

"TRABALHOS APRESENTADOS PELA DIVISÃO DE FÍSICA NUCLEAR NA I REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE FÍSICA"

RESUMOS

PUBLICAÇÃO IEA N.º 152
Outubro — 1967

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
Caixa Postal 11049 (Pinheiros)
CIDADE UNIVERSITÁRIA "ARMANDO DE SALLES OLIVEIRA"
SÃO PAULO — BRASIL

"TRABALHOS APRESENTADOS PELA DIVISÃO DE FÍSICA NUCLEAR NA I REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE FÍSICA"

RESUMOS

Divisão de Física Nuclear
Instituto de Energia Atômica
São Paulo - Brasil

Publicação IEA nº 152
Outubro - 1967

Comissão Nacional de Energia Nuclear

Presidente: Prof. Uriel da Costa Ribeiro

Universidade de São Paulo

Reitor: Prof.Dr. Luis Antonio da Gama e Silva

Instituto de Energia Atômica

Diretor: Prof. Rômulo Ribeiro Pieroni

Conselho Técnico-Científico do IEA

Prof.Dr.	José Moura Gonçalves	pela USP
Prof.Dr.	José Augusto Martins	
Prof.Dr.	Rui Ribeiro Franco	pela CNEN
Prof.Dr.	Theodoreto H.I. de Arruda Souto	

Divisões Didático-Científicas

Divisão de Física Nuclear -
Chefe: Prof.Dr. Marcello D.S. Santos

Divisão de Radioquímica -
Chefe: Prof.Dr. Fausto Walter de Lima

Divisão de Radiobiologia -
Chefe: Prof.Dr. Rômulo Ribeiro Pieroni

Divisão de Metalurgia Nuclear -
Chefe: Prof.Dr. Tharcísio D.S. Santos

Divisão de Engenharia Química -
Chefe: Lic. Alcídio Abrão

Divisão de Engenharia Nuclear -
Chefe: Engº Pedro Bento de Camargo

Divisão de Operação e Manutenção de Reatores -
Chefe: Engº Azor Camargo Penteado Filho

Divisão de Física de Reatores -
Chefe: Prof. Paulo Saraiva de Toledo

Divisão de Ensino e Formação -

ÍNDICE

página

1. Resolução do Espectrômetro de cristal do IEA e Medida da Ressonância do Irídio (E_o = .654 eV) - R. Fulfaro e R. Stasiulevicius 1

2. Determinação Experimental de Parâmetros Característicos de Cristais Monocromadores de Neutrons - R.G. Wenzel, R. Fulfaro e R. Stasiulevicius 9

3. Espalhamento Paramagnético de Neutrons por Ions de Terras Raras - Marieta C. Mattos 21

4. Características do Contador 4π Tipo Pill-Box - Dagmar C.C. Reis e Lais Pimenta de Moura 27

5. Sistema de Contagens por Coincidência 4π β - γ - Dagmar C.C. Reis e Lais Pimenta de Moura 41

6. Medida Absoluta da Atividade Específica de Soluções Radioativas: Determinação da Massa e do Fator de Diluição - Lais Pimenta de Moura e Dagmar C. C. Reis 51

7. Comparação Internacional de Medida Absoluta da Atividade Específica de Duas Soluções de Co^{60} - Lais Pimenta de Moura e Dagmar C.C. Reis 59

8. Medidas Absolutas de Atividades pelo Método de Coincidência 4π β - γ. Resultados da Comparação Internacional da Medida de Soluções de Co^{60} - Dagmar C.C. Reis e Lais Pimenta de Moura 67

página

9. Resolução e Calibração de um Espectrômetro de Tempo de Vôo que Utiliza um Obturador para Neutrons Lentos - Lia Q. Amaral, L.A. Vinhas, C. Rodriguez e S.B. Herdade 75

10. Arranjo Experimental para Estudo de Sólidos e Líquidos através do Espalhamento Inelástico de Neutrons Lentos - Lia Q. Amaral, Claudio Rodriguez, S.B. Herdade e L.A. Vinhas 77

11. Medida da Secção de Choque Total do Ferro Policristalino para Neutrons Lentos - Laercio A. Vinhas , Silvio B. Herdade, Claudio Rodriguez, Lia Q. Amaral 83

12. Secção de Choque Total do UO_2 para Neutrons Lentos - Claudio Rodriguez, Laercio A. Vinhas, Silvio B. Herdade e Lia Q. Amaral 91

13. Estudo da Rotação de Grupos CH_3 em Moléculas pela Medida da Secção de Choque Total para Neutrons Lentos - Silvio Bruni Herdade 97

14. Espalhamento de Neutrons Lentos no Chumbo - Júlio Leser e R.L. Zimmerman (*) 105

15. Ajuste do Cristal Monocromador do Difratômetro de Neutrons do Instituto de Energia Atômica - Carlos B.R. Parente 115

16. Determinação do Comprimento de Onda do Feixe Monocromático e Correção no Ângulo de Espalhamento da Amostra num Difratômetro de Neutrons -

página

C.B.R. Parente, K. Harada, Y. Hoishi e R.G. Wenzel 121

17. Estudo da Resolução e Intensidade de um Difratômetro de Neutrons - K. Harada, C.B.R. Parente e Y. Koishi 125

18. Câmara de Fissão de Múltiplas Placas Paralelas - Olga Y. Mafra e Fernando G. Bianchini 129

19. Sôbre a Forma das Linhas de Conversão Interna Observadas em Espectrometria Beta - Francisco A. B. Coutinho e Achilles A. Suarez 131

20. Estudo dos Eletrons de Conversão Interna do ^{162}Dy Obtidos Através da Reação (n,e^-) - A. Bäcklin e A.A. Suarez 133

21. Eletrons de Conversão do ^{188}Re Após Captura Radioativa de Neutrons - A.A. Suarez, T.v. Egidy, W. Kaiser, H.F. Mahlein e A. Jones 135

22. Representação Matricial para o Cálculo de Aberrações de Segunda Ordem em Optica de Partículas para Campos Magnéticos Homogêneos e Inomogêneos (n = 1) - A.A. Suarez e F.A.B. Coutinho 139

23. Estudos do Decaimento do ^{62}Zn - S. Antman e H. Pettersson 141

24. Estudo da Radiação Gama Devida a Captura Neutrônica - M.A.N. de Abreu 147

25. Emprêgo de Detetores de Estado Sólido na Determinação Quantitativa de Misturas de Radionuclídeos em

página

Materiais Biológicos - M.A.N. de Abreu e Júlio Kieffer 147

RESOLUÇÃO DO ESPECTRÔMETRO DE CRISTAL DO IEA E MEDIDA DA RESSONÂNCIA DO IRÍDIO (E_o = .654 eV)

R. Fulfaro e R. Stasiulevicius

Foi estabelecido um programa de medidas do alargamento de Doppler, nas ressonâncias para neutrons abaixo de 1 eV, variando a temperatura da amostra.

Foi feito inicialmente um estudo em que se avalia os efeitos que influenciam a medida de uma ressonância, ou seja: a resolução do aparêlho, o alargamento de Doppler e a contaminação de reflexões de ordens superiores do cristal.

Para estimar êstes efeitos, escolhemos a ressonância do Irídio, na energia E_o = 0.654 eV, por ser bem estreita e ainda por se possuir Ir de alta pureza, o que proporciona boa precisão na medida da secção de choque total para neutrons.

Inicialmente construimos pela expressão de Breit-Wigner de 1 nível a curva teórica da ressonância do Irídio, acrescentando ainda a contribuição 1/v das ressonâncias afastadas. Para o cálculo foram considerados os parâmetros medidos com grande precisão por H. H. Landon (1955)[1] e confirmados por J. Brunner (1966).

Para considerar o alargamento de Doppler, resultante do movimento térmico dos átomos da amostra, baseamo-nos na teoria elaborada por Lamb que nos apresenta a seguinte expressão para o efeito[2]:

$$\sigma(E, \psi) = \sigma_o (E_o/E)^{1/2} \psi(x,t) \quad (1)$$

onde σ_o é a secção de choque no pico da ressonância E_o e E é a energia do neutron.

$\psi(x,t)$ é a chamada Integral de Doppler que é dada por esta expressão:

$$\psi(x,t) = \frac{1}{2\sqrt{\pi t}} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\exp\left[-\frac{(x-y)^2}{4t}\right]}{1+y^2}\, dy$$

onde

$$x = \frac{2\,(E - E_o)}{\Gamma} \quad ; \quad y = \frac{2\,(E_r - E_o)}{\Gamma} \quad ; \quad t = \left(\frac{\Delta}{T}\right)^2$$

onde Γ é a largura total da ressonância na metade do máximo. E_r é a energia correspondente a um V_r que é a velocidade do neutron incidente relativa ao núcleo alvo. Δ é a largura do Doppler, e para um gás livre vale:

$$\Delta = 2\sqrt{\frac{m}{M} k\, TE}$$

onde

m = massa do neutron
M = massa do núcleo
k = constante dos gases
T = temperatura real da amostra.

Esta mesma teoria mostra ainda que se a amostra é um sólido e a condição $\Gamma + \Delta > 2\theta$ fôr satisfeita, onde θ é a temperatura de Debye, pode-se aplicar as mesmas expressões, porém substituindo em Δ a temperatura real, por uma temperatura efetiva definida por Lamb.

No caso do Irídio $T_{ef} = 1.04\ T$

A integral de Doppler foi calculada para os valôres que se aplicam na ressonância do Ir, com o auxílio do computador IBM 1620 do IEA, bem como também o foi o $\sigma(E,\psi)$.

Esta secção de choque $\sigma(E,\psi)$ seria medida se tivéssemos neutrons puramente monoenergéticos de energia E.

Para esta situação ideal a transmissão através de uma amostra é dada por:

$$T(E,\psi) = \exp\left[- N\sigma\ (E,\psi)\right]$$

onde

N é o número de átomos por barn da amostra.

Contudo, na prática não é possível se ter esta condição de feixe monocromático e a resolução instrumental afeta a transmissão esperada, do seguinte modo:

$$T_R = \frac{\int_o^\infty T(E,\ )\ R(E' - E)\ dE'}{\int_o^\infty R(E' - E)\ dE'} \qquad (2)$$

onde

R(E' - E) é a função resolução do instrumento.

Esta função R(E' - E) provêm da expressão que representa a probabilidade de um neutron passar pelo 1º colimador ser refletido pelo cristal, passar pelo 2º colimador e atingir o detetor[3], ou seja:

$$J(\delta) = \int_{\phi_1'a}^{\phi_1'b} I(\phi_1)\ \Xi(\eta)\ A(\phi_2)\ d\ \phi_1$$

substituindo as expressões para $I(\phi_1)$, $\Xi(\eta)$ e $A(\phi_2)$ e resolvendo a integral, chega-se à expressão (1)

$$J(\delta) = IK \exp\left[- \frac{4\ \ln 2\ \delta^2}{(\Delta\ \theta)^2}\right] \qquad (3)$$

onde o I é intensidade, o K é uma constante numérica, e o $\Delta\theta$ é da-

do por esta expressão

$$\Delta\theta = \left(\frac{a_1^2 b^2 + a_1^2 a_2^2 + a_2^2 b^2}{a_1^2 + a_2^2 + 4b^2} \right)^{1/2}$$

êle representa a largura total na metade do máximo da distribuição $J(\delta)$.

Uma vez escolhidos os colimadores e o cristal, estarão fixados os valôres de a_1, a_2 e b e o $\Delta\theta$ será constante e uma característica do aparêlho.

O cristal por nós utilizado foi o Al(θ) com estrutura de mosaico b = 0,159º e as divergências angulares dos nossos colimadores são:

$$a_1 = .2270º$$
$$a_2 = .2454º$$
$$\text{e o} \quad \Delta\theta = .1669º = 2{,}9 \times 10^{-3} \text{ rd}$$

$$(4) \qquad R(E' - E) = A(E')^{-3} \exp - \left[\frac{4 \ln 2 \, (E' - E)^2}{(\Delta E)^2} \right]$$

O R(E' - E) da expressão (4) representa a expressão (3) convertida em energia e representa a função resolução quando a energia do feixe monocromático é E, e E' é a variável na qual R é calculada, A é uma constante numérica ΔE é dado por esta expressão:

$$E = 4 \, d \cos\theta \, (.286)^{-1} \, E^{3/2} \, \Delta\theta$$

onde (d) é a distância interplanar do cristal do Al em unidades de 10^{-8} cm e θ é o ângulo de Bragg relativo à energia E em eV.

O $(E')^{-3}$ é um têrmo que leva em conta a distribuição es-

espectral do reator, a refletividade do cristal e a eficiência 1/v do detetor.

Retornanco à equação (2) converteremos a transmissão T_R em secção de choque

$$\sigma_R = \frac{\ln T_R^{-1}}{N}$$

Há mais um efeito que infue na medida de uma ressonância, que deveremos considerar, que é a contaminação de ordens superiores do cristal.

Quando selecionamos energia de neutrons pela lei de Bragg, estamos interessados apenas na energia E_1, ou seja para n = 1, que são as reflexões de 1a. ordem; porém juntamente com E_1 temos E_2 para n = 2, E_3 para n = 3, etc.

Iremos considerar as intensidades relativas apenas entre 1a. e 2a. ordem que é dada pela relação[4]:

$$k = \frac{I_2}{I_1} = \frac{(\varepsilon \, \emptyset \, R \, \Delta \, E \, F)_2}{(\varepsilon \, \emptyset \, R \, \Delta \, E \, F)_1}$$

Os subscritos referem-se à ordem

- ε é a eficiência do detetor
- R a refletividade do cristal
- $\emptyset$ o fluxo incidente no cristal
- E a largura de resolução do espectrômetro
- F independe da energia mas depende da ordem e é definido como $F = f \times e^{-2M}$, i.e., o produto do fator de estrutura cristalina pelo fator de temperatura Debye-Waller, onde $M_2 = 4M_1$

Determinamos que a relação entre $\varepsilon \, \emptyset \, R \, \Delta \, E$ entre 1a. e 2a.

ordem tem uma dependência com a energia da forma $(E^2/E_1)^{-2}$, a relação ficará:

$$k = (E^2/E_1)^{-2} \quad e^{-6M_1}$$

(o k calculado para Al(111) foi k = 0,0497), e para afetar σ_R com 2a. ordem, utiliza-se a expressão:

$$\sigma_{obs} = \quad R + \frac{1}{N} \ln \frac{1 + k}{1 + k \exp N (\sigma_R - \sigma_2)}$$

o σ_2 é a secção de choque na energia $4E_1$, é completamente fora da ressonância e foi tomada constante no "range" de energia medido ... σ_2 = 25 barns como indica o BNL 325.

Esta última expressão corresponde à curva de secção de choque esperada, que devemos medir.

Na figura 1 podemos ver:

A curva (A) representa a curva calculada por Breit-Wigner

A curva (B) considerando Doppler apenas i.e. a curva de $\sigma(E,\psi)$

A curva (C) é a curva de σ_R, i.e., considerando a resolução do aparêlho.

A curva (D) é a final considerando mais a contaminação de 2a. ordem do cristal e é a curva teórica esperada.

Medimos os pontos experimentais e verificamos que há um bom acôrdo com a curva teórica. Esta concordância indica, dentro do êrro experimental, a validade função resolução da análise de contaminação de ordem do cristal e dos parâmetros considerados.

REFERÊNCIAS

1. H.H. Landon, Phys. Rev. 100, 1414 (1955).

2. W.E. Lamb, Jr. Phys. Rev. 55, 190 (1939).

3. V.L. Sailor, H.L. Foote, Jr. H.H. Landon and R.E. Wood, Rev. Sci. Instr. 27 (1956).

4. Borst, L.B. and Sailor, V.L. Rev. Sci. Instr. 24, 141 (1953).

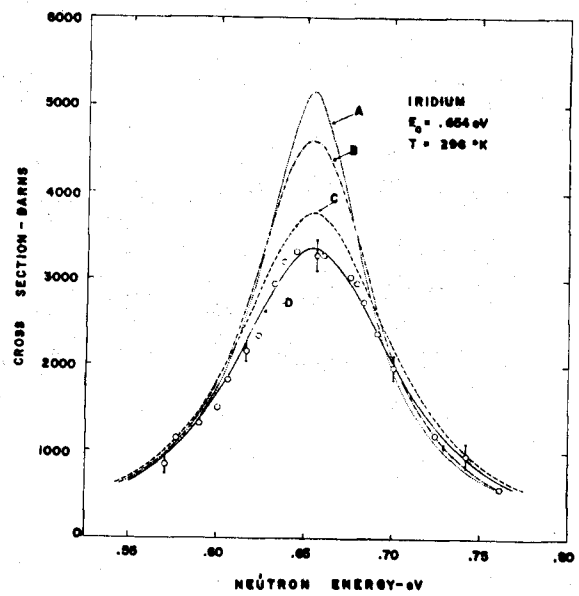


Figura 1

DETERMINAÇÃO EXPERIMENTAL DE PARÂMETROS CARACTERÍSTICOS DE CRISTAIS MONOCROMADORES DE NEUTRONS

R.G. Wenzel*, R. Fulfaro e R. Stasiulevicius

Com a finalidade de selecionar monocromadores de neutrons para o espectrômetro de cristal do Instituto de Energia Atômica e para o difratômetro de neutrons recentemente construído, foi efetuada uma série de medidas com cristais de Al, Pb, Cu e Ge.

Como fonte de neutrons, para essas medidas, foi usado o reator tipo piscina do I.E.A., e as medidas foram feitas no espectrômetro de cristal, mostrado na figura 1.

Os neutrons provenientes do reator passam pelo 1º colimador, são refletidos pelo cristal, passam pelo 2º colimador e atingem o detetor.

Para cada cristal foi medida a curva de "rocking" relativa a cada conjunto de planos refletor de neutrons.

Esta curva é obtida, fazendo uma variação angular do cristal, em tôrno da posição de Bragg e medindo simultâneamente a intensidade do feixe monocromático emergente, mantendo o braço do espectrômetro fixo.

Para isso, o aparêlho possui um mecanismo que faz o "rocking" automàticamente e um motor "selsyn" acoplado ao sistema, indica em um painel o ângulo que o cristal foi girado; a curva de "rocking" pode ser lida diretamente em um registrador.

A função intensidade que corresponde à distribuição representada pela curva de "rocking" será uma função dos colimadores e

---

* Agência Intern. Energia Atômica

do cristal.

A função transmissão do 1º colimador é dada pela expressão[1]:

$$I(\phi_1) = I_o \exp\left[-(\phi_1/\alpha_1)^2\right]$$

onde

ϕ_1 ≡ é o ângulo entre um raio individual incidente e o raio central incidente.

α_1 ≡ é representado pela expressão $\alpha_1 = \dfrac{a_1}{2(\ln 2)^{1/2}}$

onde

a_1 = é a divergência angular do colimador

e analogamente para o 2º colimador

$$A(\phi_2) = \exp\left[-(\phi_2/\alpha_1)^2\right]$$

O cristal é composto de blocos mosaicos, cada um individualmente perfeito, mas orientados em uma distribuição sôbre uma posição média.

Considera-se que as projeções, no plano horizontal, das normais, a um dado conjunto de planos cristalinos tenham uma distribuição gaussiana dessa forma[1]:

$$\Xi(\eta) = R_o(p) \exp\left[-(\eta/\beta)^2\right]$$

onde

η ≡ é o ângulo entre um bloco mosaico individual e um bloco mosaico central

β é dado por esta expressão $\beta = \dfrac{b}{2(\ln 2)^{1/2}}$

onde

b ≡ é a largura na metade do máximo dessa distribuição.

Portanto, o ângulo no qual qualquer raio individual é refletido é:

$$\theta' = \theta + \phi_1 + \eta \qquad (1)$$

onde $\theta \equiv$ é o ângulo de Bragg para um raio central refletido de um bloco de mosaico central.

Definimos $\delta \equiv \theta' - \theta$

A probabilidade de um neutron passar pelo 1º colimador , ser refletido pelo cristal, e então passar pelo 2º colimador e atingir o detetor, pode ser expressa como uma função δ^1.

$$J(\delta) = \int_{\phi_1 a}^{\phi_1 b} I(\phi_1) \equiv (\eta)\ A(\phi_2)\ d\,\phi_1$$

Quando efetuamos o "rocking" do cristal fixamos o ângulo 2θ entre o braço do espectrômetro e o feixe direto, e então fazemos um deslocamento dos planos do cristal, em tôrno da posição de Bragg.

A expressão (1) torna-se:

$$\theta' = \theta + \phi_1 + \eta + \gamma \qquad (2)$$

teremos então um J em função de δ e γ.

Resolvendo a integral obtemos:

$$J(\gamma) = K \frac{a_1\ a_2\ b}{\sqrt{a_1^2 + a_2^2 + 4b^2}} \quad \exp - \left[\frac{16\ \ln 2\ \delta^2}{a_1^2 + a_2^2 + 4b^2} \right] \qquad (3)$$

que é a função intensidade do feixe monocromático refletido pelo cristal, quando efetuamos o "rocking", isto é, os deslocamentos γ.

O critério da seleção dos cristais monocromadores foi baseado na expressão (3).

A largura total na metade do máximo dessa distribuição é:

$$W = \sqrt{\frac{a_1^2}{4} + \frac{a_2^2}{4} + b^2}$$

Estamos interessados em medir a estrutura de mosaico b , para cada conjunto de planos refletor de neutrons; como temos as divergências angulares dos colimadores fixos:

$$a_1 = .227^o = 13,64'$$
$$a_2 = .2454^o = 14,71'$$

Medimos a largura na 1/2 altura da curva de "rocking" W e obtemos b

$$b = \sqrt{W^2 - \frac{1}{4}(a^2 + a_2^2)} \qquad (4)$$

Além disso, o coeficiente da função intensidade pode ser "optimizado" de modo a dar um sistema monocromador de boa intensidade e resolução, para isso o b deve satisfazer aproximadamente a relação:

$$4b^2 \simeq a_1^2 + a_2^2$$

Para o espectrômetro, utilizado para examinar os cristais:

$$b \simeq \frac{\sqrt{a_1^2 + a_2^2}}{2} = .167^o \qquad (5)$$

Para o difratômetro onde $a_1 = .349^o$
$a_2 = .477^o$

$$b \simeq .295^o$$

Os cristais examinados são todos do sistema cúbico, e as curvas de "rocking" medidas são mostradas nas figuras de nº 2 ao nº 7. Nessas figuras é indicado na abcissa o ângulo de giro do cristal e na ordenada a intensidade do feixe refletido; é indicada também a largura W na metade da altura das curvas.

As figuras nº 2 e nº 3 pertencem aos vários conjuntos de planos refletores de neutrons de um cristal de Al, que marcamos como sendo alfa. Êste cristal tem a forma de uma esfera de 2 1/2" de diâmetro. Foram medidas para o Al(α) as curvas dos planos (200), $(\bar{2}00)$, $(2\bar{2}0)$, (111), (020) e $(0\bar{2}0)$; a que apresenta maior intensidade é o (111), sendo também a mais estreita com 15,12'. O Al(α) exibe picos simétricos para a maioria das reflexões examinadas.

Na figura 4 vemos as curvas de "rocking" dos cristais Al(β), Al(δ) e Al(θ), os três cristais têm a forma de placa.

As dimensões do Al(β) são 3" x 3" x 1", os planos (111) são paralelos às faces 3" x 3". Êste cristal exibe um pequeno satélite, mas poderá ser útil como monocromador, quando baixa resolução é requerida, pois a curva é um pouco larga 23,40'.

O Al(δ) tem 3" x 4" x 1", planos (111) paralelos às faces 3" x 4". Embora a curva seja um pouco inclinada é a mais estreita medida com 12,69', e com o máximo de intensidade bem alto, será muito útil como monocromador.

O Al(θ) tem 3" x 3" x 1/2", com planos (111) formando um ângulo da ordem de 20° com as faces 3" x 1/2"; êste cristal irá monocromatizar neutrons por transmissão.

Tem um mosaico da mesma ordem que o Al(δ), isto é 13,83', porém um máximo de intensidade menor.

A figura 5 mostra o Al(γ) que é também uma placa com dimensões 3" x 3" x 1/2", com planos (111) paralelos às faces 3"x3".

Tem um mosaico muito largo, é quase policristalino e não

será usado como monocromador.

As curvas da figura 6 pertencem aos cristais de Ge e Cu , são placas com planos (111) paralelos às faces.

O Ge tem intensidade pobre, mas devido ao seu mosaico deverá aparecer melhor no difratômetro.

O Cu possui excelente intensidade, porém a curva é um pouco inclinada, será útil no difratômetro.

As três curvas da figura 7 pertencem ao chumbo, cristal com dimensões 3" x 3" x 1/2".

Foram feitas duas medidas de curvas de "rocking" para os planos (111). Um por reflexões em um conjunto de planos paralelos às faces 3" x 3" e outro com planos que formam ~70° com as faces 3" x 3". O (111) por transmissão possui uma curva mais estreita e com máximo de intensidade bem mais alto.

Foi medida também a curva de "rocking" de um conjunto de planos (220) dêsse cristal de Pb.

O Pb (220) exibe pico bem simétrico e um máximo de intensidade muito bom.

