

Crescimento de Cristais Cintiladores Inorgânicos pela Técnica de Bridgman para uso como Detectores de Radiação

¹N. F. Silva, J. P. S. Alves, ²M. C. C. Pereira

¹*francielynayla@gmail.com.br*

²*macoper@ipen.br*

1. Introdução

Os cristais cintiladores desempenham uma função importante na detecção de radiação e imageamento. O detector à cintilação ou cintilador surgiu em 1903 construído por Willian Crookes. Utilizou-se uma tela de sulfeto de zinco e um microscópio, para observar os flashes de luz quando a radiação ionizante, nesse caso partículas alfa, atingisse o material cintilador. Mas o método foi abandonado por ser pouco eficiente. No período da guerra entre 1939 à 1945, necessidades surgiram na área de instrumentação, as quais estavam relacionadas a fragilidade e sensibilidade na presença de campos magnéticos. Curran e Baker em 1944 introduziram o primeiro contador moderno, o qual foi montado a partir do antigo contador à cintilação e a ele adicionado um tubo fotomultiplicador. A efetividade no uso de cintiladores só foi possível em função de avanços no desenvolvimento de dispositivos fotoelétricos, os quais tornaram possível amplificar a luminosidade produzida pelo cintilador e ainda convertê-la em sinais elétricos passíveis de serem contabilizados em conjunto com instrumentos eletrônicos apropriados [1]

P. W. Bridgman desenvolveu uma técnica de crescimento de monocristais que consiste em fundir o material de partida numa temperatura pouco acima de seu ponto de fusão, e após, deslocá-lo lentamente por uma seção poucos graus abaixo do seu ponto de solidificação em um recipiente de base afinada, proporcionando um grande período de interface sólido-líquido, o que permite a orientação dos muitos núcleos cristalinos em um único arranjo ordenado [2,3].

Neste trabalho foi utilizado a técnica vertical de Bridgman para produzir um monocristal de iodeto de cesio (CsI) dopado com bromo para investigação das propriedades físico-químicas com a finalidade de detecção de radiação.

2. Metodologia

Os cristais cintiladores inorgânicos em matriz de iodeto de céσιο (CsI) foram crescidos utilizando a técnica de Bridgman. Esta técnica envolve o uso de um forno vertical projetado para operar com ampolas seladas, onde são estudadas as características térmicas para estabelecer uma curva de temperatura ideal. O controle de temperatura foi realizado por um controlador-temporizador de temperatura com microcontrolador e um sensor termopar de cromel-alumel tipo K, e potência máxima de 1500 W.

Antes do crescimento, os sais de partida, iodeto de céσιο (CsI), e o dopante Br foram submetidos ao processo de desumidificação sob vácuo contínuo de 10^{-6} mbar e temperatura constante de 200 °C, utilizando um cadinho de quartzo. O processo de desumidificação seguiu as seguintes etapas: aquecimento lento do sistema sob vácuo contínuo até a temperatura de 100° C (intervalo de temperatura no qual a hidrólise não ocorre), permanecendo nesta temperatura por 1 h. A partir desta temperatura, ainda sob vácuo, manteve-se o aquecimento do sistema com taxa de aquecimento de 25° C até 200° C, permanecendo nesta temperatura por 3 h para remover a água absorvida quimicamente.

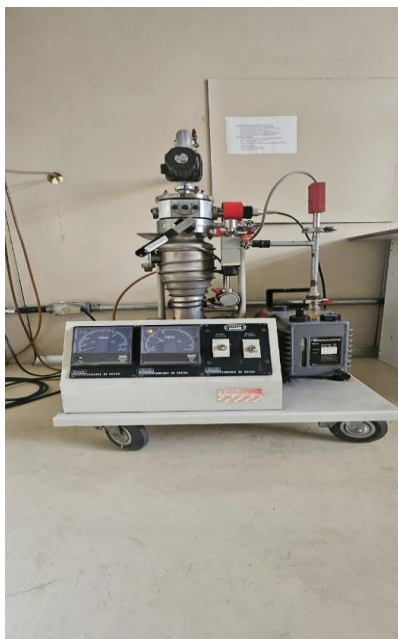
Finalizado o processo de purificação, foi adicionado 0,01% de iodo elementar em atmosfera inerte de argônio puro. Este procedimento foi efetuado para evitar a possível formação de vacâncias na estrutura cristalina. A seguir levou-se o conjunto à linha de vácuo até atingir 10^{-6} mbar e efetuou-se o selamento do tubo. Na Fig. 1 é mostrado o procedimento de selamento do cadinho de quartzo em vácuo, contendo o sal

de CsI e o dopante Br.



Figura 1: Processo de selamento de cadinhos de quartzo utilizando maçarico.

O crescimento ocorreu em um forno de duas zonas (quente/fria) com o tubo de quartzo posicionado na zona quente, fundindo o material a 650 °C. O deslocamento do cadinho em direção à zona fria foi realizado a 1 mm/h controlado por um motor de corrente contínua, garantindo o crescimento do cristal de baixo para cima. Após 120 h, o monocristal foi formado, com controle rigoroso de umidade e temperatura ambiental durante o processo. A Fig. 2 mostra o sistema de bombeamento (a) utilizado no processo de desidratação dos sais de partida e o forno vertical (b) utilizado no processo de crescimento dos cristais pela técnica de Bridgman.



(a)



(b)

Figura 2: Sistema de bombeamento composto por bomba mecânica e bomba difusora (a), Forno vertical Bridgman (b)

Os cristais resultantes foram cortados e polidos para experimentos. O polimento foi realizado com etileno glicol p.A. ($C_2H_6O_2$), utilizando Sontara, garantindo superfícies planas sem riscos ou orifícios que poderiam interferir na detecção de radiação.

