de calibração, foi destacado o radionuclídeo ^{56}Co , por ser ele o

mais conveniente e adequado às necessidades e condições exigidas pela análise de desgaste.

As folhas de aço inoxidável AISI 316 utilizadas permitiram a construção da curva de calibração com características excelentes, principalmente na faixa até os 80 μm , onde apresentou uma linearidade muito boa. Elas também possibilitaram uma simulação de processos desgastes sucessivos com espessuras iguais as das folhas, como se fosse um bloco maciço. A grande vantagem de sua utilização é que não houve necessidade de utilizar um equipamento para reproduzir essa situação, evitando-se possíveis problemas com contaminação por remoção de material irradiado e diminuiu-se o tempo gasto neste processo. Além disso, facilitou bastante a construção da curva de calibração, pois as folhas tinham espessuras homogêneas, gerando pontos distintos e definidos na curva.

Os dois métodos de medidas, folha a folha e do conjunto retirando uma folha de cada vez, produziram resultados semelhantes.

O detector de NaI(Tl), apesar de ser um equipamento portátil, mostrou-se eficaz, podendo ser utilizado sem problema algum tanto na análise quanto na elaboração de curvas de calibração para essa finalidade. A utilização de anteparos metálicos entre as folhas e o detector serviram tanto para reduzir o "tempo morto", quanto para comprovar que medidas reais de componentes, que estão nesta mesma condição, produzem resultados semelhantes. Além disso, constatou-se que é possível trabalhar com arranjos mais simples, que podem ser utilizados em trabalho de campo, para produzir bons resultados

Os parâmetros estabelecidos na fase de testes com blocos não ativados mostraram-se bem adequados, pois permitiram que a espessura removida a cada período de desgaste estivesse próxima da espessura (12,5 μm) das folhas de aço inoxidável AISI – 316, utilizadas na elaboração da curva de calibração. Um outro ponto a ressaltar, é que o estabelecimento desses parâmetros facilitou o trabalho com os blocos ativados, evitando a exposição do operador à radiação por tempo desnecessário.

Os resultados obtidos nos desgastes programados e sucessivos feitos nos blocos maciços de aço inoxidável AISI 316 irradiados demonstram que, embora ocorra uma pequena discordância nos resultados, dependendo da espessura removida, esses

não são suficientemente grandes para invalidar os experimentos e tão pouco a utilização dessa metodologia para uma aplicação prática.

O que se nota é que esses erros podem ser minimizados se for construído um arranjo experimental mais eficiente, com equipamentos que possuam maior grau de precisão na obtenção dos dados, minimizando os desvios decorrentes desses fatores. Os desvios apresentados se originam basicamente em dois pontos principais: o primeiro é a medida da espessura removida e o segundo é o valor da atividade remanescente presente que diminui com o aumento da espessura total removida, aumentando o grau de incerteza do valor da medida. Portanto, a tendência é que o erro cresça à medida que a atividade remanescente decresce. Porém, como nosso interesse está justamente na faixa mais inicial, isso não chega a afetar a análise como um todo.

Contudo, o principal fator continua sendo a questão da espessura medida. Por isso, para remoção de camadas finas, onde a atividade presente também é pequena o desvio em relação à curva de calibração é grande. Por essa razão, pode-se concluir que os desvios apontados referem-se muito mais a questão da precisão do equipamento do que da metodologia.

Ao se fazer uma análise global do desenvolvimento efetuado neste trabalho, o que se pode concluir é que: mesmo com equipamento de baixo custo, disponível para tal e mesmo com os desvios apresentados, essa técnica de avaliação de desgaste é uma metodologia muito boa e pode ser aplicada a equipamentos onde se queira determinar desgaste de seus componentes sem desmontá-los e em condições operacionais.

SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

- Utilização dessa técnica para testes em óleos lubrificantes, para verificar sua qualidade com relação ao seu poder de lubrificação e sua durabilidade.
- Ensaios para determinar o grau de corrosão em tubulações que transportam líquidos.
- Determinação de desgaste em outros tipos de material. Como exemplo pode-se citar materiais cerâmicos, não metais e outros.
- Determinação de desgaste utilizando-se outros tipos de partículas.
- Utilização dessa técnica para determinações de desgaste não uniforme.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - DOWSON, D. The early history of tribology. **Eurotrib.**, p. 1 - 14, 1973.
- 2 - JOST, H. PETER Tribology – origin and future. **Wear**, nº 136, p. 01 - 17, 1990.
- 3 - WILLIAMS J. A. **Engineering tribology**. Oxford University Press, 1994.
- 4 - CZICHOS HORST Basic tribological parameters. **ASM Handbook**, v. 18, p. 473 - 479, 1992.
- 5 - BAYER RAYMOND G. **Mechanical wear prediction and prevention**. Marcel Dekker Inc., 1994.
- 6 - POHL, MICHAEL **Mecanismos de desgaste**. Seminário de 13 a 15 de Setembro de 1989, EPUSP, Depto. de Engenharia Metalúrgica – SP, 620.P753m, 1989.
- 7 - RACOLTA, P. M. Nuclear methods for tribology. **Applied Radiation Isotopes**, v. 46, nº 6/7, p. 663 - 672, 1995.
- 8 - RICE, S. L.; NOWOTNY, H. and WAYNE, S. F. **Research needs and development on wear of materials**. Sixth Inter-Conference on Materials Technology, v. 1, p. 149 - 154, 1980.
- 9 - MILDER, F. L. and FARR, M. K. **Nuclear surface layer activation of oil pump gears: a study in wear measurements the future**. Sixth Inter-Conference on Materials Technology, v. 1, p. 155 - 159, 1980.
- 10 - DE BAETS P.; STRIJCKMANS K. The quantification of microscopic wear amounts of steel surfaces with thin layer activation. **European Journal Mechanic Engineering**, v. 41, nº 02, p. 67 - 74, 1996.

- 11 - WALLACE G.; BOULTON L. H. and HODDER D. Corrosion monitoring on a large steel pressure vessel by thin layer activation. **Corrosion**, v. 45, n° 12, p. 1016 - 1019, 1989.
- 12 - KONSTANTINOVI, I. O. and ZATOLOKIN, B. V. Monitoring wear and corrosion in industrial machines and systems : A radiation tool. **IAEA Bulletin**, v. 36, n° 1, 1994.
- 13 - QAIM, S. M. **Production of radioisotopes using accelerators**. The International Symposium on Advanced Nuclear Energy Research – Evolution by Accelerators, January 24-26, 1990, Ibaraki – Japan.
- 14 - CONLON, T. W. **Thin layer activation techniques in research and industry**. INIS - MF - 13441, 1990.
- 15 - SAILER, S. **Radionuclide technology applications in development and production in the automobile industry**. Industrial Applications of Radioisotopes and Radiation Technology, Conference in Grenoble, 28 September - 02 October, p. 433 - 448, 1981.
- 16 - CONLON, T. W. Doping surfaces with radioactive atoms for research and industry. **Contemporary Physics**, v. 23, n° 4, p. 353 - 369, 1982.
- 17 - CLAYTON, C. G. Some comments on the development of radiation and radioisotope measurement applications in industry. **International Journal Applied Radiation Isotopes**, v. 34, n° 12, p. 917 - 934, 1990.
- 18 - FRANK HELUS **Radionuclides production**. v. 1 e 2, CRC Press, Inc., 1983.
- 19 - SCHNEIDER, E. W. and YUSUF, S. O. Applications of nuclear methods in the automotive industry. **Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry**, v. 203, n° 2, p. 489 - 503, 1996.
- 20 - BLATCHELY C. C. Radionuclide methods. **Metals Handbook, Friction and Wear**, American Society for Metals (ASM), v. 18, p. 319 - 329, 1992.

- 21 - CONLON T. W. Thin layer activation by accelerated ions application to measurement of industrial wear. **Wear**, nº 29, p. 69 - 80, 1974.
- 22 - BUNKER, M. E.; MINOR, M. M. and GARCIA, S. R. Neutron activation analysis. **Metals Handbook**, Materials Characterization, American Society for Metals (ASM), 9^a Edition, v. 10, p. 233 - 242, 1986.
- 23 - KOSAKO T., NISHIMURA K. The thin layer activation technique applied to the on-line iron wear measurement of an engine can nose. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research**, B 56/57, p. 900 - 903, 1991.
- 24 - EVANS, R. Radioisotope methods for measuring engine wear: a thin layer activation method wear and its comparison with a neutron activation method. **Wear**, nº 64, p. 311 - 325, 1980.
- 25 - KOSAKO, T. AND NISHIMURA, K. Wear measurement at depths of several tens micrometers on the surface of iron using a thin layer activation method by 7 MeV proton beam. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research**, B 40/41, p. 587 - 590, 1989.
- 26 - CONSTANTINESCU, B., IVANOV, E. A., PASCOVICI, G., POPA-SIMIL, L. and RACOLTA, P.M. Thin Layer Activation Techniques at U-120 Cyclotron of Bucharest. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research**, B 89, p. 83 - 87, 1994.
- 27 - FEHSENFELD, P., KLEINRAHM, A. and SCHWEICKERT, H. Radionuclide Technique in Mechanical Engineering in Germany. **Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry**, Articles, v. 160, nº 01, p. 141 - 151, 1992.
- 28 - CHOWDHURY, D. P.; PAL, S.; SAHA, S. K. and GANGADHARAN, Determination of cross section of α -induced nuclear reaction on natural Cr and Zr by stacked foil activation for thin layer activation analysis. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research**, B 103, p. 261 - 266, 1995.