Na figura 8 é mostrada uma tabela com a identificação dos cristais, o ângulo fixo do braço, os planos refletores medidos,(todos os planos foram verificados também por medida de secção de choque total do ouro); distância interplanar dos planos, largura da curva de "rocking", o máximo de intensidade, o valor do mosaico em minutos e em graus.

A seleção dos cristais é feita com base no máximo de intensidade, na condição de optimização e na simetria das curvas.

Foram escolhidos para o espectrômetro o Al(α) plano (111); o Al(δ) e o Al(θ).

Pode-se notar que quando o mosaico se casa bem com a condição de "optimização" têm-se boa intensidade.

Para o difratômetro o mais útil é o Pb(220), seguindo-se o Ge, Cu e o Al(β).

REFERÊNCIAS

1. V.L. Sailor, H.L. Foote, Jr. H.H. Landon e R.E. Wood Rev. Sci. Instr. 27, (1956), 26.

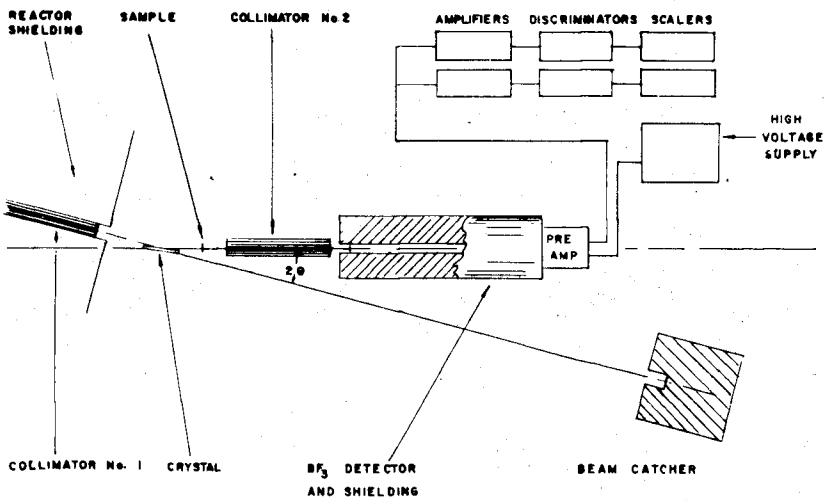


Figura 1

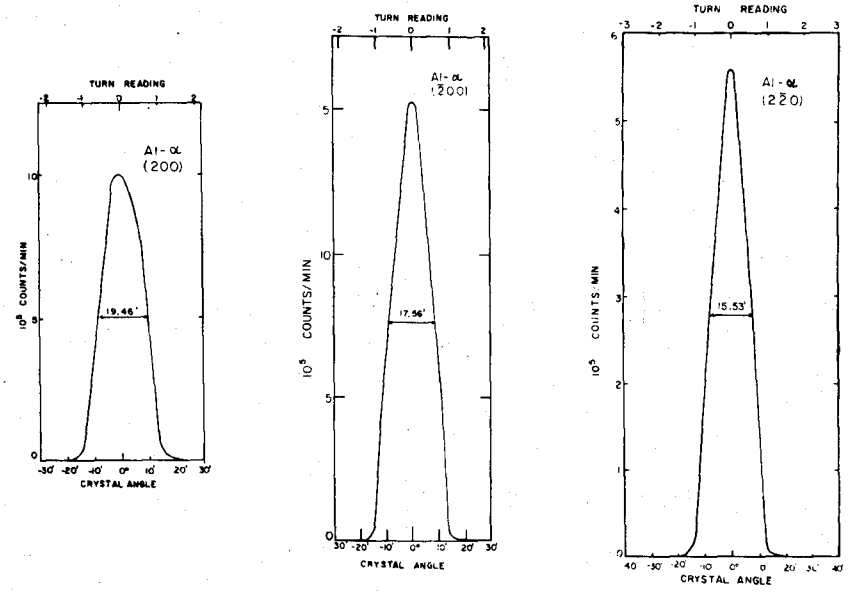


Figura 2

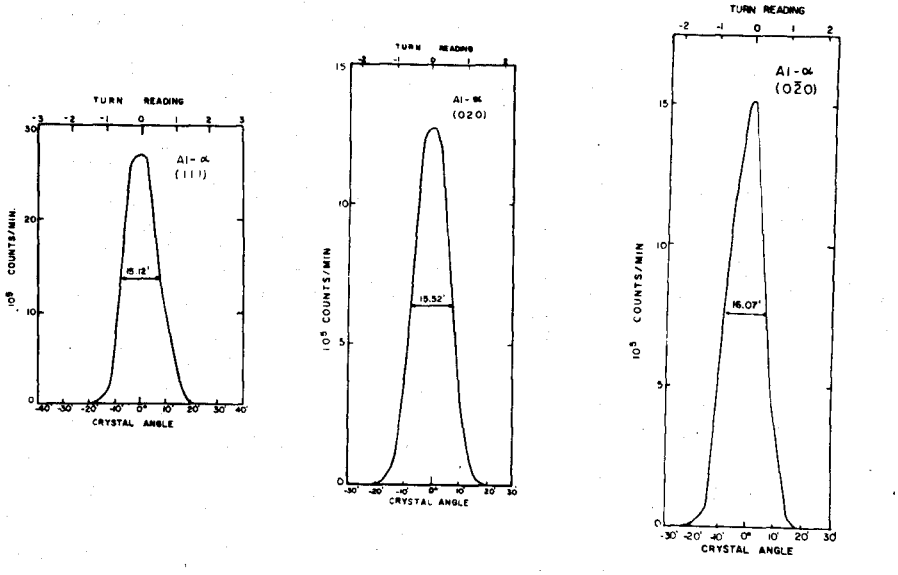


Figura 3

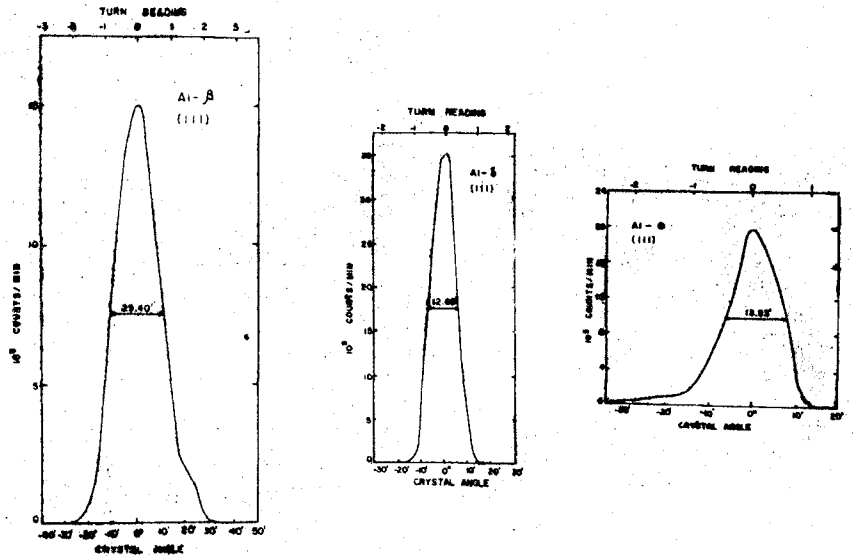


Figura 4

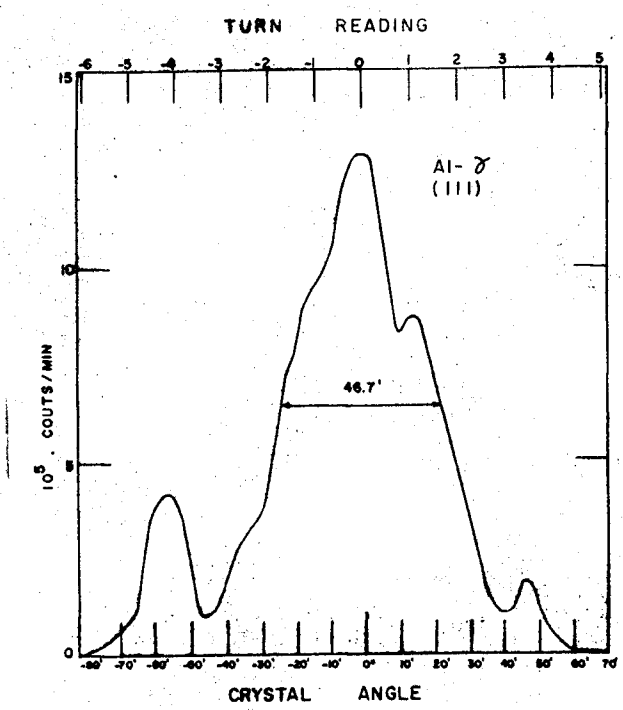


Figura 5

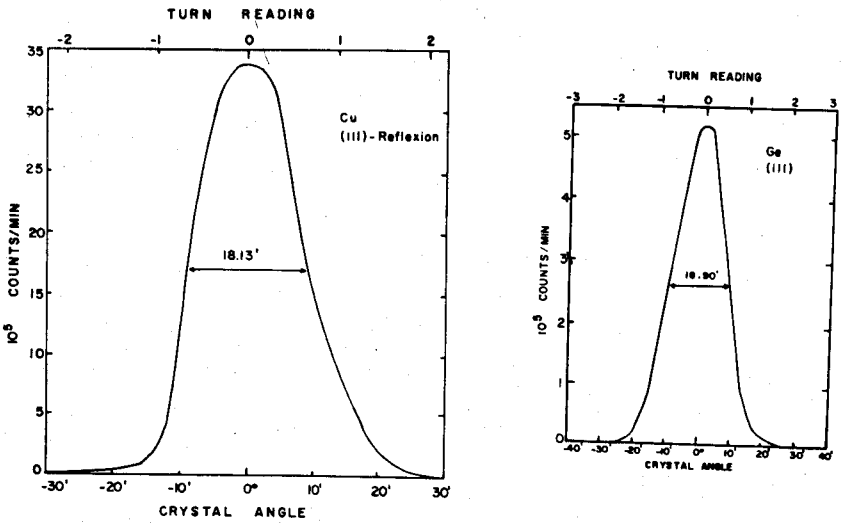


Figura 6

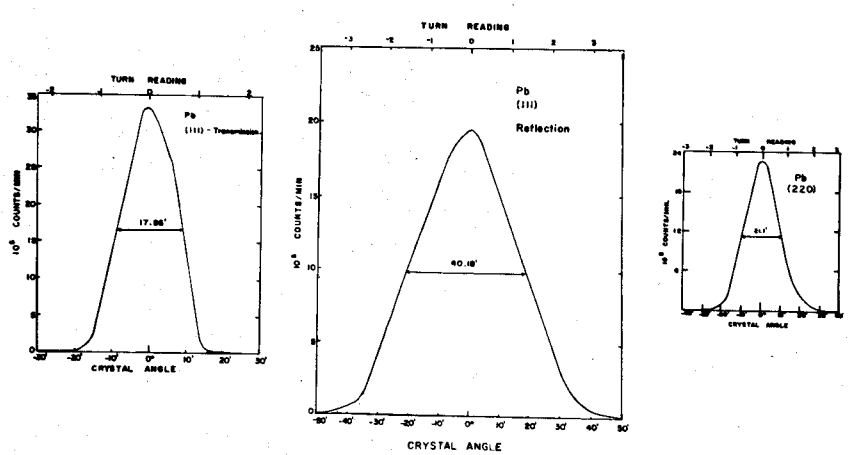


Figura 7

Figura 8

Cristal	Ângulo de Espalhamento (2θ)	Planos (hkl)	Distância Interplanar d_{hkl} (Å)	Largura W (voltas)*	Largura W (min)	Max. Intens. Norm. para 100K	Mosaico b (min)	b (graus)
Al(α)	35°	(2$\bar{2}$0)	1,43	1,15	15,53	2,8	11,9	,198
	25°	(200)	2,86	1,44	19,46	5,0	16,7	,278
		(020)	2,86	1,15	15,52	6,4	11,9	,198
		(0$\bar{2}$0)	2,86	1,19	16,07	7,6	12,6	,210
		($\bar{2}$00)	2,86	1,30	17,56	7,7	14,4	,240
		(111)	2,33	1,12	15,12	13,5	11,3	,188
Al(β)		(111)	2,33	1,73	23,4	7,4	21,2	,354
Al(γ)		(111)	2,33	3,46	46,7	6,4	45,7	,762
Al(δ)		(111)	2,33	,94	12,69	17,7	7,8	,130
Al(θ)		(111)	2,33	1,03	13,83	9,9	9,55	,159
Ge		(111)	3,26	1,40	18,90	2,6	16,0	,266
Pb	20,46°	(111) refl	2,85	2,98	40,18	9,75	38,9	,648
	20,46°	(111) trans	2,85	1,32	17,86	16,7	14,8	,246
	33,8°	(220)	1,75	1,57	21,1	11,4	18,55	,309
Cu	29,00°	(111) refl	2,08	1,34	18,13	16,9	15,11	,251

* 1 volta = 13,5'

ESPALHAMENTO PARAMAGNÉTICO DE NEUTRONS POR IONS DE TERRAS RARAS

Marieta C. Mattos

No espalhamento total de neutrons lentos por terras raras, além do espalhamento nuclear, deve ser levado em conta o espalhamento paramagnético, devido à interação dos neutrons com os eletrons da camada 4f incompleta.

A secção de choque total de espalhamento paramagnético é calculada pela expressão[1,2]

$$\sigma_{pm} = \frac{2}{3}\pi \left(\frac{e^2}{mc^2}\right)^2 \gamma^2 \mu^2 \overline{f^2} , \qquad (1)$$

onde $\frac{e^2}{mc^2}$ é o raio clássico do eletron, γ e μ são, respectivamente, os momentos magnéticos do neutron e do átomo espalhador e $\overline{f^2}$ é o quadrado do fator de forma magnético, tomando-se a média para tôdas as direções no espaço.

Para se calcular $\overline{f^2}$, usamos a teoria do espalhamento de neutrons por ions paramagnéticos dada por Trammell[2], que mostrou que o fator de forma magnético, para um ion de terra rara, é dado aproximadamente por

$$f(K) = \frac{\vec{L} \times \vec{J} < g_o - \frac{1}{2} g_2 > + 2\, \vec{S} \times \vec{J} < j_o >}{\vec{L} \times \vec{J} + 2\, \vec{S} \times \vec{J}} \qquad (2)$$

onde $K = 4\pi \frac{\operatorname{sen}\theta}{\lambda}$,

$< g_o - \frac{1}{2} g_2 >$ e $< j_o >$ são funções que foram calculadas por Blume, Freeman e Watson[3] usando funções de onda de Hartree-Fock e repre-

sentam, respectivamente, as contribuições orbital e spin.

S, L e J podem ser calculados assumindo-se[2] que os elétrons 4f estão acoplados à maneira de Russell-Saunders e assumindo-se o estado fundamental de Hund.

Na Tabela I temos as funções f(K) para as terras raras triplamente ionizadas. Para o promécio, o samário e o európio, os f(K) não foram calculados porque é pequena[4], comparada com kT, a separação entre o estado fundamental e o estado seguinte de mais alta energia - assim sendo, é considerável[5,6] a contribuição de outros estados J além do de mais baixa energia, e a hipótese do estado fundamental de Hund não é válida para essas três terras raras. Os fatôres de forma para elas não podem ser dados simplesmente pela equação (2). No caso do európio, aquela equação daria ... f(K) = 0, e nessa aproximação não há espalhamento paramagnético.

Para o íon de gadolíneo o fator de forma é só $< j_o >$, uma vez que é sabido que o gadolíneo está num estado S; não há contribuição orbital a seu fator de forma.

A Tabela II dá os valôres de f(K) para as terras raras.

Para se obter a integral do fator de forma elevado ao quadrado,

$$\overline{f^2}(x) = 2\lambda^2 \int_0^{1/\lambda} x\, f^2(x)\, d\, x, \text{ sendo } x = \frac{\text{sen } \theta}{\lambda}$$

$\overline{f^2}(x)$ é uma função do comprimento de onda, que se reduz à unidade para λ grande comparado com a dimensão da camada 4f, isto é, para $\lambda > 10$ Å. Nesse limite, a secção de choque paramagnética tende a um valor assintótico σ_{as}. $\overline{f^2}(x)$ aproxima-se de zero para λ comparável com o diâmetro da camada 4f, isto é, para $\lambda < 1$ Å.

Os $\overline{f^2}(x)$ foram calculados por integração numérica.

As secções de choque totais de espalhamento paramagnéti-

co foram calculadas pela equação (1), usando-se os valôres medidos[7] dos momentos magnéticos dos íons das terras raras na forma de óxido.

A Tabela III dá os valôres de σ_{pm} em função da energia, para as terras raras.

Uma comparação dos $\overline{f^2}$ calculados com os obtidos experimentalmente, dados por σ_{pm}/σ_{as}, foi feita na referência 8 para o caso do hôlmio e túlio. A boa concordância verificada indica que as secções de choque paramagnéticas apresentadas na Tabela III, para as terras raras, podem ser usadas na análise de dados obtidos por medidas de secção de choque total, para neutrons.

REFERÊNCIAS

1. O. Halpern e M.H. Johnson, Phys. Rev. 55, 898 (1939).

2. G.T. Trammell, Phys. Rev. 92, 1387 (1953).

3. M. Blume, A.J. Freeman e R.E. Watson, J. Chem. Phys. 37, 1245 (1962); uma errata foi publicada em J. Chem. Phys. 41, 1878 (1964).

4. J.H. Van Vleck, The Theory of Electric and Magnetic Susceptibilities (Oxford University Press, London, 1932), p. 245.

5. D.M. Yost, H. Russell e C.S. Garner, The Rare Earth Elements and Their Compounds (John Wiley and Sons, Inc., New York, 1950), 2a. edição, cap. 2.

6. K.A. Gschneidner, Jr., Rare Earth Alloys (D. Van Nostrand Company, Inc., New York, 1961) p.43.

7. J.A. Gibson, e G.S. Harvey, Properties of the Rare Earth Metals and Compounds, Tech. Report AFML-TR-65-430 (Janeiro de 1966).

8. R.L. Zimmerman, L.Q. Amaral, R. Fulfaro, M.C. Mattos, M. Abreu e R. Stasiulevicius, Nucl. Phys. A 95, 683 (1967).

TABELA I

Funções f(K) para as terras raras triplamente ionisadas

Ce^{3+}	$4/3 < g_o - 1/2\ g_2 > - 1/3 < j_o >$
Pr^{3+}	$1.5 < g_o - 1/2\ g_2 > - 0.5 < j_o >$
Nd^{3+}	$1.75 < g_o - 1/2\ g_2 > - 0.75 < j_o >$
Gd^{3+}	$< j_o >$
Tb^{3+}	$1/3 < g_o - 1/2\ g_2 > + 2/3 < j_o >$
Dy^{3+}	$0.5 < g_o - 1/2\ g_2 > + 0.5 < j_o >$
Ho^{3+}	$0.6 < g_o - 1/2\ g_2 > + 0.4 < j_o >$
Er^{3+}	$2/3 < g_o - 1/2\ g_2 > + 1/3 < j_o >$
Tm^{3+}	$5/7 < g_o - 1/2\ g_2 > + 2/7 < j_o >$
Yb^{3+}	$0.75 < g_o - 1/2\ g_2 > + 0.25 < j_o >$

TABELA II

Valôres de f(K) em função de $\frac{K}{4\pi}$ (em $\mathring{A}^{-1}$)

$\frac{K}{4\pi} = \frac{\text{sen } \theta}{\lambda}$	Ce^{3+}	Pr^{3+}	Nd^{3+}	Gd^{3+}	Tb^{3+}	Dy^{3+}	Ho^{3+}	Er^{3+}	Tm^{3+}	Yb^{3+}
0	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
0,05	0,990	0,992	0,994	0,986	0,988	0,989	0,990	0,991	0,992	0,992
0,10	0,961	0,968	0,977	0,945	0,954	0,959	0,962	0,965	0,967	0,969
0,15	0,914	0,931	0,950	0,881	0,900	0,911	0,918	0,924	0,928	0,932
0,20	0,854	0,882	0,913	0,802	0,799	0,850	0,862	0,872	0,879	0,886
0,25	0,785	0,825	0,866	0,714	0,757	0,781	0,798	0,812	0,822	0,832
0,30	0,713	0,761	0,814	0,623	0,677	0,708	0,729	0,746	0,760	0,772
0,35	0,640	0,694	0,756	0,534	0,597	0,634	0,660	0,680	0,696	0,711
0,40	0,567	0,628	0,695	0,449	0,520	0,562	0,591	0,614	0,633	0,649
0,45	0,498	0,561	0,633	0,371	0,448	0,493	0,524	0,550	0,570	0,588
0,50	0,433	0,498	0,572	0,301	0,382	0,429	0,462	0,489	0,511	0,530
0,60	0,323	0,384	0,456	0,187	0,269	0,317	0,352	0,380	0,403	0,423
0,70	0,236	0,289	0,356	0,105	0,182	0,228	0,262	0,289	0,311	0,332
0,80	0,169	0,214	0,273	0,051	0,119	0,160	0,190	0,215	0,237	0,256
0,90	0,120	0,156	0,204	0,016	0,075	0,110	0,136	0,159	0,178	0,195
1,00	0,085	0,114	0,153	-0,004	0,045	0,074	0,096	0,115	0,132	0,147
1,10	0,060	0,082	0,111	-0,015	0,024	0,048	0,069	0,082	0,096	0,108
1,20	0,041	0,058	0,081	-0,020	0,023	0,031	0,046	0,058	0,073	0,082
1,30	0,028	0,032	0,060	-0,021	0,016	0,009	0,030	0,041	0,055	0,059

TABELA III

Valôres de σ_{pm} (em barns) em função da energia, para terras raras

E (eV)	Ce^{3+}	Pr^{3+}	Nd^{3+}	Gd^{3+}	Tb^{3+}	Dy^{3+}	Ho^{3+}	Er^{3+}	Tm^{3+}	Yb^{3+}
	$4.12\ \overline{f^2}$	$7.90\ \overline{f^2}$	$8.34\ \overline{f^2}$	$38.03\ \overline{f^2}$	$57.34\ \overline{f^2}$	$68.47\ \overline{f^2}$	$68.47\ \overline{f^2}$	$56.16\ \overline{f^2}$	$35.20\ \overline{f^2}$	$12.34\ \overline{f^2}$
0.000204	4.04	7.77	8.24	36.97	55.26	67.04	67.10	55.15	34.60	12.14
0.000818	3.92	7.59	8.10	35.47	53.72	65.01	65.25	53.75	33.79	11.87
0.00183	3.74	7.31	7.79	33.18	51.00	61.89	62.38	51.55	32.45	11.44
0.00328	3.50	6.93	7.58	30.29	47.32	57.82	58.61	48.63	30.73	10.86
0.0051	3.23	6.49	7.22	27.18	43.22	53.29	54.37	45.32	28.79	10.21
0.0074	2.94	6.04	6.83	24.13	39.11	48.73	50.12	42.01	26.79	9.54
0.0100	2.66	5.54	6.37	21.05	34.83	43.88	44.92	38.36	24.57	8.79
0.0125	2.43	5.04	5.89	18.23	30.80	39.24	40.53	34.76	22.42	8.05
0.0168	2.16	4.56	5.41	15.71	27.09	34.92	36.43	31.39	20.31	7.33
0.0205	1.92	4.12	4.97	13.57	23.86	31.11	32.73	28.36	18.44	6.68
0.0243	1.71	3.71	4.54	11.72	21.00	27.67	29.31	25.55	16.68	6.07
0.0285	1.52	3.34	4.14	10.15	18.49	24.61	26.29	22.97	15.10	5.50
0.0340	1.35	2.99	3.75	8.78	16.24	21.80	23.42	20.61	13.59	4.97
0.0390	1.20	2.69	3.40	7.66	14.33	19.39	20.95	18.53	12.25	4.50
0.0430	1.06	2.39	3.06	6.66	12.60	17.56	18.62	16.57	10.98	4.05
0.0490	0.96	2.17	2.79	5.90	11.26	15.78	16.84	14.99	9.96	3.69
0.0580	0.86	1.97	2.55	5.26	10.11	14.23	15.27	13.59	9.08	3.37
0.0670	0.77	1.77	2.30	4.66	9.00	12.70	13.63	12.24	8.17	3.04
0.0730	0.70	1.60	2.09	4.17	8.07	11.43	12.32	11.06	7.43	2.76
0.0850	0.63	1.46	1.91	3.78	7.34	10.41	11.23	10.11	6.79	2.54
0.0900	0.57	1.33	1.74	3.42	6.63	9.43	10.20	9.21	6.20	2.31
0.097	0.53	1.22	1.61	3.13	6.09	8.67	9.38	8.48	5.70	2.13
0.110	0.48	1.12	1.48	2.87	5.57	7.94	8.63	7.75	5.24	1.96
0.120	0.44	1.02	1.35	2.60	5.06	7.20	7.81	7.08	4.79	1.79
0.138	0.38	0.88	1.17	2.25	4.36	6.22	6.78	6.12	4.12	1.54
0.150	0.35	0.81	1.08	2.08	4.03	5.74	6.23	5.67	3.84	1.43

CARACTERÍSTICAS DO CONTADOR 4π TIPO PILL-BOX

Dagmar C.C. Reis e Lais Pimenta de Moura

Para medidas absolutas de atividades de radioisótopos, o método de contagem em geometria 4π pode fornecer altas precisões devido à grande eficiência intrínseca dêsse tipo de detetor.