A transparência dos cristais foi avaliada por ensaios de transmitância óptica no espectro de luminescência, utilizando um espectrofotômetro UV-visível. Foram medidas as absorbâncias para obter a transmitância da amostra em relação ao comprimento de onda da radiação, no intervalo de 190 nm a 1100 nm, com um caminho óptico de 10 mm.

Foram conduzidas investigações sobre a luminescência dos cristais cintiladores em matriz de CsI. Os espectros de excitação e emissão dos íons de impureza foram analisados, considerando a influência na produção de fotoelétrons no tubo fotomultiplicador. As propriedades da luz produzida, como intensidade e comprimento de onda de máxima emissão luminosa, foram fundamentais na escolha do fotosensor adequado para a montagem de detectores de radiação.

3. Resultados e Discussão

N Fig. 3 é mostrado os espectros de transmitância dos cristais CsI:Br e CsI puro crescidos pela técnica de Bridgman. A transmitância óptica do cristal CsI puro no comprimento de onda de 650 nm foi de 66%, caindo praticamente ao nível de zero para comprimento de onda abaixo de 320 nm. A transmitância óptica do cristal CsI:Br foi de 62,5% para o comprimento de onda de 650 nm. No intervalo de máxima emissão de luminescência foi de aproximadamente 46%. Estes resultados revelam a existência de uma sobreposição eficaz entre a capacidade de transmitância do cristal e a sua região de máxima luminescência (400 nm).

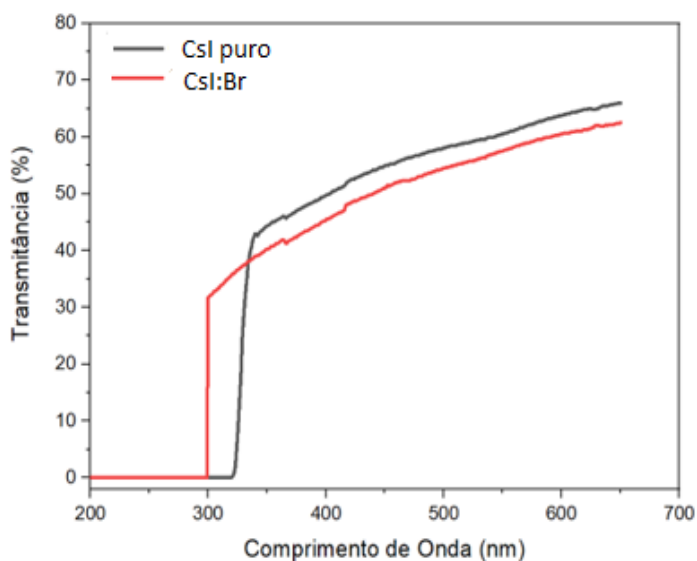


Figura 3: Curvas de transmitância em função do comprimento de onda para os cristais CsI:Br e puro.

A Fig. 4 mostra o espectro de emissão de luminescência do cristal de CsI:Br crescido pela técnica de Bridgman. A intensidade do pico em 400 nm do cristal CsI:Br é atribuída à presença de íons de bromo na rede cristalina,

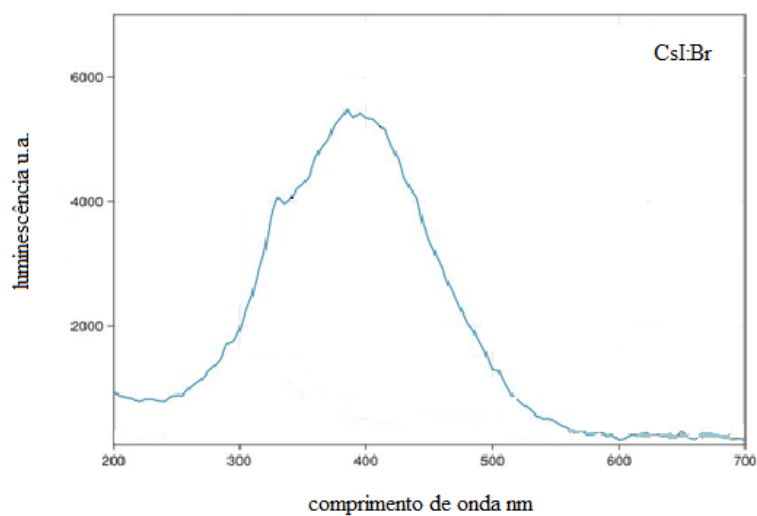


Figura 4: Espectro de emissão de luminescência do cristal CsI:Br crescido pela técnica de Bridgman.

4. Conclusão

A técnica de Bridgman mostrou ser eficiente para o crescimento do cristal CsI puro e CsI dopado com bromo.

A transmitância óptica do cristal CsI:Br foi de 46% no comprimento de onda de 400 nm, demonstrando boa sobreposição entre a capacidade de transmitância e a região de luminescência máxima.

Agradecimentos

Ao CNPQ pelo auxílio financeiro.

Referências

- [1] P. W. Bridgman, *Crystal growth process*, American Academy of Arts and Sciences, v. 60. p. 295-300, (1925).
- [2] G. F. Knoll, *Radiation detection and measurement*. Nova Iorque: Willey, (1999).
- [3] T. Yanagida, *Inorganic scintillating materials and scintillation detectors*. Proceedings of the Japan Academy – Series B physical and Biological Sciences. v. 94. pp. 75-97 (2018).