- 29 - MAHUNKA, I. and DITRÓI, F. **Acitvation technique for industry at the Debrecen cyclotron laboratory**, INIS - MF - 13441, 1990.
- 30 - MCHARRIS, WM. C. Use of radioactivity for determining mechanical properties in surface analysis, **Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry**, v. 203, nº 2, p. 505 - 518, 1996.
- 31 - LACROIX, O.; SAUVAGE, T.; BLONDIAUX, G.; RACOLTA, P.M.; POPA-SIMIL, L. and ALEXANDREANU, B. Metrology conditions for thin layer activation in wear and corrosion studies. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research**, B 369, p. 427 - 430, 1996.
- 32 - KOLLATH, RUDOLF **Article accelerators**. Ed. Sir Isaac Pitman and Sons LDT, 1967.
- 33 - ANDRADE, FERNANDO ALBA **Aceleradores de partículas**. Int. Física – Universidad Nacional Autónoma de México, Ed. Eva V. Chesneam, 1971.
- 34 - KELLER, FREDERICK J., GETTS, W. EDWARD and SKOVE, MALCOLM J. **Física**. v. 02, Editora Makron Books, 1999.
- 35 - HALLIDAY, DAVID; RESNICK, ROBERT **Física II**. vol. 01, Ed. Livros Técnicos e Científicos Editora, 1988.
- 36 - THE CYCLOTRON CORPORATION **Instruction and service manual for the Cyclotron Corporation's – Model CV – 28 Cyclotron**, ser. nº 604 US Patent (TCC Ins – 26), nov. 12, 1976.
- 37 - PIRART, C. Technologies relevant to commercial radioisotopes production. **International Conference on non-energetic Applications of Nuclear Science – Brussels**, June 1 – 3, 1995.
- 38 - WILLIANSON, C. F.; BOUJOT, J. P. and PICARD, J. **Tables of range and stopping power of chemical elements for charged particles of energy 0,5 to 500 MeV**, Rapport - CEA - R 3042, 1966.

- 39 - WIELAND, B. W. A negative ion cyclotron using 11 MeV protons for the production of radionuclides for clinical positron tomography. **Proceedings of First Workshop on Targetry and Target Chemistry**, Heidelberg, October 4 - 7, 1985.
- 40 - KOPECKÝ, P. Proton beam monitoring via $\text{Cu}(p, x)^{58}\text{Co}$, $^{63}\text{Cu}(p, 2n)^{62}\text{Zn}$ and $^{65}\text{Cu}(p, n)^{65}\text{Zn}$ reactions in copper. **International Journal of Applied Radiation and Isotopes**, v. 36(8), p. 657 - 661, 1985.
- 41 - PIEL, H.; QAİM, S. M. and STÖCKLIN, G. Excitation functions of (p, xn) – reactions on ^{nat}Ni and highly enriched ^{62}Ni : possibility of production of medically important ^{62}Cu . **Radiochimica Acta**, v. 57, p. 1 - 5, 1992.
- 42 - SONCK, M.; VAN HOYWEGHEN, J. and HERMANNE, A. Determination of the external beam energy of a variable energy, multiparticle cyclotron. **Applied Radiation and Isotopes**, v. 47(4), p. 445 - 449, 1996.
- 43 - TÁRKANYI, F.; SZELECSÉNYI, F. and KOPECKÝ, P. Excitation function of protons induced nuclear reactions on ^{nat}Ni for monitoring beam energy and intensity. **International Journal of Applied Radiation and Isotopes**, v. 42, p. 513 - 517, 1991.
- 44 - KOPECKÝ, P.; SZELECSÉNYI, F.; MOLNÁR, T.; MIKECZ, P. and TÁRKANYI, F. Excitation functions of (p, xn) reactions on ^{nat}Ti : monitoring of bombarding proton beams. **Applied Radiation and Isotopes**, v. 44(4), p. 687 - 692, 1993.
- 45 - **Handbook of Chemistry and Physics**, 70th Edition, CRC Press, Inc., 1989 - 1990.
- 46 - DMITRIEV, P. P. **Radionuclide yield in reactions with protons, deuterons, alpha particles and helium-3**. Handbook, December - 1986.