Várias correções necessárias em sistemas de baixa geometria são eliminadas no método 4π , o que diminui consideràvelmente o êrro no cálculo das taxas de desintegração, que é devido apenas a:

- Flutuações estatísticas nas medidas de fontes e de background. Pode-se minimizar a contribuição dêste êrro aumentando-se o tempo de observação das contagens.
- Absorção no suporte e auto-absorção. Pode-se reduzir tais fatôres por técnicas especiais de preparação das amostras, entretanto, êstes são os fatôres que limitam a precisão do método, pois dependem da energia máxima do emissor e são críticos para emissores beta de baixa energia.
- Probabilidade de resposta do detetor diferente de 1. Esta probabilidade pode ser menor do que 1: devido à perda da geometria 4π para fontes extensas, por absorção tangencial no suporte; quando há perdas de contagem devidas ao tempo morto do sistema; quando o fator de amplificação gasosa não é suficiente, o que se verifica pelos patamares de contagem. Por outro lado, quando a amplificação é excessiva para tensões muito altas ou quando o gás de contagem contém impurezas com afinidade eletrônica, podem ocorrer fenômenos secundários que causam

descargas espúrias, sendo a probabilidade de resposta maior do que 1.

As condições necessárias para que a probabilidade de resposta seja o mais próximo possível de 1 devem ser examinadas com detalhe, bem como as correções que devem ser introduzidas em caso contrário.

O contador 4π tipo pill-box apresenta uma série de vantagens em comparação com os contadores 4π convencionais: construção simples, volume pequeno, versatilidade na utilização, tempo curto para estabilização do fluxo gasoso, facilidade na troca de amostras.

O Laboratório de Metrologia Nuclear dispõe de dois detetores 4π pill-box com gás em circulação, trabalhando em regime proporcional (figura 1). Êles foram totalmente construídos no IEA, em latão, com um volume interno aproximadamente cilíndrico de 30mm de diâmetro e 65 mm de comprimento. Os anodos de aço inoxidável têm diâmetro de 24 μ e são mantidos tensos paralelos ao eixo do cilindro por isoladores de teflon.

O gás de contagem utilizado é a propana purificada por um sistema de carvão ativo, resina catiônica e sílica-gel. A análise dêsse gás foi feita com espectrômetro de massa e os resultados mostraram uma quantidade mínima de impurezas, sendo sua porcentagem máxima de 0,1%.

O sistema de troca de amostras consiste em uma placa distante 1,5 cm dos planos dos anodos, que desliza entre as duas metades do contador por guarnições de borracha. Tal construção permite a troca das amostras sem abertura do contador, o que diminui consideràvelmente o tempo para contagens sucessivas de várias fontes.

Com o objetivo de evitar regiões de intensidade reduzida do campo elétrico, duas peças de latão são introduzidas como parte do catodo, para melhor definir o campo.

A utilização da propana como gás de contagem exige volta-

gem de operação muito alta. Por êsse motivo devem ser tomados cuidados especiais com o sistema de isolação de alta tensão, tendo sido modificados os isoladores de teflon do projeto original por isoladores maiores, para evitar possíveis descargas de alta tensão.

Na figura 2 vê-se o detetor 4π pill-box e sistema eletrônico. A blindagem de chumbo foi retirada para ficarem mais visíveis do detetor.

O sistema eletrônico associado ao contador está representado esquemàticamente na figura 3. É constituido por:

- fonte de alta tensão de 0 a 6 KV, cuja estabilidade é de 0,005% por hora..
- pré-amplificador de baixo ruído acoplado aos anodos ligados em paralelo. O pré dispõe de ganhos 1,3 e 10.
- amplificador linear com formação de pulso por dupla diferenciação com linha de atraso, o que permite que a duração do pulso não se prolongue, mesmo para uma sobrecarga de 300 vêzes. O ganho é variável por etapas de 2, de 110 a 7000.
- analisador de altura de pulsos.
- circuito formador e fixador de tempo morto, que permite fixar o tempo morto em 5 valôres: 2,5; 5; 10; 15 e 20 μseg. (20%).

Foi analisado o espectro de pulsos na saída do amplificador para a verificação da perda do começo do espectro. Nas condições normais de operação vários pulsos estão já saturados, o que permite eliminar o ruído eletrônico por meio de um nível de discriminação conveniente sem afetar a resposta do contador.

Pelas curvas do espectro de pulsos do Co^{60} (figura 4) observa-se que um nível de discriminação da ordem de 5V corta completamente o ruído, sendo a perda do começo do espectro despresível

(da ordem de 0,25 KeV).

Um possível desvio da geometria 4π foi verificado efetuando-se medidas de uma mesma fonte, variando o diâmetro interno do suporte. Essas medidas foram feitas para S^{35} e P^{32}.

As curvas (figura 5) mostram que a contagem se mantém constante até um dado diâmetro interno do suporte, diminuindo a partir dêsse valor. Determina-se assim a distância mínima permissível entre a periferia da fonte e o suporte para que o contador tenha efetivamente geometria 4π. Tal distância é da ordem de 0,25 cm para S^{35} (Em = 0,167 MeV) e de 0,45 cm para o P^{32} (Em = 1,71 MeV).

Vê-se portanto que o efeito de perda por absorção tangencial é mais importante para emissores de alta energia, pois para êstes a ionização na região central é bem menor que para os de baixa energia.

Utilizam-se normalmente suportes com diâmetro interno 1,5 cm e as fontes em geral têm diâmetro da ordem de 0,5 cm.

O tempo morto fixado eletrônicamente deve ser maior do que o tempo morto intrínseco do detetor mais o do sistema eletrônico associado. Por meio de um gerador de duplo pulso com retardo variável e osciloscópio mede-se periòdicamente o tempo morto fixado.

Para verificar as perdas de contagem devidas a êste fator, mediu-se também o decaimento de fonte bem intensa de meia vida curta, no caso a Ag^{110}.

Na figura 6 são apresentados os patamares de contagem para o $Sr^{90} + Y^{90}$ e para o Co^{60} variando ganho do amplificador e nível de discriminação. Verifica-se que aumentando-se o nível de discriminação ou diminuindo-se o ganho, há um deslocamento dos patamares para tensões mais altas de polarização, mas as contagens nos patamares são as mesmas.

As curvas características para emissores de diferentes

energias (figura 7) mostram que para energias mais altas os patamares começam em tensões mais elevadas, o que é explicado pelo fato de os emissores de mais alta energia produzirem menor quantidade de ionização na região central, que é a zona de máxima intensidade de campo elétrico.

Na figura 8 tem-se os patamares para fonte de S^{35} com suporte não metalizado, metalizado de um lado e totalmente metalizado.

Verifica-se que a condutividade do suporte é indispensável nesse tipo de detetor; uma área isolante na região da fonte perturba o campo elétrico de tal modo que a intensidade do campo será nula neste local e consequentemente haverá uma baixa eficiência de coleção de ions, principalmente para emissores de baixa energia que têm pequeno alcance e produzem a maior parte da ionização nas vizinhanças da fonte.

Como para diminuir o efeito de absorção no suporte são utilizados filmes plásticos que podem ser feitos com espessuras da ordem de 7 $\mu g/cm^2$, evitam-se os efeitos de distorção no campo elétrico metalizando os suportes de VYNS por vaporização de ouro em alto vácuo.

Pela análise das curvas características vê-se que os patamares têm extensão não inferior a 400 V e inclinação praticamente nula para o gás propana, o que garante, mesmo para os beta de baixa energia, uma probabilidade de resposta igual a 1.

O fator de amplificação gasosa foi medido por um método que consiste em traçar curvas de discriminação para diferentes tensões aplicadas ao detetor e efetuar as relações dos níveis de discriminação correspondentes às mesmas contagens para duas curvas consecutivas (figura 9). A razão entre os níveis é a relação das amplificações gasosas para as duas voltagens. Iniciando-se a medida na região de câmara de ionização em que a amplificação gasosa é 1, calculam-se as várias relações e efetua-se a curva de amplifica-

ção em função de alta tensão, por multiplicações sucessivas.

Para as tensões baixas utiliza-se fonte alfa (Po^{210}) e para as tensões mais altas um emissor beta (Co^{60}), efetuando-se medidas numa região de voltagem comum para os dois emissores, de modo a garantir a continuidade da curva de amplificação gasosa.

Para evitar que haja pulsos saturados na saída do amplificador, diminui-se o ganho dêste para compensar o aumento da amplificação gasosa com o aumento da alta tensão, levando-se em conta esta variação no cálculo das relações entre os níveis.

A curva de amplificação gasosa em função da voltagem aplicada (figura 10) mostra uma boa concordância com a previsão teórica que dá um comportamento aproximadamente exponencial para esta função. O valor da amplificação gasosa para a tensão de operação beta (3500 V) é da ordem de 10^6, para a propana. Êste valor é bastante alto em comparação com o do gás metana, comumente usado, que é da ordem de 10^4.

Com êsse tipo de detetor e com métodos especiais de preparação das amostras atingiram-se valôres para as eficiências beta da ordem de 95% para os beta de baixa energia do Co^{60} e de 99% para beta de alta energia, como os do Au^{198}.

Para os emissores beta de alta energia é possível alcançar valôres abaixo de 1% para a precisão na medida da atividade. Entretanto, para os de baixa energia não é possível atingir tal valor devido ao problema da auto-absorção.

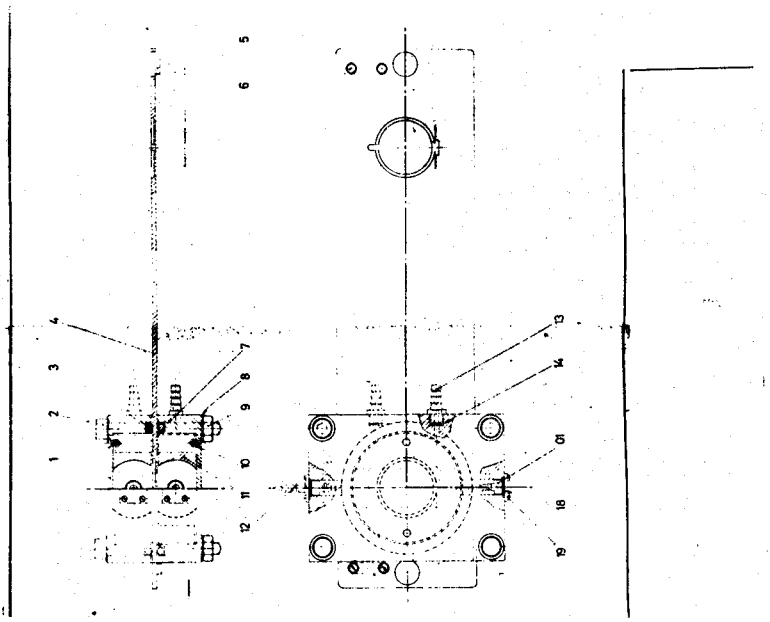


Figura 1a

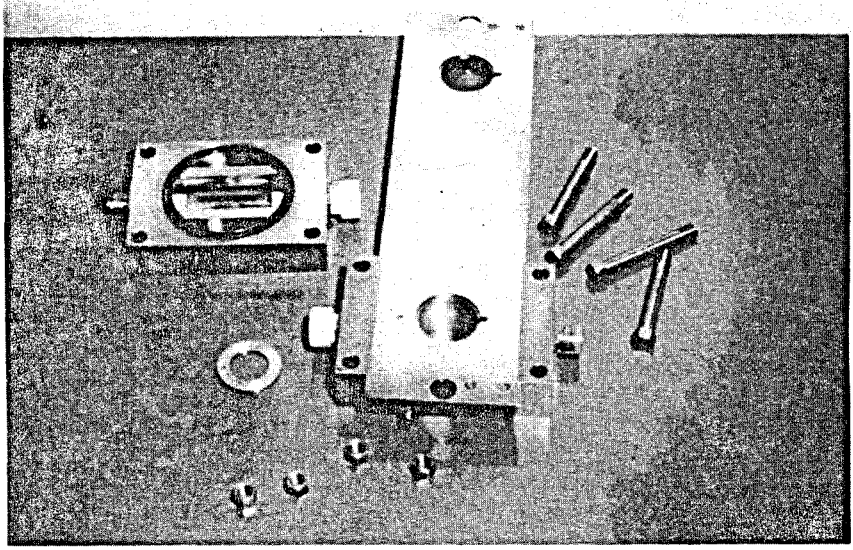


Figura 1b

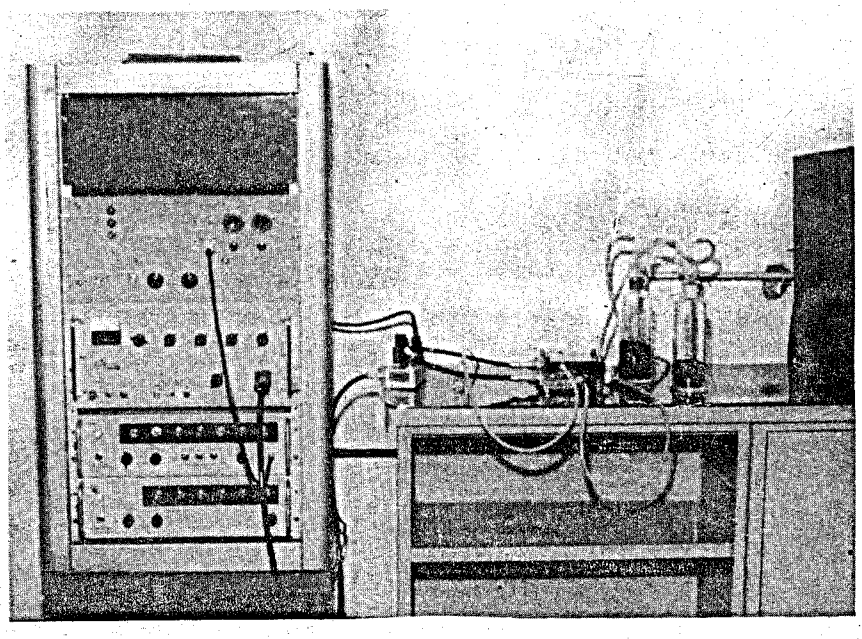


Figura 2

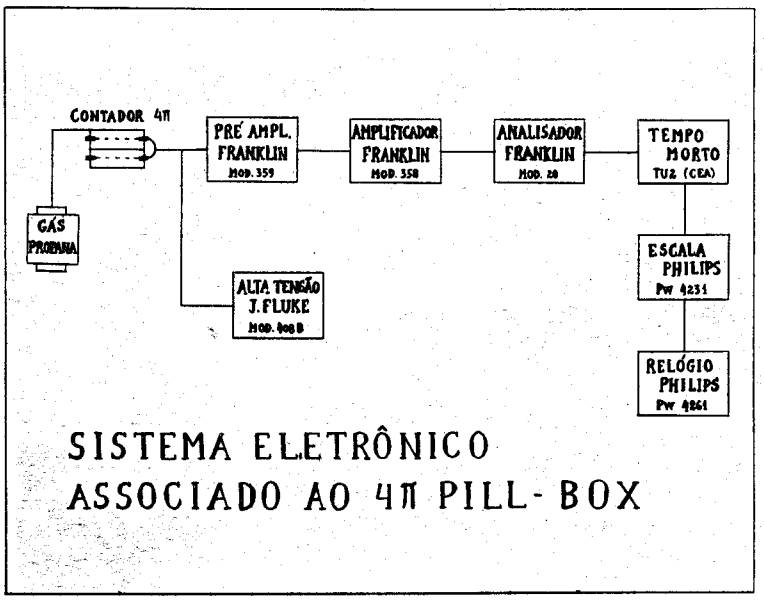


Figura 3

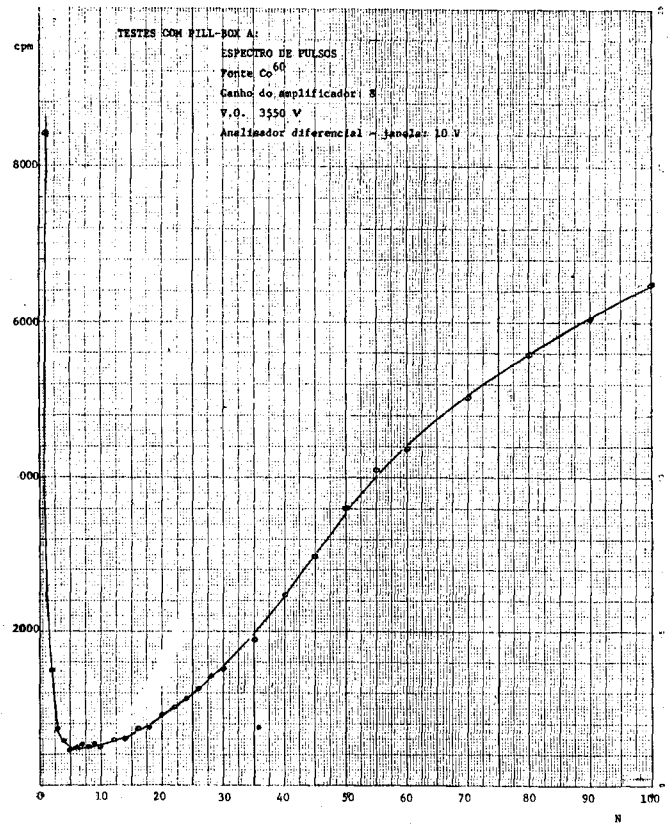


Figura 4

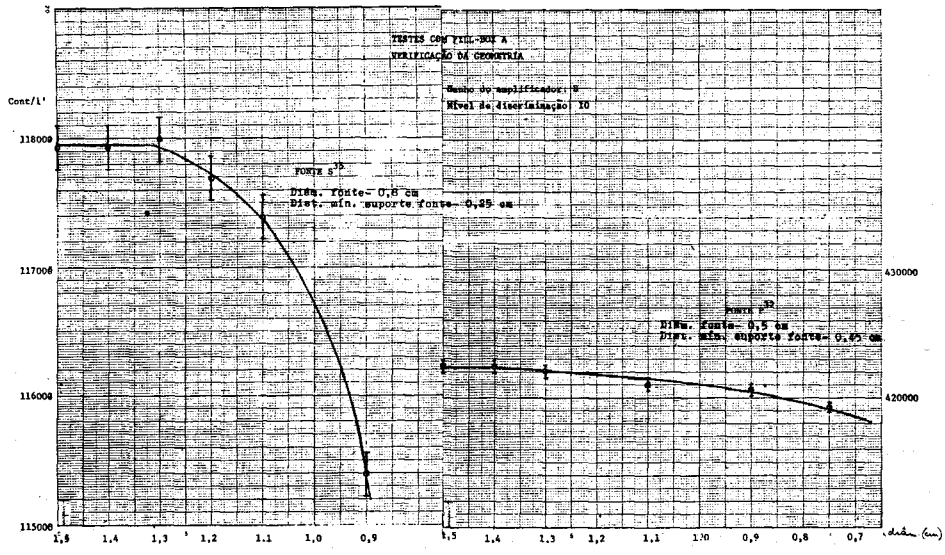


Figura 5

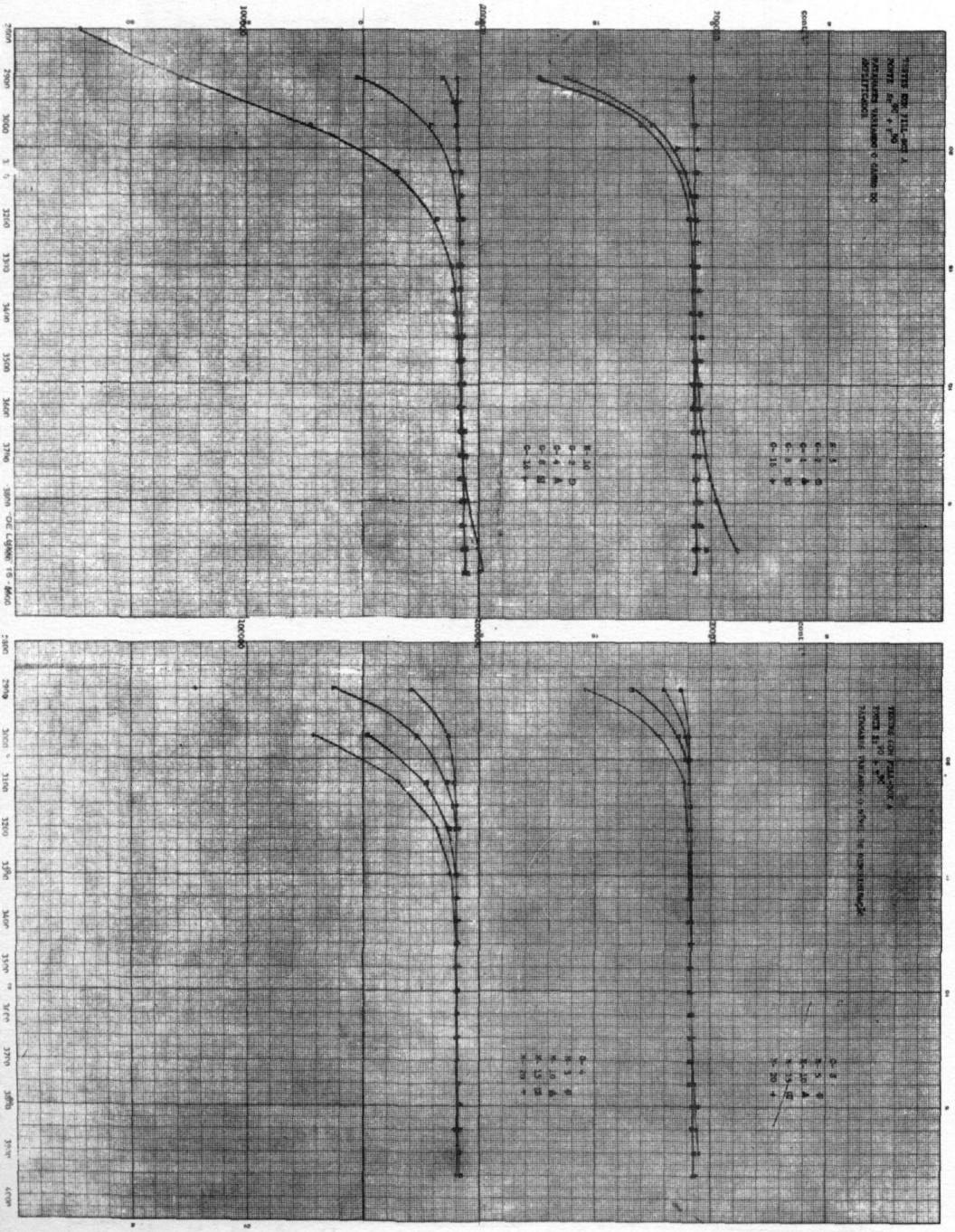
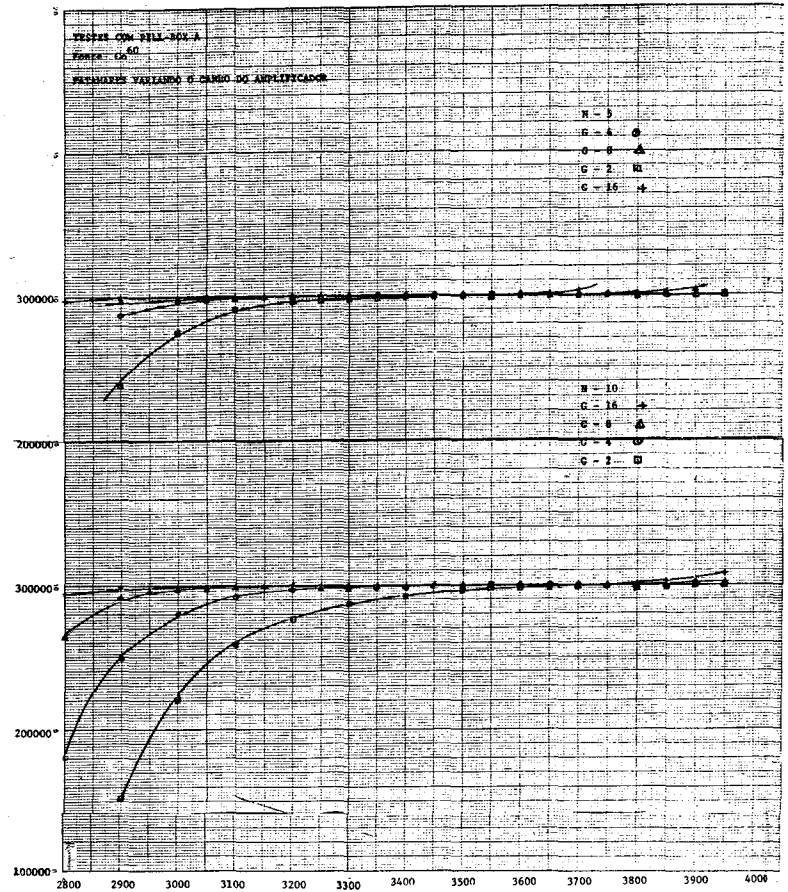


Figura 6a


TESTES COM PILL-BOX A
Fonte Co 60
PATAMARES VARIANDO O GANHO DO AMPLIFICADOR
N - 5
G - 4
G - 8
G - 2
G - 16
N - 10
G - 16
G - 8
G - 4
G - 2
3000000
2000000
3000000
2000000
1000000
2800 2900 3000 3100 3200 3300 3400 3500 3600 3700 3800 3900 4000

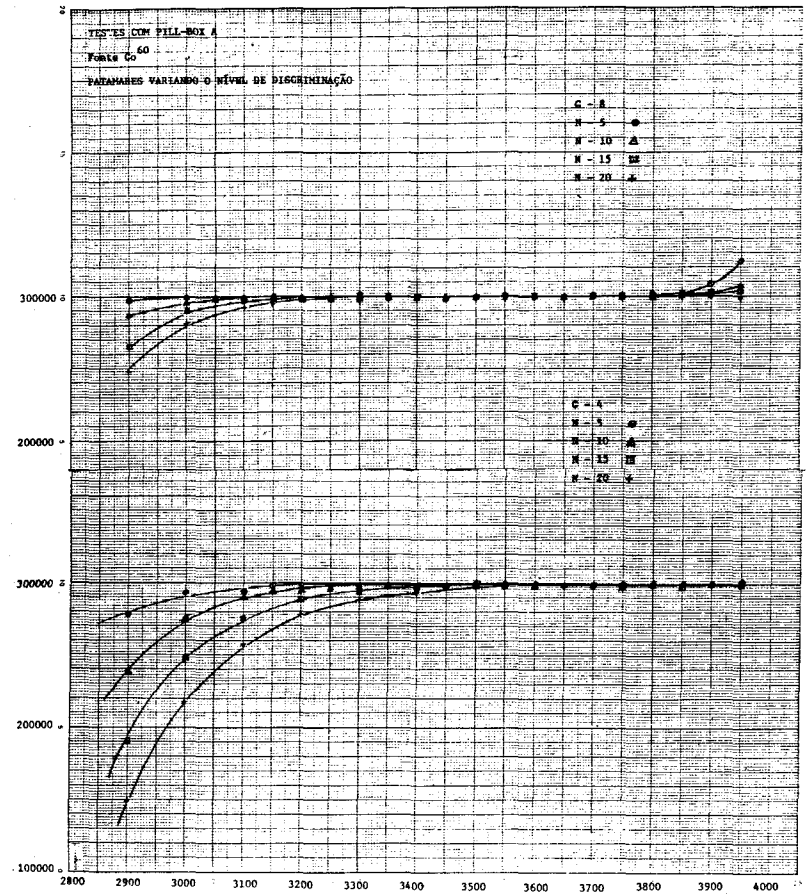

TESTES COM PILL-BOX A
Fonte Co 60
PATAMARES VARIANDO O NÍVEL DE DISCRIMINAÇÃO
G - 8
N - 5
N - 10
N - 15
N - 20
G - 4
N - 5
N - 10
N - 15
N - 20
300000
200000
300000
200000
100000
2800 2900 3000 3100 3200 3300 3400 3500 3600 3700 3800 3900 4000

Figura 6b

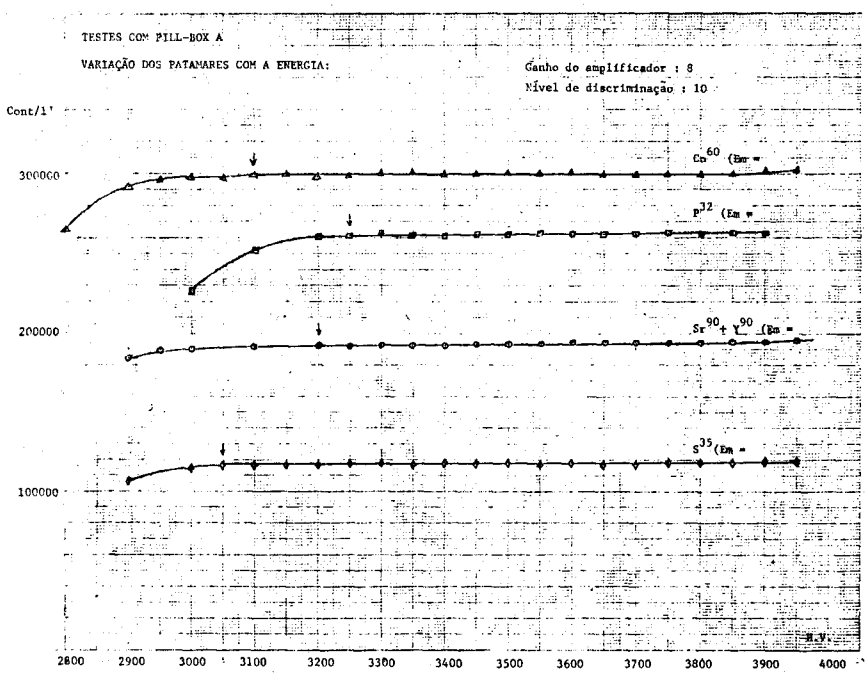

TESTES COM PILL-BOX A
VARIAÇÃO DOS PATAMARES COM A ENERGIA:
Ganho do amplificador : 8
Nível de discriminação : 10
Cont/1'
300000
200000
100000
Co^{60} (Em =
P^{32} (Em =
$Sr^{90} + Y^{90}$ (Em =
S^{35} (Em =
H.V.
2800
2900
3000
3100
3200
3300
3400
3500
3600
3700
3800
3900
4000

Figura 7

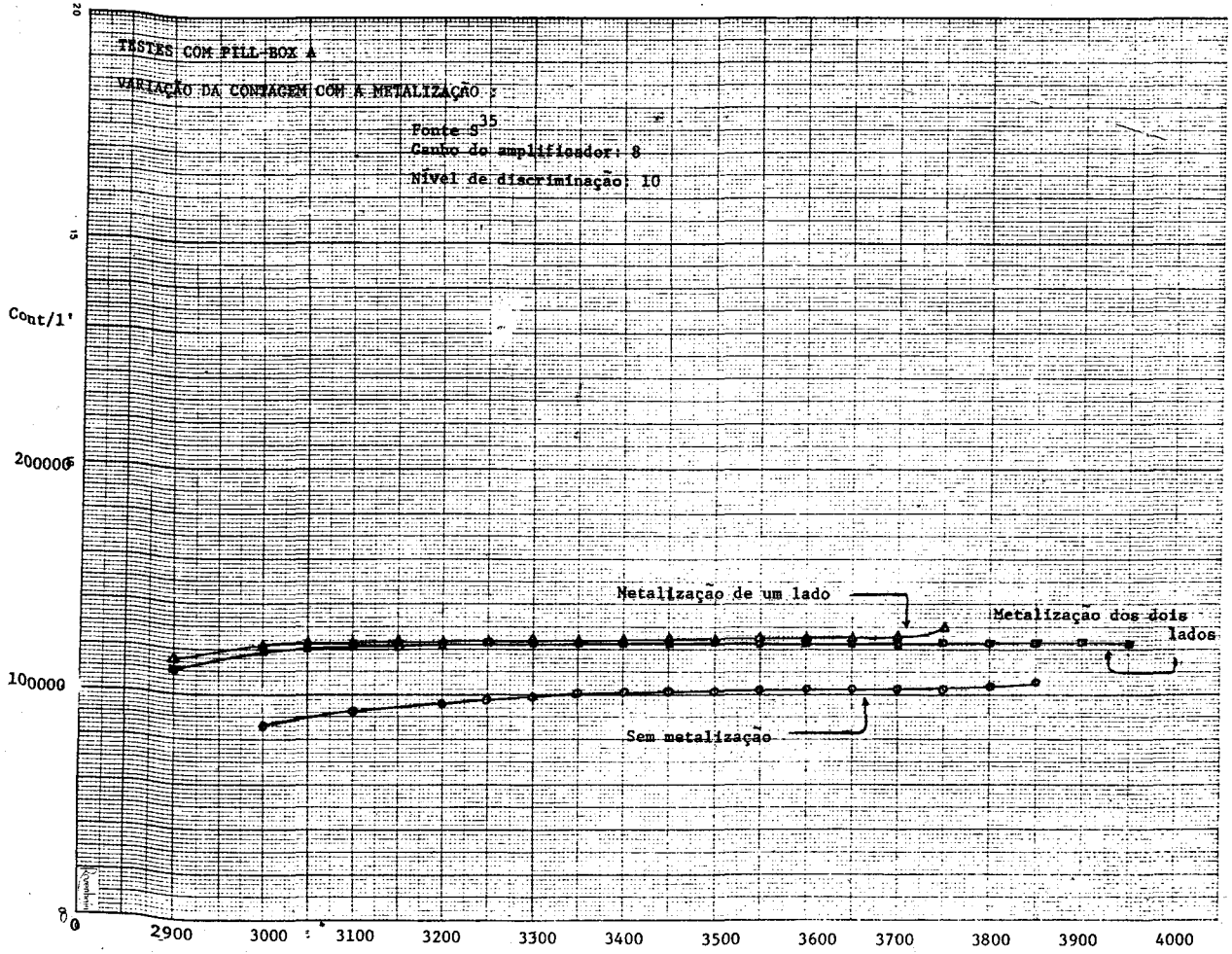

TESTES COM PILL-BOX A
VARIAÇÃO DA CONTAGEM COM A METALIZAÇÃO
Fonte S35
Ganho do amplificador: 8
Nível de discriminação: 10
Cont/1'
200000
100000
0
2900
3000
3100
3200
3300
3400
3500
3600
3700
3800
3900
4000
Metalização de um lado
Metalização dos dois lados
Sem metalização

Figura 8

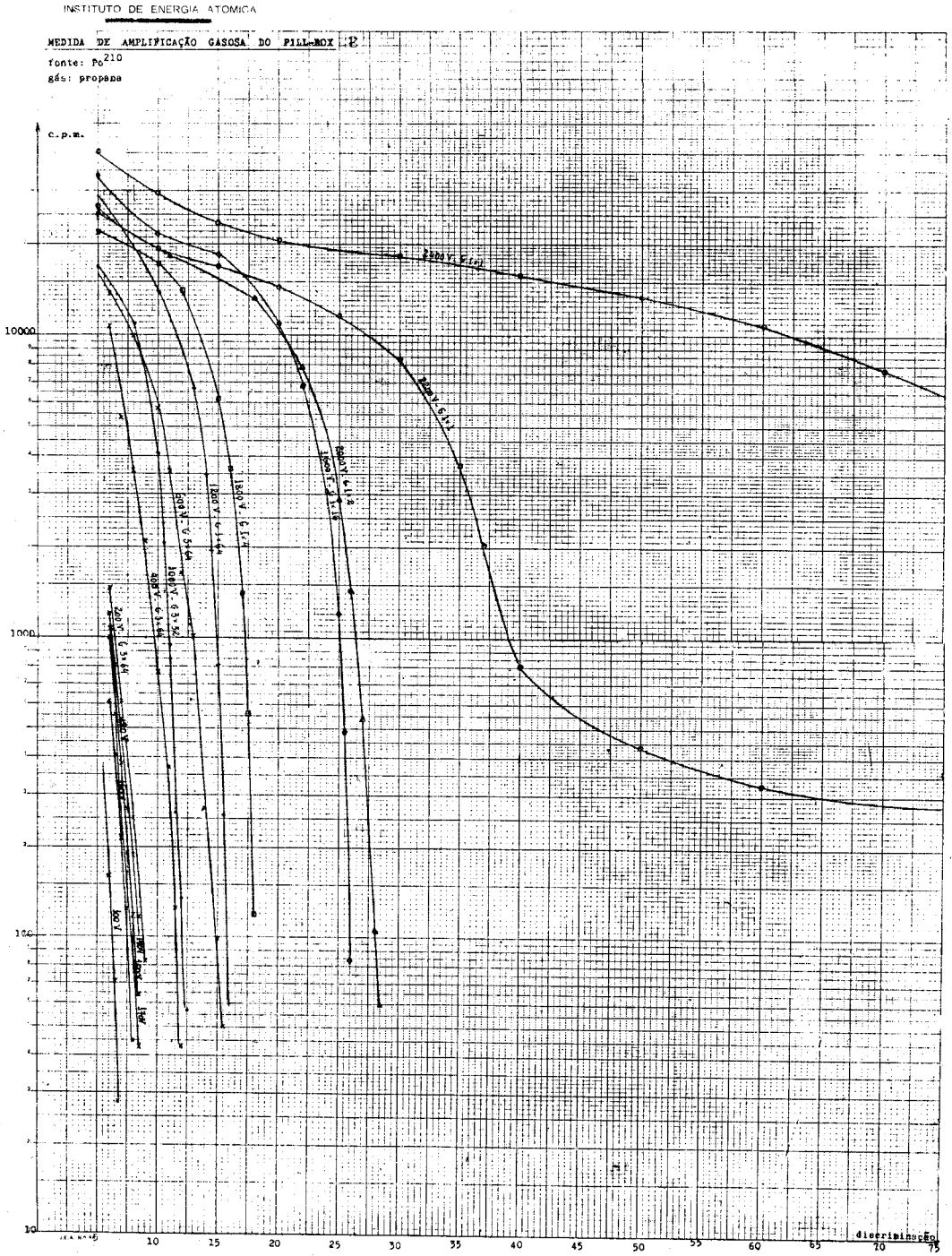

INSTITUTO DE ENERGIA ATOMICA
MEDIDA DE AMPLIFICAÇÃO GASOSA DO PILL-BOX 12
fonte: Po210
gás: propano
c.p.m.
10000
1000
100
10
discriminação
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65
70
75

Figura 9a

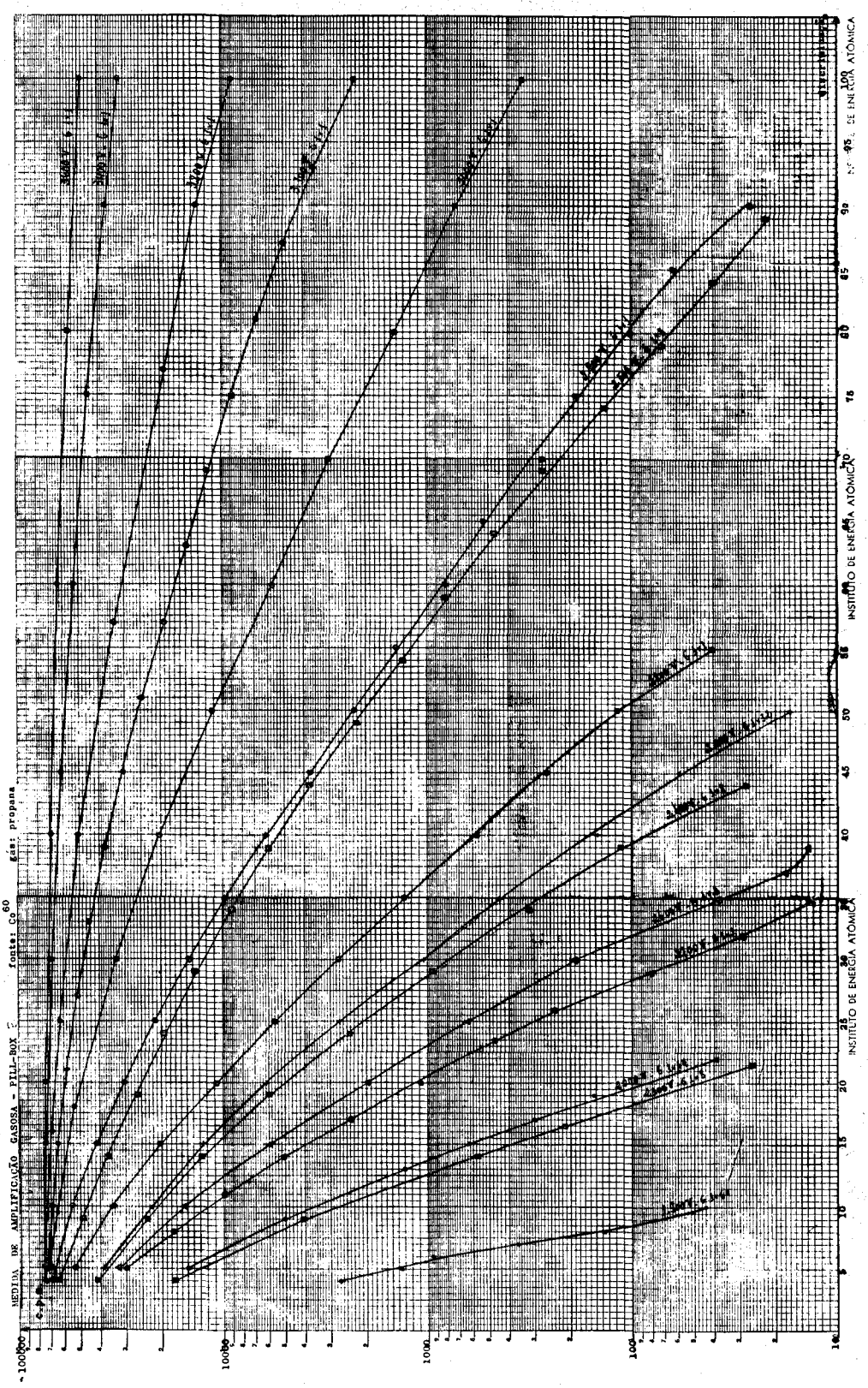

MEDIDAS DE AMPLIFICAÇÃO GASOSA - FIG-80X
fonte: Co60
gás: propana
INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA

Figura 9b

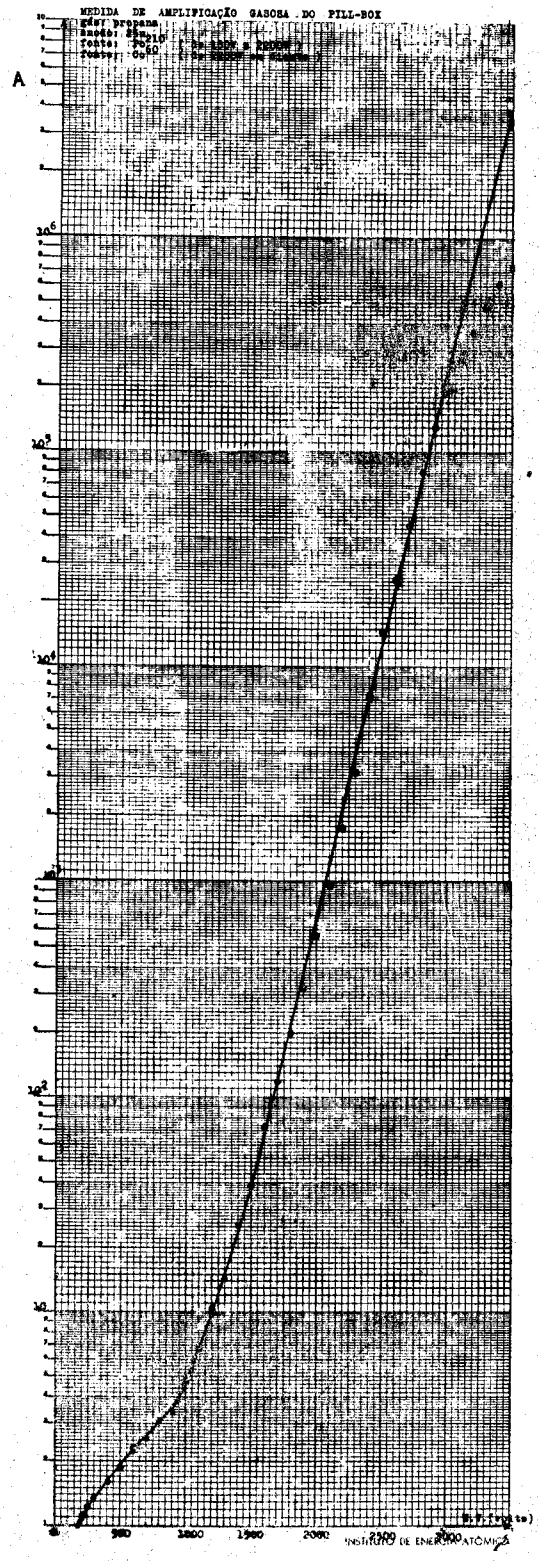

MEDIDA DE AMPLIFICAÇÃO GASOSA DO FILL-BOX
gás: propano
A
INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA

Figura 10

SISTEMA DE CONTAGENS POR COINCIDÊNCIA 4 π β-γ

Dagmar C. C. Reis e Lais Pimenta de Moura

Com o objetivo de efetuar medidas de atividades com alta precisão (da ordem de 0,1%) de radioisótopos que emitem pelo menos um raio gama, foi desenvolvido no Laboratório de Metrologia Nuclear do IEA um sistema de coincidências 4π (prop.) - cintilador.

Utiliza-se habitualmente tal sistema para contar as coincidências entre as partículas beta e os fotons gama detetados pelos dois contadores, mas pode-se utilizá-lo igualmente para emissores alfa-gama ou para radioisótopos que decaem por captura eletrônica e emissão gama. É portanto um sistema bem versátil, podendo ser usado para medidas muito precisas de vários radionuclídeos, tendo a única limitação de exigir a emissão gama associada.

O método de coincidências 4π β-γ consiste em registrar os raios beta com a maior eficiência possível, os raios gama com uma eficiência que depende do ângulo sólido disponível e do espectro de energias e as coincidências entre êles. Tal método permite eliminar o problema da auto-absorção que limita a precisão possível de ser atingida com o método 4π simples para emissores beta de baixa energia.

Os detetores modernos fizeram portanto do método de coincidências beta-gama um procedimento de medida absoluta extremamente poderoso, que exige entretanto que o sistema eletrônico associado tenha características cuidadosamente estudadas e que várias experiências preliminares sejam efetuadas para se conhecer o dispositivo de contagem até os mínimos detalhes.

Vê-se na figura 1 o sistema 4π β-γ montado no L.M.N. do I.E.A.. A via beta é constituida por um detetor 4π tipo "pill-box"

cujas características serão descritas em outro trabalho.

O detetor gama, diretamente acoplado ao "pill-box", é formado por um sistema de cintilação com cristal de NaI(Tl) de 3"x3". O emprêgo de um cristal que subentende um grande ângulo sólido oferece algumas vantagens graças ao aumento relativo dos picos do espectro gama, e aos picos de composição que aparecem quando vários fotons são emitidos em cascata, o que dá uma eficiência gama sensìvelmente mais alta. Por outro lado, entretanto, o uso de cristais grandes causa um aumento no "background" da via gama e em consequência aumenta o êrro devido a esta correção, sendo necessária uma blindagem eficiente para diminuir êste efeito. A colocação de uma blindagem de chumbo de 8 cm de espessura causou uma redução de 80% no "background" da via gama, para um nível de discriminação de 250 KeV.

O diagrama em bloco do sistema eletrônico associado ao 4π -cintilador está representado na figura 2.

Na via beta o sistema eletrônico é completamente análogo ao do 4π utilizado sòzinho. Na via gama encontra-se fonte de alta tensão, pré-amplificador, amplificador linear e analisador de altura de pulsos que permite fazer contagens em integral (com nível de discriminação) ou com janela para selecionar picos de energia. O conjunto eletrônico da via gama deve ser muito estável para garantir que uma regulagem feita para dar uma certa eficiência gama se mantenha durante tôda uma série de medidas, para evitar oscilações de contagem na via gama devidas a variações de ganho, alta tensão e a sala de contagem é mantida sob temperatura controlada.

Para se obter o máximo de precisão na correção de tempo morto, utiliza-se nas duas vias um dispositivo para fixá-lo eletrônicamente, de modo que a variação do tempo morto não ultrapassa 20% do seu valor fixado.

Em cada via, os pulsos são submetidos a várias operações: formação, amplificação, discriminação ou seleção de amplitude. Co-

mo cada uma dessas operações retarda o sinal, de um modo diferente, para cada via, deve-se recolocar em fase os pulsos correspondentes ao mesmo evento de desintegração, antes de entrar no circuito de coincidências. Nesse sistema há um atraso dos pulsos da via beta em relação aos da via gama da ordem de 1 μseg, sendo necessário um circuito de atraso na via gama. Êste circuito, projetado no IEA, fornece um atraso variável continuamente de 0,5 a 1,5 μseg.

O circuito de coincidências, a diodos, dispõe de 4 escalas de tempo de resolução: 0,25; 0,5; 0,75 e 1 μseg ($\pm$ 10%).

Nos sistemas em coincidência, a medida da atividade se reduz a uma medida de tempo, sendo de grande importância a precisão com que êste é medido. Por êste motivo usa-se como referência de tempo a frequência de um oscilador de cristal, que dá uma exatidão na medida do tempo da ordem de 0,01% e usa-se uma só base de tempo para comandar as três vias simultâneamente e medir as taxas de contagem beta, gama e de coincidência durante um tempo pré-fixado.

Dispõe-se também de registradores automáticos que possibilitam uma grande economia de tempo em medidas sucessivas de várias fontes.

Antes de cada medida procede-se a um certo número de regulagens e verificações do bom funcionamento do sistema para evitar êrros sistemáticos.

No contador proporcional 4π deixa-se o gás de contagem fluir durante aproximadamente meia hora para estabilizar o fluxo gasoso dentro do detetor antes de iniciar qualquer medida. Para medidas sucessivas de várias fontes o tempo necessário de circulação do gás é da ordem de 5 minutos. A vazão do gás é determinada por um dispositivo borbulhador que é extremamente simples e suficientemente preciso para tal objetivo.

Um grande número de patamares de contagem alfa e beta

versus alta tensão foi efetuado no contador 4π, bem como foram examinadas as curvas características do cintilador. Na figura 3 são apresentadas tais curvas para o Co^{60}.

A distribuição estatística dos pulsos registrados foi testada fazendo-se medidas sucessivas em cada via, bem como foi verificada a reprodutibilidade a longo prazo. Verificou-se que as contagens obedecem a uma distribuição normal, o que comprova a estabilidade e as boas condições do sistema.

As eficiências globais dos dois detetores são medidas diretamente por contagens em coincidência.

A figura 4 apresenta a curva da eficiência beta em função da alta tensão para o Co^{60}, onde se observa a existência de um patamar.

A eficiência gama depende do espectro de energias do radionuclídeo. Na via gama a eficiência foi medida em função do nível de discriminação para um dado ganho do amplificador e alta tensão fixada para o Co^{60}. Verifica-se que a eficiência gama cai com o aumento do nível de discriminação. Por outro lado o "background" gama diminui com o aumento do nível. Como há interêsse em se obter eficiência alta e o "background" o menor possível, existe um compromisso para se fixar o nível de discriminação adequado.

Para esquemas de desintegração complexos é necessário fixar as condições experimentais de modo que a contagem se faça essencialmente sôbre um dos ramos de desintegração; para isto utilizam-se janelas no analisador da via gama para selecionar os picos de energia de interêsse.

Os níveis de discriminação da via gama são calibrados em energias por espectrometria de elementos de energias bem conhecidas. Efetuam-se retas de calibração para ganho do sistema (figura 5).

Para a via beta utilizou-se uma fonte de Fe^{55} que emite

eletrons de 5,9 KeV.

É essencial que não haja perda de coincidências reais no sistema de contagens. Para esta verificação foram feitas curvas das contagens em coincidência em função do atraso relativo entre as duas vias para os vários tempos de resolução disponíveis no circuito de coincidência (curvas de equilibragem do sistema) - figura 6.

As curvas apresentam patamares nos quais as contagens são pràticamente independentes do tempo de resolução acima de 0,25 μseg. Para êste valor do tempo de resolução a curva não apresenta patamar e as contagens em coincidência são menores, o que evidencia a perda de coincidências reais. Êste resultado era de se esperar no presente arranjo, pois o tempo de subida dos pulsos da via gama é de 0,25 μseg e êstes sinais estão em coincidência com a saída de um aplificador saturado.

Pela análise dessas curvas pode-se fixar o valor ótimo do atraso necessário para pôr em fase as duas vias. Êste valor é o correspondente ao ponto central dos patamares.

As curvas de tempo de resolução versus contagem em coincidência para um retardo fixado na via gama e para várias condições de ganho e discriminação, vêm comprovar mais uma vez que não há perdas de coincidências reais. (figura 7).

Um último teste preliminar efetuado no sistema 4π - cintilador foi a medida de quatro fontes sólidas de Co^{60} calibradas pelo "Bureau International des Poids et Mesures".

Na tabela da figura 8 são apresentadas as medidas feitas em vários dias com os respectivos desvios dos valôres calibrados pelo BIPM.

Tais resultados comprovam de modo bastante satisfatório o funcionamento correto,bem como a boa estabilidade eletrônica do sistema.

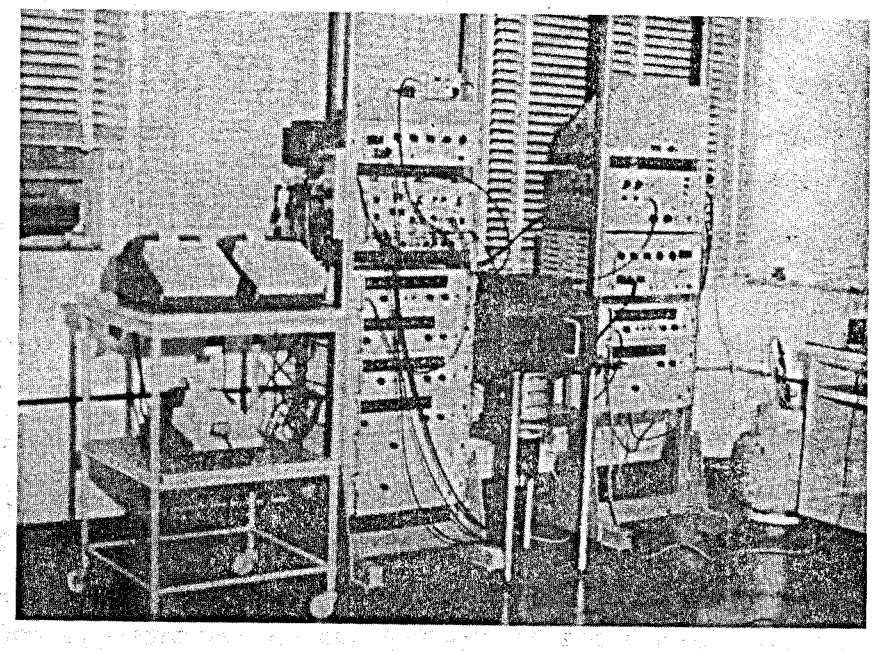


Figura 1

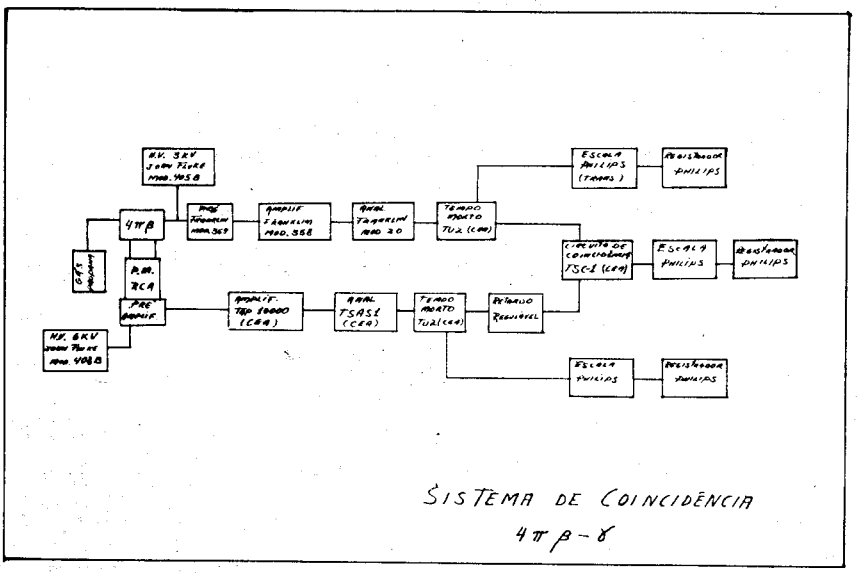


Figura 2

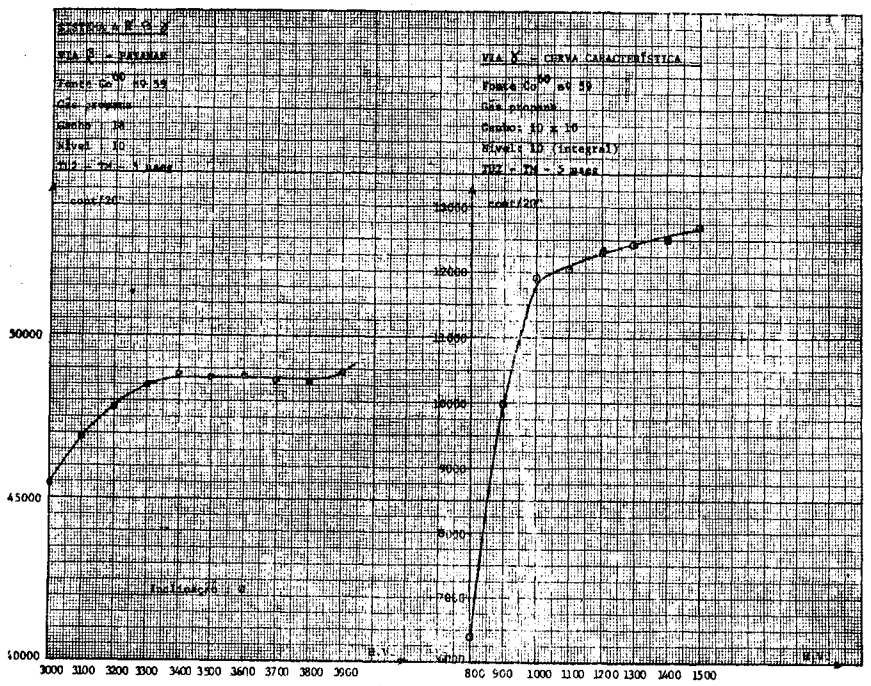


Figura 3

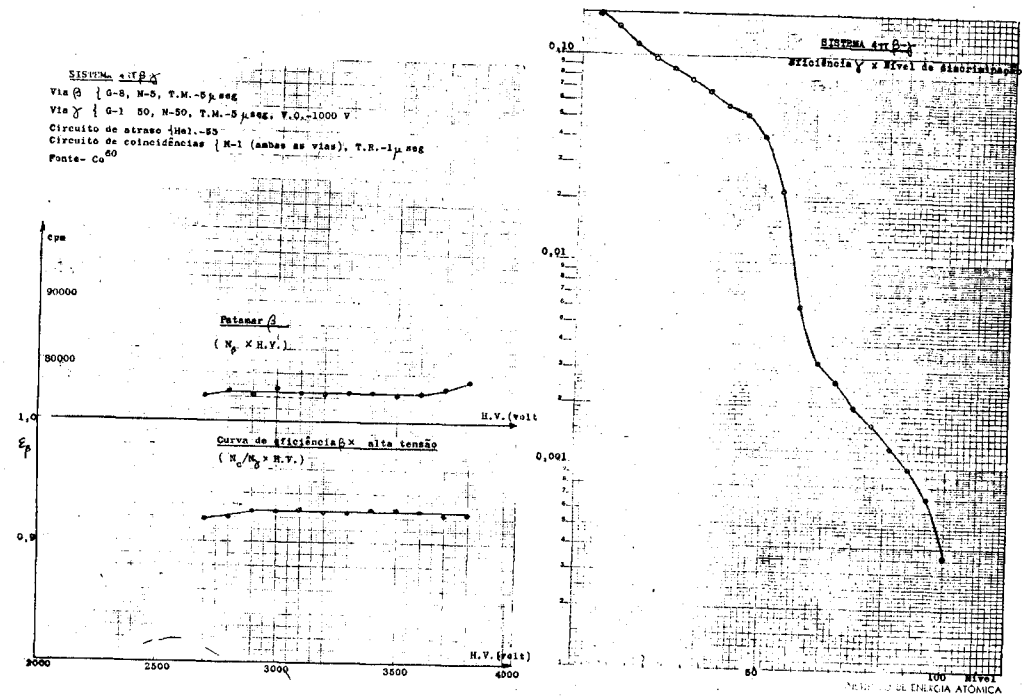


Figura 4

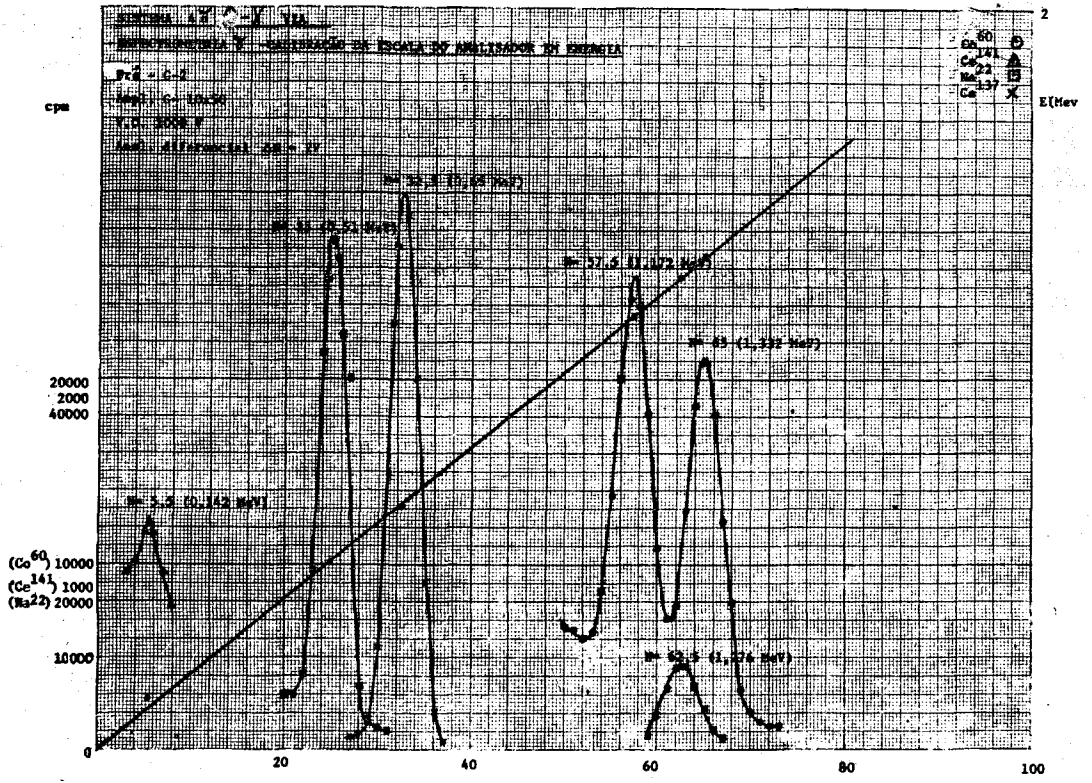

cpm
E(Mev
20000
2000
40000
(Co60) 10000
(Ce141) 1000
(Na22) 20000
10000
0
20
40
60
80
100
2

Figura 5

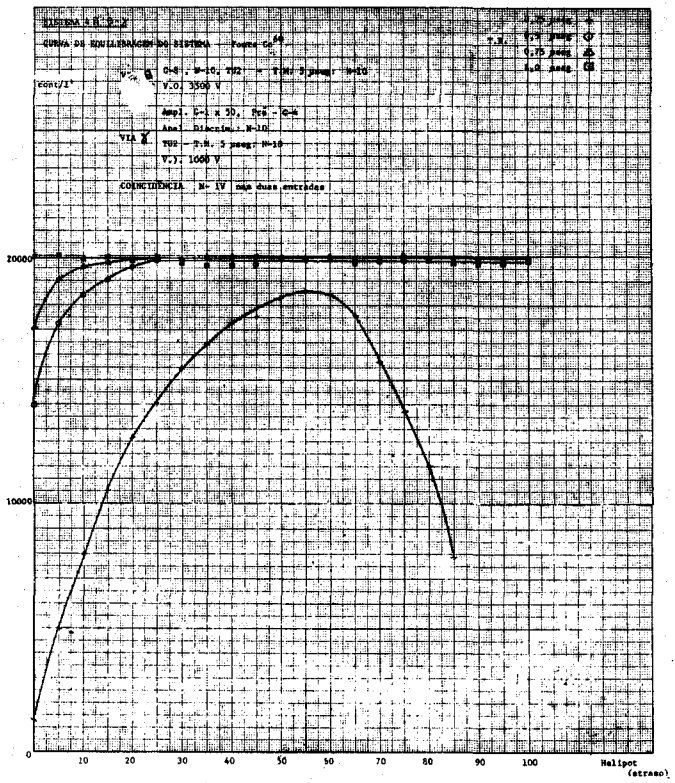


Figura 6

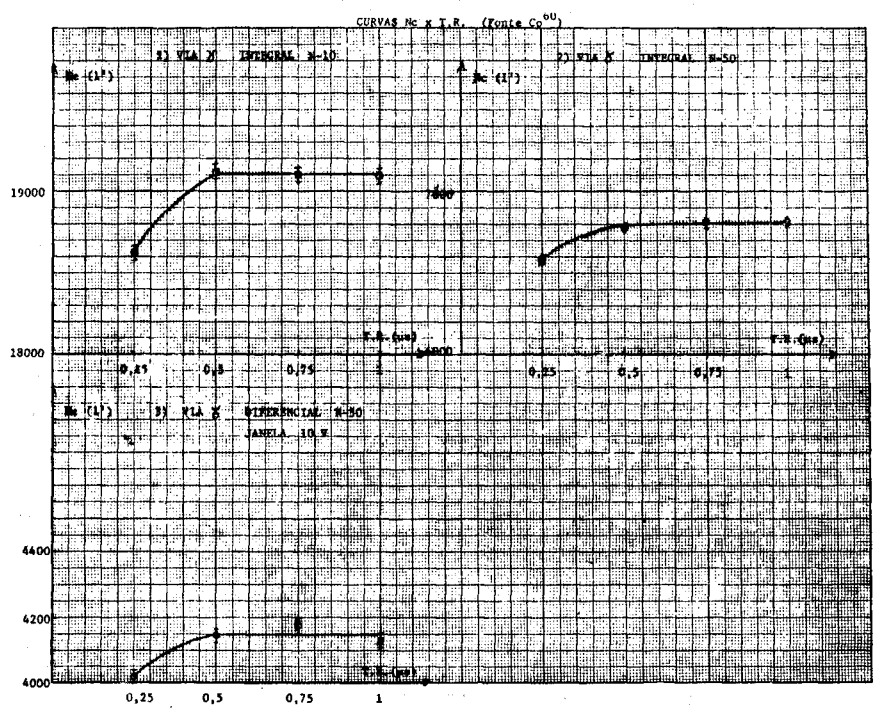


Figura 7

MEDIDAS A LONGO PRAZO DE FONTES CALIBRADAS

FONTE	DATA REFERÊNCIA	VALOR PIPM (dps)	VALOR IEA (dps)	DATA MEDIDA	DESVIO DO VALOR CALIBRADO (%)	DESVIO QUADRÁTICO MÉDIO (%)
Co^{60} nº 122	1 .10.64	1840,00 ± 0,08 %	1838,62 ± 0,1 %	15.3 .67	0,07	
"	"	"	1841,65 ± 0,03 %	7.4 .67	0,09	
"	"	"	1840,43 ± 0,06 %	14.4 .67	0,02	0,017
"	"	"	1839,45 ± 0,05 %	5.5 .67	0,03	
"	"	"	1842,38 ± 0,12 %	2.6 .67	0,12	
"	"	"	1838,42 ± 0,06 %	27.6 .67	0,08	
"	"	"	1838,71 ± 0,05 %	27.6 .67	0,07	
Co^{60} nº F_3	1 . 1.67	1536,66 ± 0,03 %	1533,06 ± 0,1 %	4.5 .67	0,23	
			1534,81 ± 0,03 %	27.6 .67	0,12	0,021
			1536,83 ± 0,03 %	27.6 .67	0,01	
			1534,93 ± 0,03 %	27.6 .67	0,11	
Co^{60} nº F_2	1 . 1.67	3078,30 ± 0,02 %	3076,67 ± 0,05 %	22.3 .67	0,05	0,002
			3077,21 ± 0,04 %	4.5 .67	0,03	
Co^{60} nº 36	16. 1.67	3999,10 ± 0,04 %	3999,61 ± 0,05 %	5.5 .67	0,01	0,010
			3998,18 ± 0,03 %	5.5 .67	0,02	

Figura 8

MEDIDA ABSOLUTA DA ATIVIDADE ESPECÍFICA DE SOLUÇÕES RADIOATIVAS: DETERMINAÇÃO DA MASSA E DO FATOR DE DILUIÇÃO

Lais Pimenta de Moura e Dagmar C.C. Reis

Os métodos de contagem para a medida absoluta de atividade foram nos últimos anos extremamente aperfeiçoados. Entretanto, na maior parte dos trabalhos realizados pelos Laboratórios de Metrologia de Radioisótopos, como por exemplo na medida de radioisótopos produzidos em reatores, o que interessa é a medida da atividade específica de uma solução radioativa, que é a forma mais comum em que são produzidos os radioisótopos. Neste caso, a precisão da medida da atividade perde o significado se não houver precisão igual ou maior na determinação da massa da aliquota. Além disso, acontece que as soluções fornecidas possuem em geral, atividade alta para poderem ser medidas em detetores de elevada eficiência. Portanto as soluções devem ser diluídas. Como consequência, torna-se necessário uma terceira medida de alta precisão: a determinação do fator de diluição. Neste trabalho tratamos da determinação da massa e do fator de diluição em têrmos de alta precisão.

1. Para a determinação da massa existem dois métodos gravimétricos (os métodos volumétricos não podem ser considerados neste range de precisão) que foram desenvolvidos pelo IEA:

   a) picnômetro de polietileno;
   b) extrapolação.

   a) A idéia do picnômetro de polietileno é extremamente interessante para êste tipo de trabalho. Se-

gundo nosso ponto de vista, é com êle que se obtém a maior precisão. A denominação picnômetro não é exata, pois trata-se simplesmente de pequeno frasco de polietileno, cujo gargalo é estirado para formar um capilar de diâmetro interno da ordem de alguns décimos de milímetro. Para formar o capilar usa-se uma técnica semelhante a do vidro, como pode ser visto na figura 1.

A massa da alíquota é obtida pela diferença entre a massa do picnômetro antes e depois da deposição. Como se faz em média 8 fontes, a operação de preparação de amostras reduz-se a uma sucessão alternada de pesagens e deposições. Esta é uma das grandes vantagens do método uma vez que assim são eliminados os êrros sistemáticos de valor constante, sendo que os de valor variável adquirem um caráter estatístico, dando origem a flutuações que se compensam na média final. A condição primeira para a determinação da massa é naturalmente a existência de microbalança, rigorosamente testada, funcionando em local totalmente livre de vibração e com umidade, temperatura e pressão constantes.

A técnica para preparação de fontes e determinação de massa é estabelecida em função dos fenômenos capazes de introduzir êrros no valor da massa. A fim de detetá-los e de estimar os êrros por êles introduzidos são imprescindíveis dois tipos de experiências prévias:

I. Experiências de evaporação.
II. Testes de pesagens.

I. A evaporação é um fenômeno que pode estar presente nas diversas fases de preparação de fontes, desde a estocagem até a última pesagem do picnômetro. Naturalmente se houver evaporação da solução radioativa, haverá um aumento de concentração da atividade e a alíquota não será representativa da solução original.

A técnica de preparação de fontes deve ser tal que o êrro devido a evaporação possa se manter em uma ordem de grande-

za compatível com os demais êrros para que não necessite tornar-se uma correção.

Diversas séries de experiências foram realizadas no IEA com êste intuito das quais citaremos, como ilustração, apenas duas.

Têm-se na figura 2 alguns resultados da experiência de evaporação a longo prazo, ou seja a experiência para determinar o rítmo de evaporação durante a estocagem de solução radioativa em picnômetros de polietileno. Nesta experiência os picnômetros são mantidos fechados. Foi realizada com picnômetros de fabricações diferentes e em diferentes condições atmosféricas. Na série de cima utilizou-se picnômetros canadenses e na do centro picnômetros nacionais fabricados segundo um modêlo inglês. Observa-se maior regularidade na evaporação dos picnômetros canadenses devido à maior homogeneidade do polietileno. Observa-se também que a evaporação é da mesma ordem nestas duas séries, no entanto, a parede do nacional é quase três vêzes mais espessa que a do canadense. Isto só se explica pela diferença de qualidade dos plastificantes utilizados em um e outro. No último caso os picnômetros eram nacionais de outra fabricação. As ondulações nas curvas explicam-se pelo fato de que na época da experiência a sala ainda não estava climatizada. Por aí se vê a importância de condições atmosféricas constantes. A evaporação média neste caso é maior porque a temperatura oscilou de 22 a 29°C. Nos últimos casos temos uma evaporação de cêrca de 1 mg/semana, o que significa um êrro de 0,025% para um picnômetro contendo 4g de solução. Para uma estocagem mais longa é preferível o uso de frascos de vidro que, como se vê na figura, tem uma evaporação cêrca de 7 vêzes menor.

Os resultados do rítmo de evaporação a curto prazo em picnômetros abertos são mostrados na tabela da figura 3. O objetivo desta experiência é determinar o intervalo de tempo durante o qual o picnômetro pode ficar aberto, introduzindo um êrro compatível com os demais. Diz respeito à técnica de deposição das amos-

tras.

A evaporação aqui varia de 20 a 30 µg/h e introduz um êrro de 0,02% na deposição de uma gota de 50 mg, se o intervalo entre as deposições fôr de 2 minutos. Êste êrro condiciona a técnica e cria um compromisso com a variação da massa do picnômetro com a temperatura, que foi considerada há algum tempo como dos mais graves problemas dêste método. Chegamos, ao mesmo tempo que outros laboratórios, à conclusão de que com a sala devidamente climatizada e com o trabalho de um técnico bastante experiente, êste problema torna-se pràticamente desprezível.

II. Uma série de testes foram realizados na microbalança para a determinação do êrro estatístico de pesagem. Concluiu-se que o mais significativo é o que se obtém a partir do teste clássico do desvio padrão de balanças, utilizando-se picnômetros como objeto de pesagem e simulando-se a deposição de uma aliquota entre as pesagens. Para pesagens diferenciais êste desvio é de 10,6 µg, o que corresponde a um êrro de 0,02%.

O êrro sistemático total - evaporação, correção de empuxo, variação da massa com a temperatura, precisão dos pêsos da balança - é de 35 µg. Neste total o êrro de maior pêso é o devido à imprecisão dos pêsos calibrados da balança - 28 µg. Para massas de 40 mg o êrro sistemático total é da ordem de 0,1%. Como foi dito o método do picnômetro converte parte dos êrros sistemáticos em estatísticos, daí o desvio quadrático médio devido à dispersão na massa nos resultados da atividade específica de uma série de amostras, ser maior que o êrro estimado que é puramente estatístico.

b) O outro método de determinação de massa é o da extrapolação. Para êste método utilizou-se uma ultra-micro balança Mettler cuja precisão é de 0,5 µg.

O método consiste em depositar através de um capilar uma aliquota sôbre o filme e pesá-lo. Entretanto, como a gota co-

meça a evaporar desde a sua formação é necessário registrar a variação da massa em função do tempo e, em seguida, proceder a uma extrapolação para o tempo zero. A dificuldade do método está na extrapolação uma vez que não se conhece o comportamento inicial da curva de evaporação.

Até algum tempo atrás fazia-se uma extrapolação linear, pois com as balanças utilizadas não podia-se fazer uma leitura consistente antes de cêrca de 45" após a formação da gota no capilar. Desta forma não se apercebia da região curva inicial, registrando-se apenas a região linear que ocorre a partir do momento em que se estabelece o equilíbrio entre a evaporação da gota e as condições atmosféricas da caixa da balança. No LMN do IEA foi possível determinar experimentalmente parte do comportamento da evaporação inicial devido a pequena constante de tempo - 12 segundos - e a adequada disposição do local de pesagem da ultra-micro-balança utilizada.

A figura 4 mostra curvas de evaporação para massas variáveis no caso do Au^{198} e do Co^{60} cujos solventes são respectivamente H_2O e HCl 0.1 N. Observa-se que a curvatura inicial aumenta com a massa e é mais pronunciada no caso do Au^{198}.

Pelas medidas de atividade utilizando-se amostras cujas massas foram determinadas pelos dois métodos, pôde-se deduzir que o valor extrapolado deve ser cêrca de 0,3% mais elevado do que o que se obteve pela extrapolação das curvas da figura 4.

As correções que se deve aplicar à correção da massa por êste método - empuxo e efeito de convecção - são pràticamente desprezíveis.

Êste método apresenta para o Co^{60} um desvio para mais de 0,3% e uma dispersão 2,5 vêzes maior. Tal desacordo deve-se à extrapolação e por isso o método continua em estudo.

2. Para a determinação de F_d a técnica mais precisa ba

seia-se no método do picnômetro de polietileno. A solução radioativa é depositada em série em frascos volumétricos de modo análogo ao da preparação de fontes. O fator de diluição é determinado, gravimètricamente por pesagens diferenciais.

$$F_{di} = \frac{A_i - B_i}{C_i - D_i} = \frac{\text{(picnômetro + sol. radioativa) - (picnômetro + sol. radioativa - solução depositada no i-ésimo frasco)}}{\text{(frasco + sol. radioativa + solvente) - frasco vazio}}$$

onde

$A_i - B_i$ ..... pesagem diferencial do picnômetro antes e depois do depósito no i-ésimo frasco.

$C_i - D_i$ ..... pesagem diferencial do i-ésimo frasco vazio e com solução radioativa mais solvente.

O êrro sistemático na diluição foi estimado como ..... 0,002% e o estatístico obtido através dos dados é ordem de 0,012%.



Figura 1 - O capilar do frasco de polietileno é estirado com técnica semelhante a do vidro.

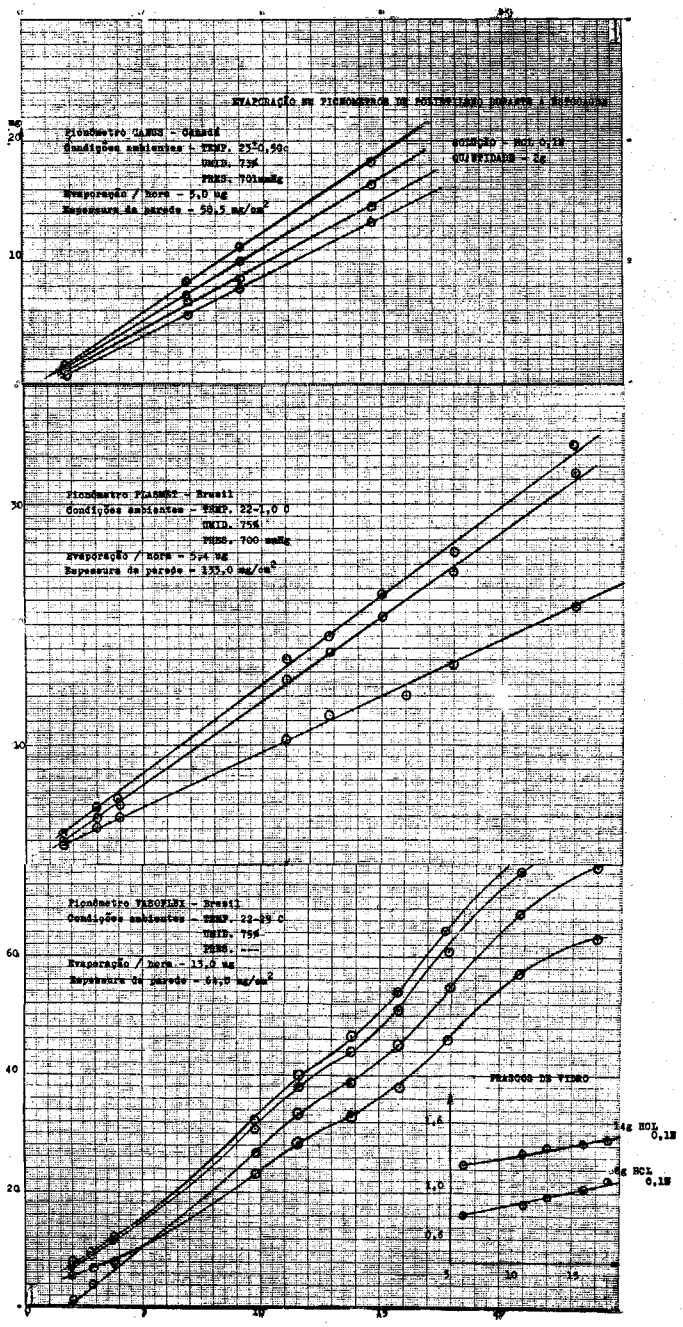

EVAPORAÇÃO EM PICNOMETROS DE POLIETILENO DURANTE A REFRIGERAÇÃO
Picnômetro CAMUS - Canadá
Condições ambientes - TEMP. 23°-0,5°C
UMID. 73%
PRES. 701mmHg
Evaporação / hora - 5,0 mg
Espessura da parede - 59,5 mg/cm²
SOLUÇÃO - HCl 0,1N
QUANTIDADE - 2g
Picnômetro PLASMEX - Brasil
Condições ambientes - TEMP. 22-1,0 C
UMID. 75%
PRES. 700 mmHg
Evaporação / hora - 5,4 mg
Espessura da parede - 133,0 mg/cm²
Picnômetro VASOFLEX - Brasil
Condições ambientes - TEMP. 22-23 C
UMID. 75%
PRES. ---
Evaporação / hora - 13,0 mg
Espessura da parede - 64,0 mg/cm²
FRASCOS DE VIDRO
2g HCl 0,1N
0g HCl 0,1N

Figura 2

EVAPORAÇÃO A CURTO PRAZO EM PICNÔMETROS DE POLIETILENO ALERTOS

PICNÔMETROS								BALANÇA	COND. ATMOSF.		EVAPORAÇÃO			POSIÇÃO DAS COTAS EM RELAÇÃO AO EXTREMO DO CAPILAR (cm)	PISTÔLICO
MARCA	PROCED.	FORMA	Nº	CAPILAR comp. cm	CAPILAR d.i. mm	SOL.	QUANT.		Temp. °C	Umid. %	10'pri-meiros µg/min	80' subse-quentes µg/min.	µg/h.		
VASOFLEX	BRASIL	CILIN.	3	7,0	0,64	H_2O	1	SARTORIUS	25	-	1,7	0,9	70	*	depositada 1 gota
			4	5,5	0,64	"	2		26	-	0,7	1,2	70	1,0	" " "
			5	6,0	0,64	"	3		26	-	0,8	0,8	47	*	" " "
			6	6,0	0,64	"	4		26	-	1,0	1,0	60	1,0	" " "
			7	6,5	0,64	"	1		26	-	1,9	1,4	70	1,0	" " "
			8	5,0	0,64	"	2		26	-	2,8	0,8	61	1,5	" " "
PLASMET	BRASIL	HEXAG.	1	5,0	0,25	H_2O	4	METTLER MS SA	23	68	0,2	0,4	15	4,0	enchido 2 h. antes
			2	6,0	0,25	"	6		23	65	0,6	0,3	26	*	" " " "
			1F	4,0	0,25	"	2		23	68	0,2	0,2	23	2,0	" " " "
			2E	5,0	0,25	"	2		23	68	0,3	0,2	12	*	" " " "
			6	5,0	0,25	"	1		23	72	0,5	0,4	32	3,0	" " " "
			7	6,0	0,25	"	4		23	72	0,5	0,6	50	*	simulada deposição
			8	5,5	0,25	"	4		23	78	0,0	0,7	32	*	" "
CANUS	CANADA	CILIN.	2	6,5	0,25	H_2O	4	METTLER MS SA	23	75	0,4	0,25	22	*	simulada deposição
			6	6,0	0,25	"	2		23	77	0,2	0,2	17	*	" "
			8	5,0	0,25	HCl	2		23	73	0,5	0,2	18	*	" "
			=	5,5	0,25	"	2		23	73	0,0	0,25	10	*	" "
			Y	5,0	0,25	"	2		23	73	0,2	0,1	10	*	" "

* gotas imperceptíveis

Figura 3

VARIAÇÃO DA CURVA DE EVAPORAÇÃO COM A MASSA DA ALIQUOTA

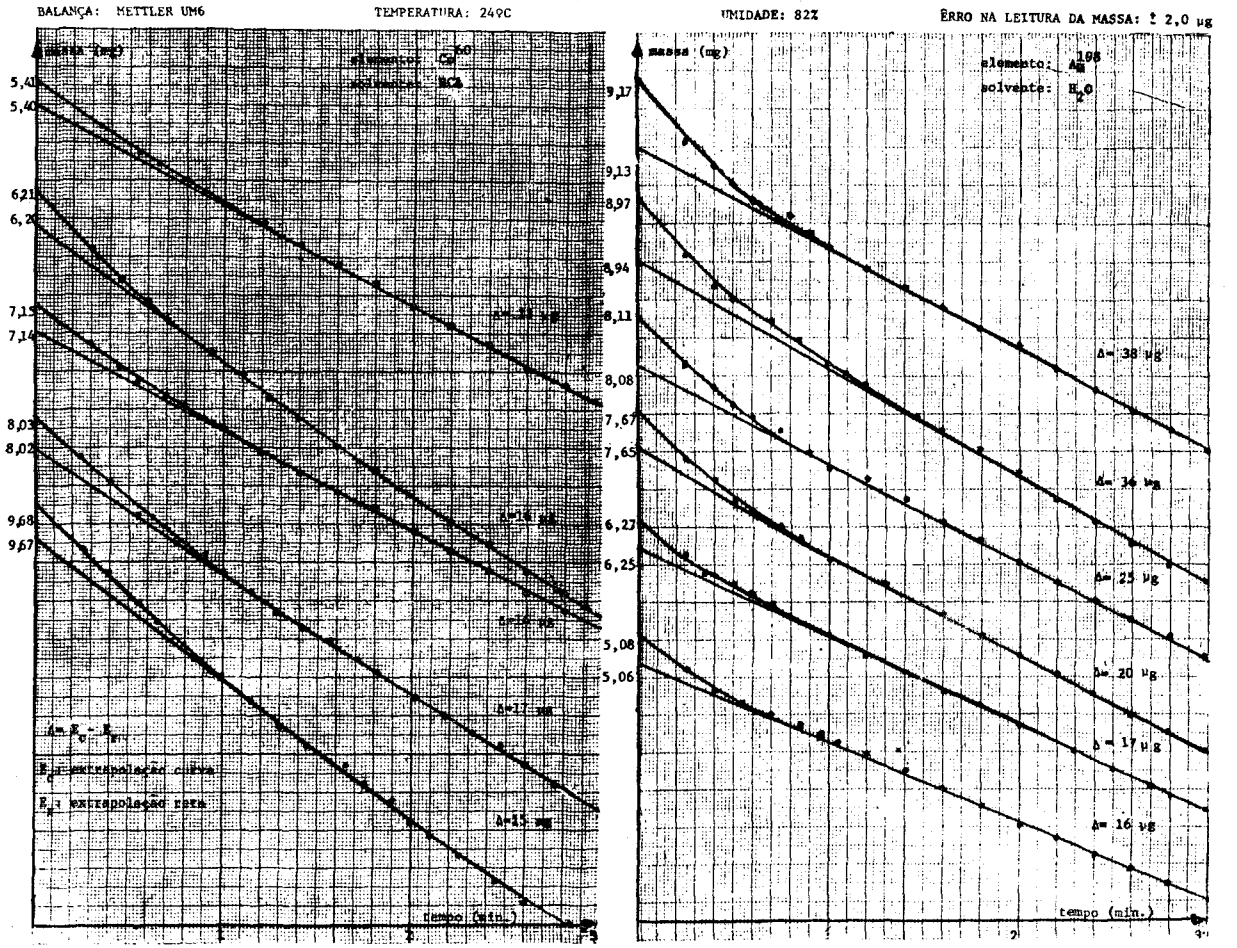


Figura 4

COMPARAÇÃO INTERNACIONAL DA MEDIDA ABSOLUTA DA ATIVIDADE ESPECÍFICA DE DUAS SOLUÇÕES DE Co^{60}

Lais Pimenta de Moura e Dagmar C.C. Reis

Periòdicamente o Bureau Internacional de Pêsos e Medidas, em Sèvres, na França, organiza comparações internacionais da medida absoluta da atividade de radionuclídeos. Em 1963 foram distribuídos para os 23 Laboratórios participantes fontes sólidas de Co^{60} e ao mesmo tempo uma solução dêste radionuclídeo. Verificou-se um acôrdo dentro de 0,6% entre os resultados da atividade das fontes, porém uma dispersão de 1,4% entre os resultados da medida da atividade específica da solução. Concluiu-se daí que o problema da medida da atividade do Co^{60} estava resolvido, restando os da determinação do fator de diluição e da massa das aliquotas da solução a ser calibrada em atividade específica. Tendo em vista esta situação o BIPM organizou para o primeiro semestre dêste ano , uma comparação internacional dos métodos de diluição e de preparação de amostras utilizando o Co^{60}. O objetivo da atual comparação é de grande importância para os laboratórios de metrologia de radioisótopos, uma vez que a maior parte dos trabalhos por êles desenvolvidos requer a medida da atividade específica de uma solução radioativa, por ser esta a forma mais comum em que são fornecidos os radioisótopos.

Em abril o Laboratório Nacional de Física da Inglaterra enviou aos laboratórios participantes as soluções a serem calibradas. Foram distribuidas duas ampolas, contendo cada qual cêrca de 3g de solução de $CoCl_2$. Em uma delas a atividade da solução era de cêrca de 80 uCi/g - solução forte - e na outra, de cêrca de 4 uCi/g - solução fraca. No Laboratório de Metrologia Nuclear do IEA as determinações da massa das aliquotas e do fator de diluição ba

searam-se no método do picnômetro de polietileno. A medida da atividade absoluta do Co^{60} foi feita utilizando-se o método de coincidência $4\pi\beta$-γ. Êstes métodos são descritos em outros trabalhos desta publicação.

A figura 1 mostra o esquema utilizado para a preparação das diluições e das amostras da solução forte. No caso da solução fraca o esquema se simplifica, uma vez que a solução radioativa é transferida diretamente da ampola para dois picnômetros , preparando-se 10 fontes com cada um dêles.

Os resultados obtidos pelo LMN do IEA figuram na tabela da figura 2. Na la. coluna os R_{di} já são as atividades de cada fonte, calculadas em computador a partir dos dados do sistema ... $4\pi\beta$-γ. No caso da solução fraca os R_{di} referem-se à solução original, e no caso da forte, às soluções diluídas. Os σ_{sd} são os desvios quadráticos médios ponderados das fontes de uma mesma diluição. São da ordem de 0,4% e constituem o maior êrro. Êste é devido principalmente à imprecisão na determinação da massa, mas inclui também a estatística de contagem e a instabilidade do sistema eletrônico.

O mais significativo dêstes resultados para a comparação internacional de 67 é o confronto de σ'_s e σ''_s . σ'_s é o êrro estatístico nas diluições, enquanto σ''_s é o êrro estatístico no conjunto de fontes, não as considerando como elementos de diluições diferentes. O fato de σ'_s e σ''_s serem da mesma ordem de grandeza significa que o método de diluição não introduz êrro apreciável sendo êste devido apenas à determinação da massa das aliquotas. Deduz-se ainda que o método do picnômetro para a preparação de fontes dá origem a flutuações tais que os desvios são a todo momento compensados, de modo que as médias finais pouco se alteram devido a estas dispersões (figura 3 e figura 4).

Os êrros totais, estatísticos e sistemáticos, devido à medida da atividade, da massa e do fator de diluição, são mostra-

dos na figura 5. Observa-se que o êrro estatístico estimado no fator de diluição é cêrca de 100 vêzes menor do que o êrro obtido a partir dos dados. Isto se explica considerando que o êrro estimado é obtido através de experiências prévias que não levam em conta a flutuação devido a determinação da massa das aliquotas, enquando o êrro a partir dos dados inclui esta flutuação que é a principal responsável pelo êrro na média das diluições.

Não tendo sido ainda oficialmente divulgados pelo BIPM os resultados da comparação internacional, citaremos aqui o resultado da inter-comparação preliminar do Co^{60} da qual participaram o BIPM e mais dois laboratórios. O LMN do IEA teve oportunidade de receber uma ampola da referida inter-comparação.

As atividades específicas obtidas pelo BIPM e pelo IEA foram

BIPM	136,29	dps/mg
IEA	136,298	dps/mg

tendo sido êstes entre os resultados dos quatro laboratórios, os dois únicos que coincidiram. Êste fato é bastante significativo para a comparação internacional de 67 que visa os métodos de diluição e de preparação de fontes - pois os dois laboratórios cujos resultados coincidiram utilizaram o método do picnômetro de polietileno.

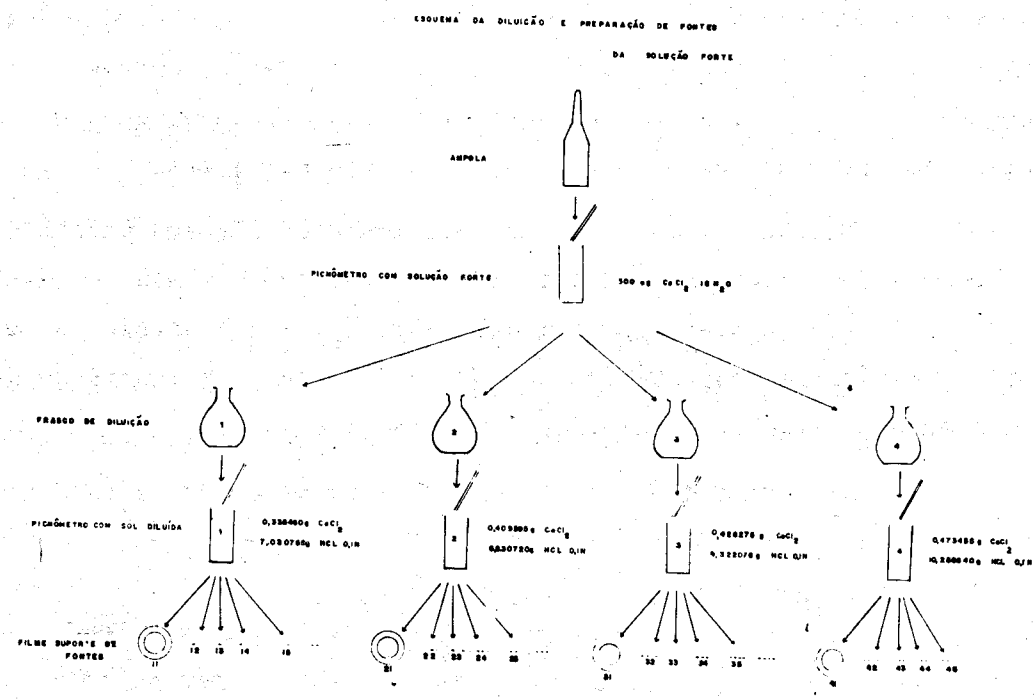

ESQUEMA DA DILUIÇÃO E PREPARAÇÃO DE FORTES
DA SOLUÇÃO FORTE
AMPOLA
PICNÔMETRO COM SOLUÇÃO FORTE
FRASCO DE DILUIÇÃO
PICNÔMETRO COM SOL DILUÍDA
FILME SUPORTE DE FORTES

Figura 1

COMPARAÇÃO INTERNACIONAL DO CO[2] - 1967

RESULTADOS FINAIS

		ATIVIDADE ESPECÍFICA DA SOLUÇÃO FRACA OU DILUÍDA S_{di}	DESVIO QUADRÁTICO MÉDIO DA MÉDIA DE CONTAGEM, RELATIVO $r = \left[\frac{\Sigma(n-\bar{N})^2}{\bar{N}_n(n-1)}\right]^{\frac{1}{2}}$	DESVIO QUADRÁTICO MÉDIO DA MÉDIA DE CONTAGEM, ABSOLUTO $\sigma_{di} = r'_N S_{di}$	PÊSO DA PONTE $P_{di} = \sigma^{-2}_{di}$	MÉDIA PONDERADA DAS PONTES DA DILUIÇÃO OU PARTE $\frac{\sigma_{sd}}{(DF)_d} = \frac{\Sigma P_{di} S_{di}}{\Sigma P_{di}}$	A) DESVIO QUADRÁTICO MÉDIO PONDERADO DAS PONTES DA DILUIÇÃO. B) IDEM DA MÉDIA $\frac{\sigma_{sd}}{(DF)_d} = \left[\frac{\Sigma P_{di}(S_{di}-\bar{S}_d)^2}{\Sigma P_{di}(n_d-1)}\right]^{\frac{1}{2}}$	PÊSO DA DILUIÇÃO OU PARTE $P_{sd} = \sigma^{-2}_{sd}$	MÉDIA PONDERADA DAS DILUIÇÕES OU PARTES $S'_s = \frac{\Sigma P_{sd} S_{sd}}{\Sigma P_{sd}}$	A) DESVIO QUADRÁTICO MÉDIO PONDERADO DAS DILUIÇÕES. B) IDEM DA MÉDIA $\sigma'_s = \left[\frac{\Sigma P_{sd}(S_{sd}-\bar{S}_s)^2}{\Sigma(n_s-1)\Sigma P_{sd}}\right]^{\frac{1}{2}}$	$\sigma''_s = \left[\Sigma P_{sd}\right]^{-1/2}$	ATIVIDADE ESPECÍFICA DA SOLUÇÃO FORTE $S_{di} = F_d S^0_d$
SOLUÇÃO FRACA	81	136,16171	2,551 x 10^{-4}	3,473 x 10^{-2}	829,126							
	82	135,98107	2,542	3,457	836,793							
	83	135,99588	2,693	3,666	745,250							
	84	135,86770	3,843	5,224	366,438							
	85	136,14512	3,244	4,417	512,638							
	86	135,95151	2,629	3,575	782,612							
	87	136,27735	2,452	3,342	895,320	136,043	a) 0,051 0,037%	388,88				
	88	135,89084	2,621	3,561	788,396		b) 0,018 0,013%					
	91	136,20956	2,463	3,355	888,484							
	92	135,99202	2,720	3,700	730,615							
	93	136,17362	2,725	3,072	388,713							
	94	135,96189	2,575	3,502	815,502							
	95	136,31589	2,589	3,530	802,647							
	96	136,26080	2,985	4,067	604,569							
	97	135,87843	4,262	5,791	298,211	136,131	a) 0,052 0,038%	361,14	136,086		0,036	
	98	136,13693	2,891	3,936	645,442		b) 0,018 0,013%				0,026%	
	11	138,17734	3,074	4,25	554,149							2896,00
	12	137,79631	2,093	2,883	1202,604							2888,01
	13	137,78438	2,496	3,439	845,095							2887,76
	14	138,01826	3,127	4,316	536,792	2890,742	a) 1,198 0,941%	0,697				2892,76
	15	138,13640	3,473	5,417	856,626		b) 0,429 0,015%					2895,16
	16	137,95953	2,012	2,775	1298,188							2891,44
	17	138,03242	3,533	4,876	420,531							2892,96
	18	137,74172	2,434	3,352	889,752							2886,87
	21	134,13365	2,055	2,756	1316,644							2891,84
	22	134,08975	2,189	2,935	1160,801							2890,92
	23	134,31270	2,203	2,959	1142,154							2895,73
	24	134,16528	2,308	3,094	1042,907	2892,148	a) 0,903 0,031%	1,226				2892,12
	25	134,27105	3,857	5,179	372,270		b) 0,319 0,011%					2894,83
	26	134,27839	2,008	2,697	1375,075							2894,98
	27	134,05487	2,007	2,691	1380,957							2890,17
	28	133,98051	2,122	2,848	1236,968				2891,961	a) 0,341 0,012%	0,525	2888,36
SOLUÇÃO FORTE	31	132,28024	3,837	5,075	388,157					b) 0,170 0,006%	0,016%	2892,79
	32	132,21284	2,176	2,876	1208,321							2891,32
	33	132,37205	2,047	2,710	1361,484							2894,80
	34	131,99458	2,043	2,697	1374,596							2886,55
	35	132,35336	2,053	2,718	1353,563							2894,39
	36	132,32400	3,284	4,345	529,446							2893,75
	37	132,15806	3,786	5,004	399,372	2892,095	a) 1,115 0,038%	0,804				2890,12
	38	132,31842	2,512	3,323	905,268		b) 0,394 0,014%					2893,63
	41	128,23557	3,344	4,315	537,1660							2887,96
	42	128,36680	2,708	3,492	824,738							2895,42
	43	128,47122	2,162	2,778	1296,234							2893,27
	44	128,58164	2,151	2,766	1306,763							2895,76
	45	128,31176	2,070	2,657	1416,561							2889,68
	46	128,41537	2,418	,105	1036,974	2892,492	a) 1,055 0,036%	0,898				2892,01
	47	128,35708	3,899	5,005	399,124		b) 0,800 0,014%					2890,70

Figura 2

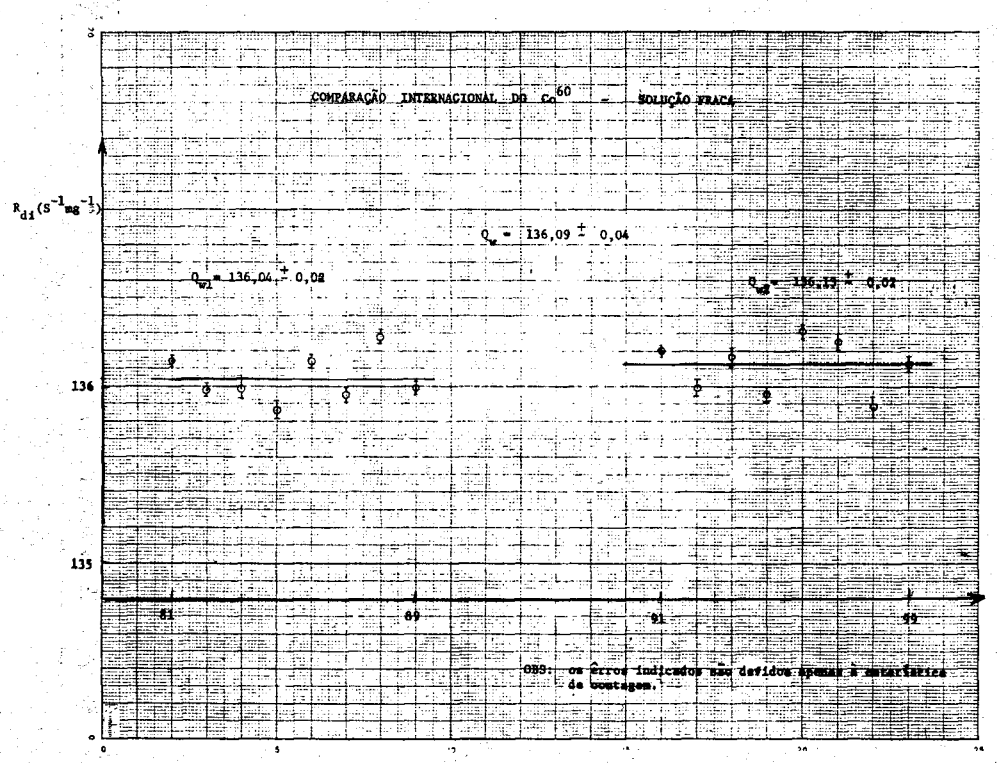


Figura 3 - Representação gráfica de atividade das fontes de solução fraca. Os erros indicados são apenas devido à estatística de contagem. As duas retas representam as médias das duas partes.

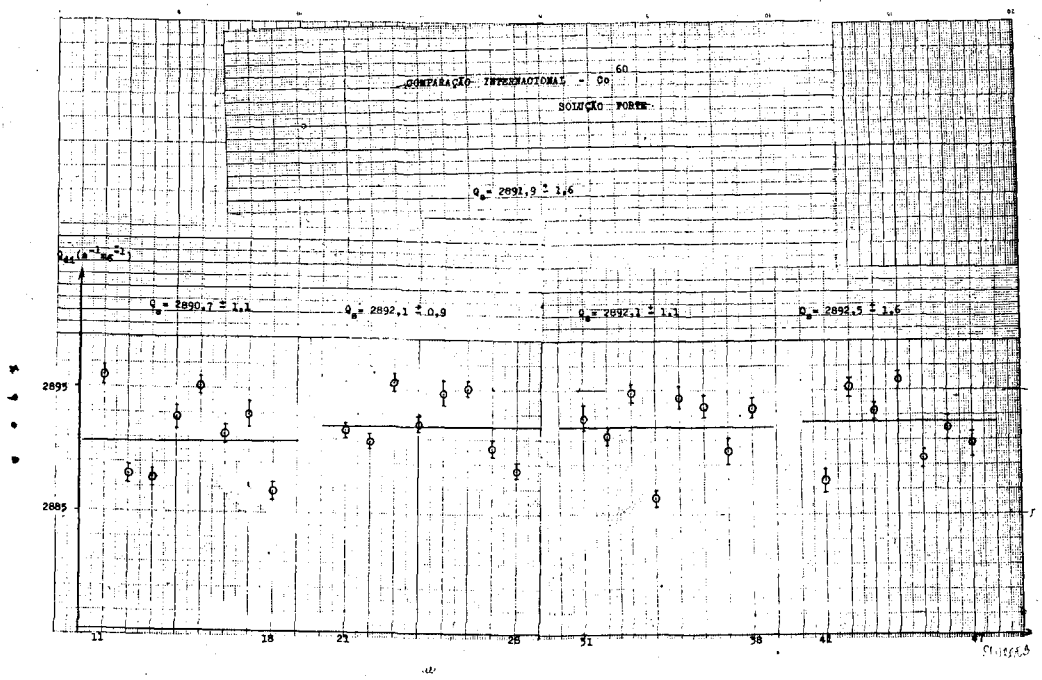


Figura 4 - Representação gráfica da atividade das fontes da solução forte. Os erros indicados são apenas devido à estatística de contagem. As quatro retas representam as médias das diluições.

	ERROS ESTATÍSTICOS		ERROS SISTEMÁTICOS
	A partir dos dados %	Estimados %	Estimados %
ATIVIDADE	0,036 (σ_{di})	———	0,07
MASSA	0,040 (σ_{sd})	0,03	0,10
DILUIÇÃO	0,012 (σ'_s)	0,0001	0,002

Figura 5

MEDIDAS ABSOLUTAS DE ATIVIDADES PELO MÉTODO DE COINCIDÊNCIA $4\pi\beta$-γ. RESULTADOS DA COMPARAÇÃO INTERNACIONAL DA MEDIDA DE SOLUÇÕES DE Co^{60}.

Dagmar C.C. Reis e Lais Pimenta de Moura

A vantagem principal do método de coincidência beta--gama consiste no fato de que, em princípio, o resultado da medida da atividade é independente das eficiências dos detetores. Entretanto, êste mérito é às vêzes contrabalançado pelas incertezas em várias correções que devem ser aplicadas antes que a verdadeira taxa de desintegração possa ser determinada.

Serão analisadas tais correções e as vantagens que se obtém no método de coincidências quando se utiliza na via beta um detetor de alta eficiência intrínseca, como é o caso do contador com geometria 4π. A maioria dessas correções torna-se desprezível em tal sistema, assim como os êrros introduzidos, possibilitando atingir uma alta precisão final nas medidas de atividades de radionuclídeos.

A equação fundamental para o cálculo da atividade no método de coincidências, supondo uma fonte puntual que se desintegra segundo o esquema mais simples (um beta seguido de um gama) é dada pela relação entre o produto das taxas de contagem nos canais beta e gama e a taxa de contagem em coincidência.

Pode-se generalizar esta fórmula para fontes extensas, decompondo a fonte em elementos de volume e integrando as eficiências dos detetores para o volume total da amostra. Se pelo menos um dos detetores é igualmente sensível a tôdas as partes da fonte, a relação se simplifica. Obtém-se esta condição quando um dos detetores é pràticamente 100% eficiente, por exemplo, o detetor be-

ta sendo 4π para betas de alta energia. Por outro lado, se a fonte fôr de pequena dimensão, a eficiência do contador gama não depende pràticamente do ponto de emissão, pois os fenômenos de absorção e difusão na fonte são desprezíveis.

Outras generalizações podem ser feitas para esquemas de desintegração mais complexos.

Se ocorrer o fenômeno de conversão interna seguindo a emissão beta num tempo curto comparado com o tempo morto do canal beta, deve-se levar em conta nesse canal a contribuição dos eletrons de conversão. O fator de correção é diretamente proporcional ao coeficiente total de conversão interna (α), à probabilidade de detetar os eletrons de conversão no canal beta (ε_{ce}) e à probabilidade ($1 - \varepsilon_{\beta}$) de não registrar o raio beta quando o eletron de conversão é detetado. Como $\varepsilon_{ce} = 1$, pois os eletrons de conversão são monoenergéticos, α é um valor normalmente pequeno e $(1-\varepsilon_{\beta})$ para contadores 4π é próximo de zero, o têrmo de correção será extremamente pequeno.

O método de coincidências ainda é válido quando a emissão beta é seguida por vários gamas em cascata, sendo a eficiência gama uma média efetuada sôbre tôdas as energias do espectro.

Para isótopos que decaem por vários ramos de desintegração as contagens em cada canal serão proporcionais às somatórias das eficiências para cada ramo, levando-se em conta suas intensidades relativas. Por desenvolvimento apropriado chega-se à fórmula indicada na figura 1, onde C é uma constante cujo valor depende das energias aceitas pelo canal γ. Sendo função das condições experimentais e do esquema de desintegração, o valor de C pode ser medido para o dispositivo de contagens utilizado e para cada radionuclídeo. Também nesse caso o fator de correção é pequeno para contadores 4π, devido ao têrmo $(1 - \varepsilon_{\beta})$.

O fator C foi medido no sistema 4π β-γ para fonte de Co^{60}, com um nível de discriminação de 250 KeV na via gama. O mé-

todo consiste em variar ε_β cobrindo a fonte com fôlhas absorventes de alumínio de espessura crescente. O gráfico de

$$\frac{N_\beta N_\gamma}{N_c}$$

em função

$$\frac{1 - \varepsilon_\beta}{\varepsilon_\beta}$$

é uma reta cujo coeficiente angular é $N_o C$ e a ordenada inicial N_o (figura 1).

Nas condições fixadas no sistema, que são as normalmente utilizadas para as medidas de atividade do Co^{60}, seu valor, calculado por mínimos quadrados, é de $(- 0,7 \pm 0,7) \times 10^{-4}$.

Admitiu-se nas considerações anteriores, que os detetores utilizados só respondiam às radiações para as quais êles são construídos. Na realidade, o contador β pode detetar alguns gamas e o contador γ, embora não detete as partículas β, devido à espessura das paredes, pode registrar os fotons de freiamento (efeito bremsstrahlung).

A sensibilidade γ do detetor β introduz uma correção dada pela fórmula indicada, quando a via γ está regulada de modo a aceitar só o pico fotoelétrico; nesse caso a probabilidade de coincidência γ-γ é nula porque a energia dos raios espalhados é menor que a energia inicial.

O método mais óbvio de medir êste fator que consistiria em medir no contador beta uma fonte beta-gama de atividade conhecida coberta com uma fôlha de espessura suficiente para absorver todos os betas, modificaria ao mesmo tempo o valor de $\varepsilon_{\beta\gamma}$, devido aos eletrons produzidos pela interação dos gamas com um absorvente de tal espessura.

Tal fator foi medido (figura 2) então pelo método de curva de absorção em coincidência para o Co^{60} variando a eficiência

beta por meio de absorvedores pouco espêssos. O valor de $\varepsilon_{\beta\gamma}$, determinado a partir do coeficiente angular dessa reta, é de ..... $(0,67 \pm 0,04) \times 10^{-2}$.

A análise da correção devida aos fotons de freiamento, mostra que tal fator é proporcional à probabilidade ε_f de um foton de freiamento ser emitido e detetado pelo contador gama, e à diferença entre a eficiência β, ε_β e a probabilidade ε_c de coincidência entre o foton de freiamento e a partícula beta que o produziu. No caso dos betas de alta energia que produzem fotons de energia suficiente para serem detetados no canal gama, ε_β e ε_c são muito próximos de 1. Para os betas de baixa energia a probabilidade ε_f é muito pequena. Portanto em qualquer caso a correção introduzida seria desprezível. Os fatores ε_f e ε_c podem ser avaliados, por meio de um emissor beta puro de energia conveniente, mas na maioria dos casos procura-se eliminar esta correção aumentando-se o nível de discriminação da via gama, de modo que os fotons de freiamento não sejam registrados.

Deve-se considerar ainda as correções instrumentais. Para a correção de "background" sòmente a via gama dá uma contribuição apreciável.

A correção devida a tempo morto deve ser considerada em cada canal. O tratamento para os canais beta e gama é o usual, no entanto para o canal de coincidências a análise dessa correção é bastante complexa. Por considerações e desenvolvimentos apropriados, chega-se à fórmula convencional desta correção na qual o tempo morto que aparece é o menor entre τ_β e τ_γ desde que não haja associado ao canal de coincidências tempo morto maior que τ_β ou τ_γ.

Devido ao tempo de resolução do circuito de coincidências e à largura finita dos pulsos na sua entrada pode haver no canal de coincidências contagens devidas a eventos não coincidentes. Essas coincidências espúrias devem ser descontadas da taxa

total de coincidências observadas.

Para isto devem ser conhecidos com precisão os tempos de resolução do circuito de coincidências, calibrando os valôres fixados na escala. O gráfico do produto das contagens nos dois canais em função de taxa de coincidências observadas será uma reta de coeficiente angular $2\tau_R$ (figura 3).

Os fatôres de correção foram determinados para o Co^{60} tendo em vista a comparação internacional de medidas de atividade dêsse radionuclídeo.

O valor dessas correções para o Co^{60}, bem como os êrros sistemáticos por elas introduzidos no cálculo da atividade estão dados na tabela da figura 4. Vê-se que os fatôres são muito próximos de 1, pois as correções são muito pequenas.

O êrro na medida da atividade devido ao tempo de resolução é da ordem de 0,05%, supondo-se uma flutuação no tempo de resolução fixado da ordem de 10%. A correção dependente do esquema de desintegração introduz um êrro de $0,47 \times 10^{-3}$%. Supondo-se uma variação no tempo morto da ordem de 20%, o êrro introduzido por essa correção não ultrapassa 0,05%. O êrro devido à medida do tempo de contagem é de 0,01%.

O êrro sistemático total na atividade 0,07%, é dado pela soma quadrática dos êrros parciais.

Por outro lado, o êrro devido à estatística de contagens para medidas em coincidência pode ser dado pelo desvio quadrático médio da média de várias medidas feitas para uma mesma fonte ou pela fórmula de Campion e Taylor em função das eficiências dos contadores para uma contagem num dado tempo (figura 5).

O tempo total de medida deve ser suficientemente grande de modo que o êrro estatístico seja bem menor que a soma dos outros êrros. Usualmente mantém-se o êrro estatístico da ordem de .. 0,04%.

É interessante notar pela análise da fórmula de r_M mais uma vantagem da utilização de um contador 4π na via beta. Comparando os tempos necessários para obter uma mesma precisão estatística vê-se que o tempo de contagem necessário com um contador de baixa eficiência é muito maior que para um contador de alta eficiência ($\varepsilon_\beta \cong 0{,}97$) como o 4π.

Pelo método de coincidências $4\pi\beta$-γ foi feita uma comparação internacional de medidas de atividades de soluções de Co^{60} organizada pelo BIPM, cujos resultados finais serão apresentados . Além disso, foi feita uma comparação prévia com o NPL, BCMN e BIPM de uma solução de Co^{60} e a dispersão obtida entre o Laboratório do IEA e do BIPM foi de 0,006%.

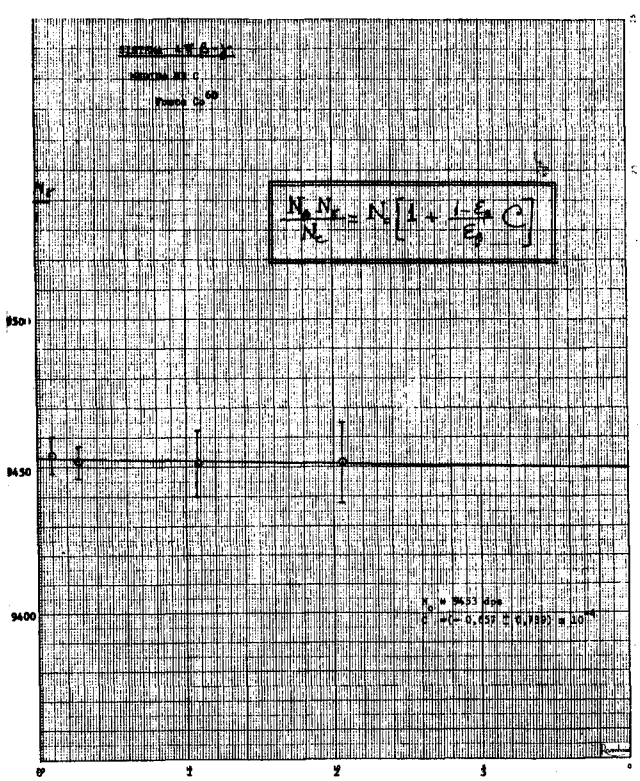


Figura 1

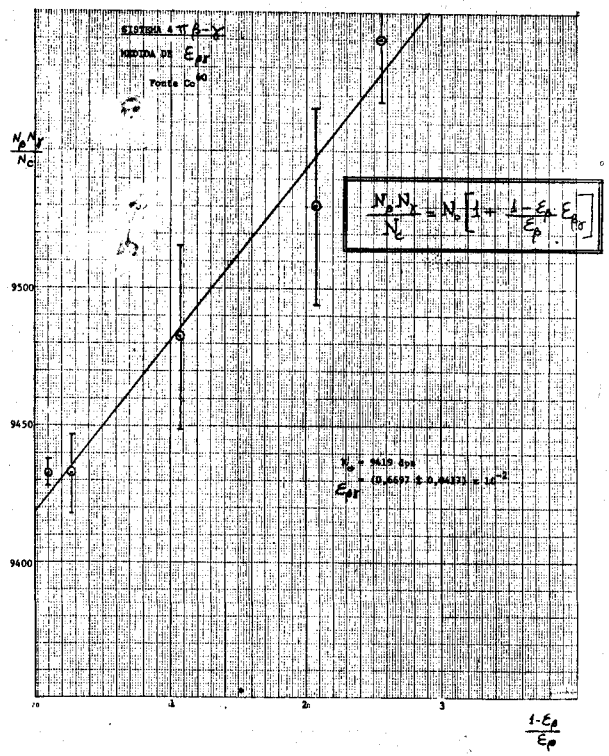


Figura 2

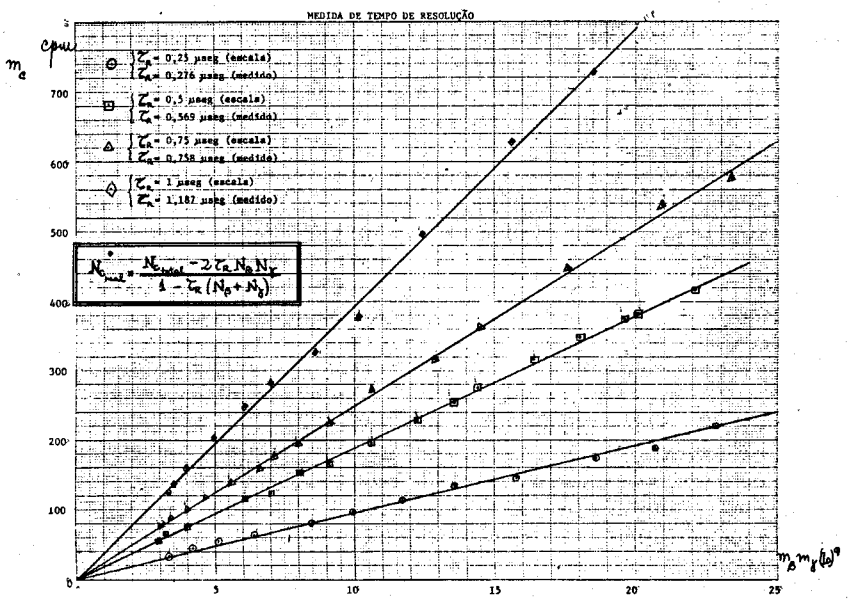


Figura 3

CORREÇÕES E ERROS NO CÁLCULO DA ATIVIDADE (Co^{60})

	Valor da correção	Erro na atividade devido à correção %	Erro sistemático total %
Correção devida ao tempo de resolução (Kr)	1,00508	0,05	0,07
Correção dependente do esquema de desintegração (1+Ke)	0,99999	0,0005	
Correção devida ao tempo morto (K_t)	0,99782	0,04	

Figura 4

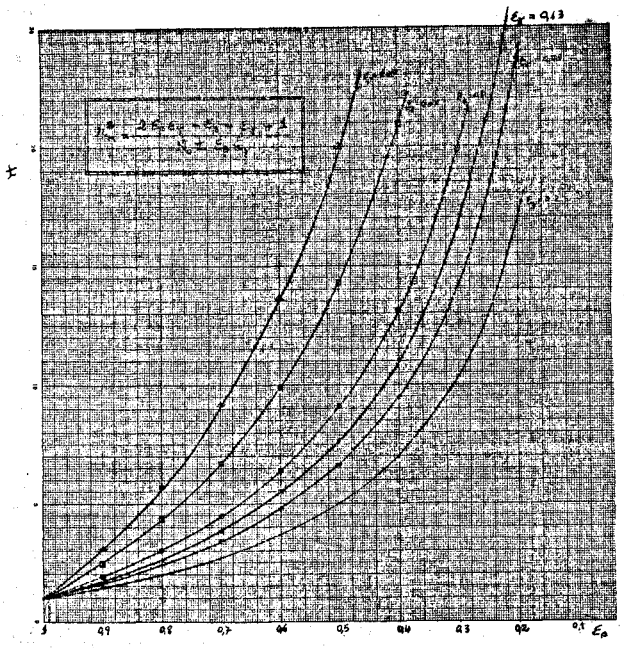


Figura 5

RESOLUÇÃO E CALIBRAÇÃO DE UM ESPECTRÔMETRO DE TEMPO DE VÔO QUE UTILIZA UM OBTURADOR PARA NEUTRONS LENTOS

Lia Q. Amaral, L.A. Vinhas, C. Rodriguez e S.B. Herdade

Um espectrômetro de tempo de vôo que utiliza um "chopper" de fendas curvas para pulsar neutrons lentos foi construído no IEA. Os parâmetros do "chopper" foram escolhidos de tal forma que a sua função de transmissão apresenta uma região quase plana em tôrno de 2 Å numa rotação de 12700 rpm. Um analisador TMC com 1024 canais é usado para a medida dos tempos de vôo que os neutrons levam para percorrer a distância conhecida do centro do obturador ao detetor de neutrons. O espectrômetro pode ter uma distância de vôo máxima de 3 metros e seu intervalo de utilização prática vai de 0.8 a 12 Å . O limite inferior é determinado pela influência do "background" de neutrons rápidos e o limite superior pela baixa intensidade de neutrons nessa região da maxwelliana do reator.

Um imã móvel, solidário ao rotor, e uma bobina fixa ao suporte do "chopper" dão origem a um sinal que é utilizado para disparar o analisador multicanal e também para controlar a velocidade do "chopper" dentro de 0.5%. As velocidades de rotação utilizadas vão de 2000 a 15000 rpm. A posição do imã no rotor pode ser ajustada manualmente, de maneira que êle passe em frente da bobina fixa exatamente no momento em que o pulso de neutrons é formado no centro do "chopper". Esta calibração do zero da escala de tempo é feita através da medida do tempo de vôo de neutrons de comprimento de onda bem conhecido.

A calibração e a determinação experimental da resolução em tempo podem ser feitas através da medida dos degraus de Bragg que aparecem na secção de choque total de substâncias policristali

nas como o Fe, Be, grafite, etc. Nessa medida, a resolução do espectrômetro afeta o degrau de tal maneira que a descontinuidade vertical assume uma certa inclinação e o degrau apresenta-se arredondado, surgindo o problema da determinação exata do ponto de calibração e da relação entre a resolução e a largura observada do degrau. Para solucionar êste problema, os resultados obtidos experimentalmente na medida do "cut-off" do ferro, devido aos planos (110), foram simulados num computador IBM-1620 para várias resoluções, a partir da secção de choque total teórica calculada. Dessa forma torna-se possível calibrar e determinar experimentalmente a resolução do espectrômetro com bastante precisão.

Com finalidade de obtermos uma calibração do tempo zero independente da velocidade do "chopper" e simultaneamente para determinação experi ental da resolução como função da velocidade de rotação, o degrau (110) do ferro foi medido com o "chopper" em várias velocidades. Por ajustes sucessivos da posição da bobina foi estabelecida uma reprodutibilidade do ponto de calibração para tôdas as velocidades do "chopper" dentro de 4 μseg.

Para o cálculo teórico da resolução do espectrômetro consideramos separadamente duas contribuições: uma que depende dos parâmetros do "chopper" e da geometria do sistema e outra devida a espessura do detetor e à largura de canal utilizada. O acôrdo verificado entre a resolução teórica e a experimental é bastante bom. Para neutrons de 4.046 Å , com o "chopper" rodando a 10700 rpm , utilizando-se uma largura de canal de 8 μseg, um detetor BF_3 de uma polegada de espessura e uma distância de vôo de 1,5 metros, a resolução em tempo do espectrômetro é de 2,5%.

OBSERVAÇÃO: Para maiores detalhes consultar "Experimental Study of a Curved Slit Slow Neutron Chopper and Time-of--Flight Spectrometer", S.B. Herdade, L.Q. Amaral, C. Rodriguez and L.A. Vinhas, publicação IEA nº 136 (fevereiro de 1967).

ARRANJO EXPERIMENTAL PARA ESTUDO DE SÓLIDOS E LÍQUIDOS ATRAVÉS DO ESPALHAMENTO INELÁSTICO DE NEUTRONS LENTOS.

Lia Q. Amaral, Claudio Rodriguez, S.B.Herdade e L.A.Vinhas

Como consequência da massa do neutron, aos comprimentos de onda da ordem das dimensões atômicas (1 a 5 Å) correspondem energias da ordem dos centésimos de ev, como pode ser visto através da relação

$$\lambda = \frac{h}{mv} = \frac{0.286}{\sqrt{E}} \quad , \text{ com E em ev e } \lambda \text{ em Å.}$$

As energias características da microdinâmica de sólidos e líquidos são dessa mesma ordem de grandeza. Portanto, transferências de energia e quantidade de movimento entre o neutron e êsses sistemas podem ser fàcilmente observadas, razão pela qual o espalhamento inelástico de neutrons lentos é um método importante no estudo do comportamento da matéria agregada. Podem dessa forma ser estudadas propriedades nas quais o movimento é um aspecto importante.

Através da aproximação de Born e utilizando o pseudo-potencial de Fermi, a secção de choque diferencial para espalhamento de neutrons lentos é dada por[1]:

$$\frac{d^2\sigma}{d\Omega d\varepsilon} = b^2 \frac{|\vec{k}'|}{|\vec{k}|} S(\vec{Q}, \omega) \quad \text{onde}$$

$\vec{k}'$ = vetor de onda do neutron espalhado

$\vec{k}$ = vetor de onda do neutron incidente

b = amplitude de espalhamento nuclear

$S(\vec{Q}, \omega)$ é a chamada "scattering law" e depende sòmente da transferência de quantidade de movimento $\vec{Q}$ e

da transferência de energia ω.

Na figura 1 vemos um esquema da reação a ser estudada. O método requer uma monocromatização inicial, para obtermos neutrons de uma única energia incidindo na amostra e um espectrômetro para análise em energia do feixe espalhado numa certa direção.

No arranjo experimental em fase de construção no IEA, o chamado espectro de neutrons frios é usado como feixe incidente : um filtro de Be policristalino refrigerado à temperatura do nitrogênio líquido transmite sòmente os neutrons do espectro Maxwelliano do reator abaixo de 5 mev, pois a secção de choque nessa energia (Bragg cut-off) varia abruptamente de 6 para 0.04 barns.

Na figura 2, a título de ilustração, reproduzimos resultados obtidos por Larsson et al[(2)], com um arranjo dêsse tipo; mostra-se a maxwelliana do reator e o espectro de neutrons frios.

A meia largura dêsse espectro transmitido é de 2 mev ou 1 Å, o que é aceitável quando medimos transferências de energia da ordem da energia térmica 0.025 ev. O método é inadequado para observação de pequenas transferências de energia. O degrau abrupto do Be é uma das características mais favoráveis do método, pois pode ser usado no estudo de alargamento da linha quase-elástica, relacionado com fenômenos de difusão em líquidos e com fonons de cristais.

A espessura de Be usada deve ser tal que pràticamente elimine neutrons térmicos e rápidos e deve ainda tornar desprezível a influência do próximo degrau do Be, de secção de choque mais alta.

Na figura 3 vemos um esquema do projeto do arranjo experimental dentro do tubo de irradiação. Os filtros são colocados dentro do tubo de irradiação de modo que a radiação espalhada seja absorvida na própria blindagem do reator. Um monocristal de chumbo deve também ser utilizado como filtro para reduzir a alta

radiação gama. Os filtros são colocados num criostato que os mantêm à temperatura do nitrogênio líquido, diminuindo-se dessa forma a secção de choque abaixo do cut-off, devida apenas à absorção e ao espalhamento inelástico, êste fortemente dependente da temperatura.

A espessura dos filtros foi escolhida a partir das medidas do fluxo de neutrons rápidos e de raios gama na face do carôço. Com 40 cm de Be e 10 cm de Pb temos para as transmissões: para neutrons de 0.005 ev ~ 0.60; para neutrons de 1 ev ~ 6×10^{-15}; para neutrons de 4 Mev ~ 10^{-4}.

Há possibilidade de se colocar mais um filtro de Be de 10 cm caso seja necessário, ou de aumentar a espessura do filtro de Pb.

Colimadores de ferro e chumbo definem a geometria do feixe que apresenta uma área de 4 x 8 cm na posição da amostra.

O maior problema que teve de ser resolvido neste projeto foi devido ao pequeno diâmetro do maior tubo de irradiação, que é de apenas 20 cm; isto dificultou bastante o projeto do criostato, pois os filtros são cilindros de 12 cm de diâmetro.

Para evitar um tubo extra de vácuo, e também para não perder intensidade, pretendemos que todo o tubo seja evacuado. Em volta do tubo existe uma película de água, para blindagem. O vácuo conseguido foi de 5×10^{-5} mm Hg, o que é suficiente para manutenção da temperatura do nitrogênio líquido.

Foi feita uma porta especial, de maneira que a espessura de chumbo a ela correspondente está sempre presente no feixe para sua melhor definição, e apenas um orifício da área do feixe pode ser aberto ou fechado por ação externa; a blindagem na parte restante da abertura final do tubo de irradiação será de parafina borada.

A figura nº 4 mostra a parte externa do projeto. A orien

tação da amostra pode ser ajustada e tôda a mesa da amostra corre em trilhos, podendo ser variada sua distância à saída do reator.

A análise em energia dos neutrons espalhados será feita por um espectrômetro de tempo de vôo de 3 m de distância de vôo, utilizando o chopper de placas curvas construído e em operação atualmente[3] em outro arranjo experimental. Um banco de 10 detetores de He^3 a 2 atmosferas de pressão será utilizado, de eficiência 3 vêzes maior do que os BF_3 convencionais. Ângulos de 20º a 90º poderão ser analisados.

Nessa geometria o espectrômetro terá uma resolução de 2.5% em tempo na posição do degrau do Be.

Desta parte externa apenas a mesa da amostra e a estrutura do tubo de vôo já estão terminados no momento, assim como os testes preliminares com os detetores.

REFERÊNCIAS

(1) Van Hove, Phys. Rev. 95, 249 (1954).

(2) K.E. Larsson, R. Stedman and H. Palevsky, J. Nuclear Energy 6, 222 (1958).

(3) S.B. Herdade, L.Q. Amaral, C. Rodriguez and L.A. Vinhas - publicação IEA nº 136 - fevereiro de 1967.

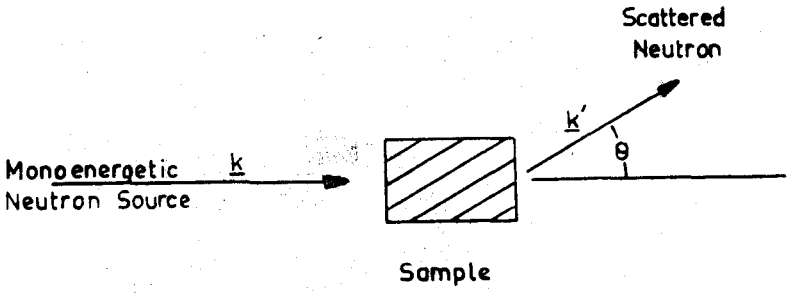


Figure 1
Representation of Scattering Experiment

Figura 1

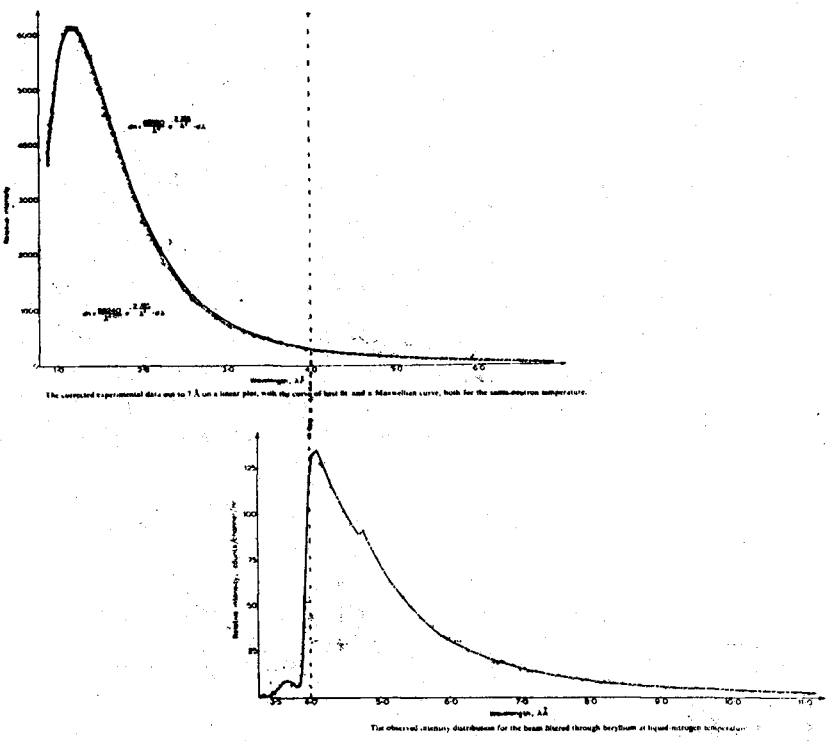


Figura 2

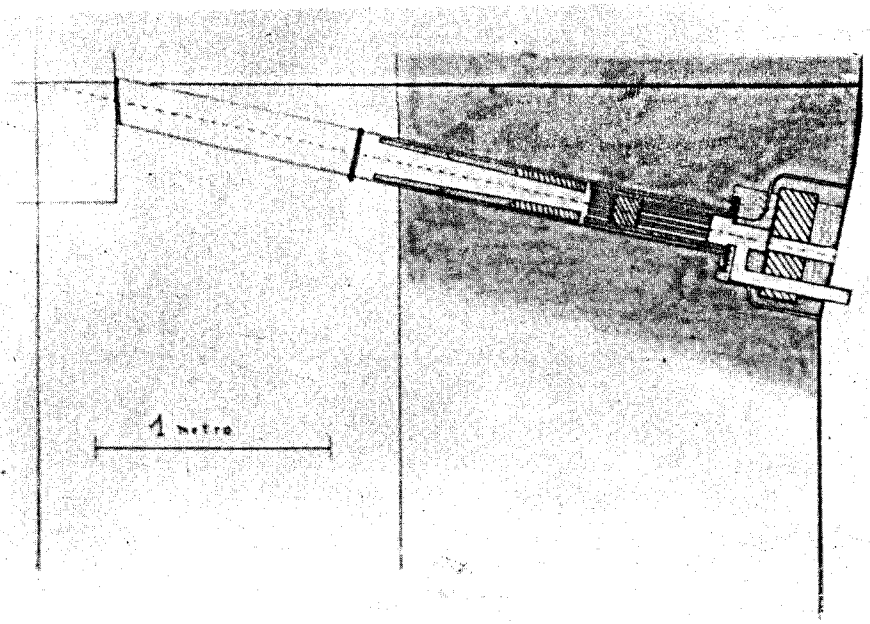


Figura 3

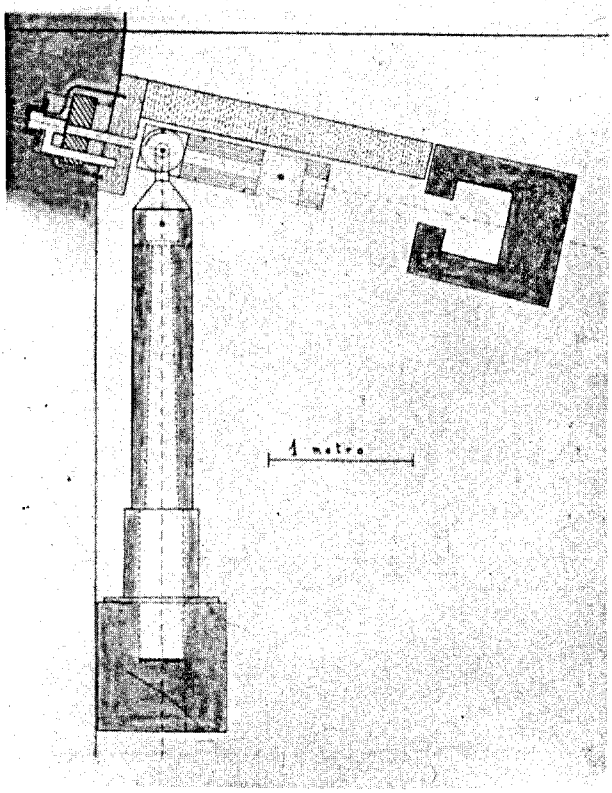


Figura 4

MEDIDA DA SECÇÃO DE CHOQUE TOTAL DO FERRO POLICRISTALINO PARA NEUTRONS LENTOS

Laercio A. Vinhas, Silvio B. Herdade,
Claudio Rodriguez, Lia Q. do Amaral

Utilizando-se das facilidades oferecidas pelo espectrômetro chopper tempo de vôo[1] que se acha instalado em um dos canais experimentais do reator do IEA, mediu-se a secção de choque total de uma amostra de ferro policristalino para neutrons no intervalo de comprimentos de onda de 0,7 Å a 5,5 Å (0,15 ev a 0,0025 ev).

A finalidade da medida é o estudo da transmissão de neutrons através de amostras policristalinas; escolheu-se o ferro devido a diversos fatôres, tais como o fato da secção de choque para o mesmo não ter sido medida com boa resolução nessa região; a facilidade de obtenção da amostra; o fato do ferro apresentar espalhamento magnético.

A medida foi feita utilizando-se o arranjo experimental mostrado na figura 1 onde vemos o chopper instalado junto à saída do canal experimental; são usados três definidores para o feixe de cadmio e são indicados na figura por S_1, S_2 e S_3; o detetor usado é um BF_3 de 12" x 1" colocado a uma certa distância conhecida do chopper e paralelamente ao eixo de rotação do mesmo; um BF_3 de baixa eficiência é colocado no feixe entre a saída do reator e o chopper e serve para monitorar a intensidade do feixe; a análise de tempo de vôo, isto é, do tempo que o neutron leva para percorrer a distância que vai do chopper ao detetor é feita através de um analisador multicanal; nesta figura podemos ver ainda que a amostra é colocada próximo ao detetor a fim de se evitar espalhamento em pequenos ângulos.

Os resultados experimentais obtidos utilizando-se uma amostra de ferro de pureza p.a. (da Carlo Erba) com grãos medidos ao microscópio da ordem de um micron, são mostrados na figura 2 onde também vemos os dados do "barn book", BNL-325, que são indicados por círculos pretos. Na figura nota-se que há uma boa concordância entre êstes resultados e os nossos nas regiões onde o efeito da resolução é pequeno, entretanto nas regiões onde êste efeito é maior os nossos dados como foram obtidos com resolução melhor apresentam degraus mais abruptos.

Ainda nessa figura vemos a curva de secção de choque total calculada teòricamente incluindo as seguintes secções de choque: absorção, espalhamentos coerente elástico, incoerente elástico, incoerente inelástico e coerente inelástico.

a) absorção - a secção de choque de absorção foi assumida como sendo proporcional ao comprimento de onda do neutron e seu valor na energia térmica foi tomado como $2{,}53 \pm 0{,}06$ barns que é o valor tabelado no "barns book", BNL-325.

As secções de choque de espalhamento foram calculadas a partir de expressões deduzidas utilizando-se o pseudopotencial de Fermi e a aproximação de Debye.

b) espalhamento coerente elástico - a secção de choque para o espalhamento coerente elástico foi calculada utilizando-se a fórmula abaixo[2][3][4]:

$$\sigma_{coer}^{elas} = \frac{N\lambda^2}{2C} \sum_{\substack{h,k,l \\ d > \lambda/2}} (F^2 \, d \, j \, e^{-2w})_{h,k,l}$$

onde: N - número de células unitárias por centímetro cúbico

C - número de átomos por célula unitária

λ - comprimento de onda do neutron

d - distância interplanar da família de planos

j - fator de multiplicidade

h,k,l - índices de Miller da família de planos

F - fator de estrutura que para cristais cúbicos de corpo centrado como é o caso do ferro; é dado por

F = 2b para h+k+l par

F = 0 para h+k+l impar

sendo b a amplitude de espalhamento que para o ferro é b = 0,951 x 10^{-12} cm[3]

e^{-2w} - é o fator de Debye-Waller que leva em conta o movimento dos átomos em tôrno das suas posições de equilíbrio no cristal, sendo

$$w = \frac{3}{2} \frac{h^2}{Mk\theta d^2} \left[\frac{1}{4} + \Lambda \left(\frac{\theta}{T} \right) \right]$$

onde M = massa do elemento

θ = temperatura do Debye que para o ferro é

$$\theta = 420^{\circ}K$$

$$\Lambda = \left(\frac{T}{\theta} \right)^2 \int_0^{\theta/T} \frac{\beta}{e^{\beta} - 1} \, d\beta$$

c) espalhamento incoerente elástico - a secção de choque para êste espalhamento foi calculada utilizando-se a fórmula[2][3][4]:

$$\sigma_{inc}^{elas} = \sigma_i \left[1 - \frac{\lambda^2}{Y} \left(1 - \exp \left(- Y/\lambda^2 \right) \right) \right]$$

$$Y = \frac{12\ h^2}{M\ k\ \theta} \left[\frac{1}{4} + \Lambda \left(\frac{\theta}{T} \right) \right]$$

onde σ_i é a secção de choque incoerente do elemento , e que leva em conta a presença de diferentes isótopos e spin. Para o ferro $\sigma_i = 0{,}43$ barns[3].

d) espalhamento incoerente inelástico - a secção de choque para êste espalhamento é calculada como a soma das secções para os processos envolvendo 1,2,3... fonons. Mas esta soma é muito lentamente convergente . Então o que se faz é calcular a secção de choque incoerente total, pois embora esta soma seja lentamente convergente, utilizando-se um artifício introduzido por Placzek que é o de rearranjar a soma em uma série de potências de (m/M) que é ràpidamente convergente. Tal série é

$$\sigma_{inc}^{tot} = \sigma_i \left[1 + A(x,t)\left(\frac{m}{M} \right) + B(x,t)\left(\frac{m}{M} \right)^2 + C(x,t)\left(\frac{m}{M} \right)^3 \right]$$

$$t = \frac{T}{\theta} \qquad\qquad x = \sqrt{\frac{E}{x\theta}}$$

Os coeficientes para um grande intervalo de x e t foram calculados por Stuart e Marshall e se acham tabelados no relatório UCRL-5568[4]. A secção de choque para o espalhamento incoerente inelástico é dada pela diferença.

$$\sigma_{inc}^{inel.} = \sigma_{inc}^{total} - \sigma_{inc}^{elas.}$$

e) espalhamento coerente inelástico - a secção de choque para êste espalhamento é muito difícil de calcular, mas sabe-se que o comportamento desta curva de

secção de choque contra o comprimento de onda do neutron é semelhante ao da secção de choque para o espalhamento incoerente inelástico, então dentro de 10% pode-se calcular o espalhamento coerente inelástico substituindo σ_i por σ_c.

$$\sigma^{inel.}_{coer.} = \frac{\sigma_c}{\sigma_i} \sigma^{inel.}_{inc.}$$

onde σ_c é a secção de choque coerente para o elemento[4].

Foram feitos programas em FORTRAN-II para se calcular tôdas estas secções de choque no computador IBM-1620-II. Êstes programas, além de calcular para o ferro, servem para o cálculo das secções de choque de qualquer substância policristalina.

Além dêsses espalhamentos nucleares calculamos também o espalhamento magnético[5], isto é, o espalhamento devido à interação do momento magnético do neutron com o momento magnético do átomo.

Devido ao fato dos momentos magnéticos em uma substância ferromagnética terem uma orientação definida o espalhamento magnético é coerente.

Para se incluir no cálculo o espalhamento magnético usa-se a mesma fórmula do espalhamento coerente elástico, apenas que o fator de estrutura agora é igual a

$$F^2 = F^2_{nucl} + \frac{2}{3} F^2_{mag}$$

sendo $F_{mag} = 2p$, sendo p a amplitude de espalhamento magnético e é dada por

$$P = \left(\frac{\ell^2}{mc^2} \right) \gamma S f$$

onde $(\frac{\ell^2}{mc^2})$ - é o raio clássico do eletron

γ - momento magnético do átomo

S - spin do átomo

f - fator de forma magnético característico dos eletrons responsáveis pelo momento magnético do átomo.

Como a célula unitária magnética para o ferro é igual à célula unitária química, os degraus do espalhamento coincidem com os do espalhamento nuclear.

A figura 3 mostra as curvas das secções de choque dos espalhamentos incoerente elástico e inelástico e do espalhamento coerente inelástico. Na figura 2 podemos ver estas três secções de choque somadas, e além dessas as secções de choque de absorção e a secção de espalhamento coerente elástico nuclear mais magnético.

A pequena discordância na região do último degrau é devida a uma pequena extinção por causa dos tamanhos dos grãos da amostra, mas como a extinção é proporcional ao comprimento de onda ao quadrado, em comprimentos de onda menores, êste efeito se torna desprezível.

A boa concordância entre a curva de secção de choque calculada teòricamente e a curva medida mostra a validade dos modêlos escolhidos para o cálculo das diversas secções de choque , como também mostra que a escolha dos parâmetros do Ferro utilizados no cálculo foi correta.

REFERÊNCIAS

(1) Herdade S.B.; Amaral, L.Q. do; Rodrigues, C.; and Vinhas, L.A.: "Experimental Study of a Curved Slit Slow Neutron Chopper and Time-of-Flight Spectrometer", Publicação IEA Nº 136 (1967).

(2) Cassels, J.M.: Prog. Nucl. Phys. 1, 185 (1950).

(3) Ringo, G.R.: Handbuck der Physik, vol. XXXII, pg. 552.

(4) Marshall, W.; Stuart, R.N.: "The Scattering of Neutrons from Polycrystalline Materials", UCRL-5568.

(5) Bacon, G.E. - "Neutron Difraction", Oxford (1962).

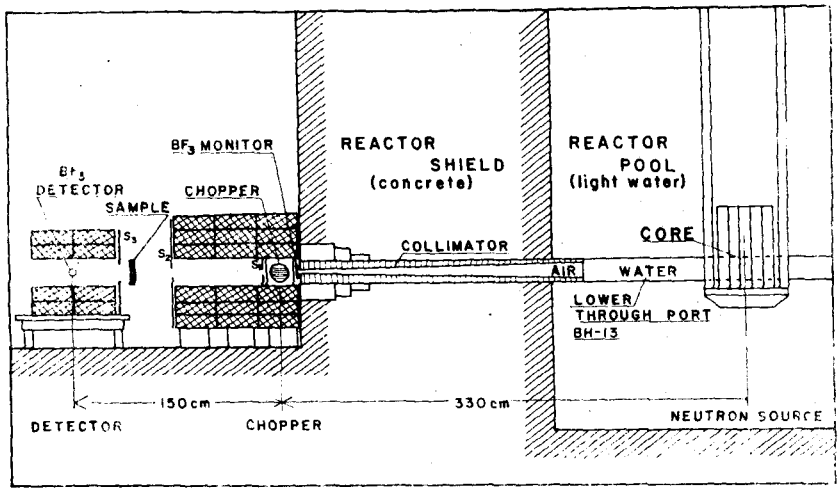


Figura 1

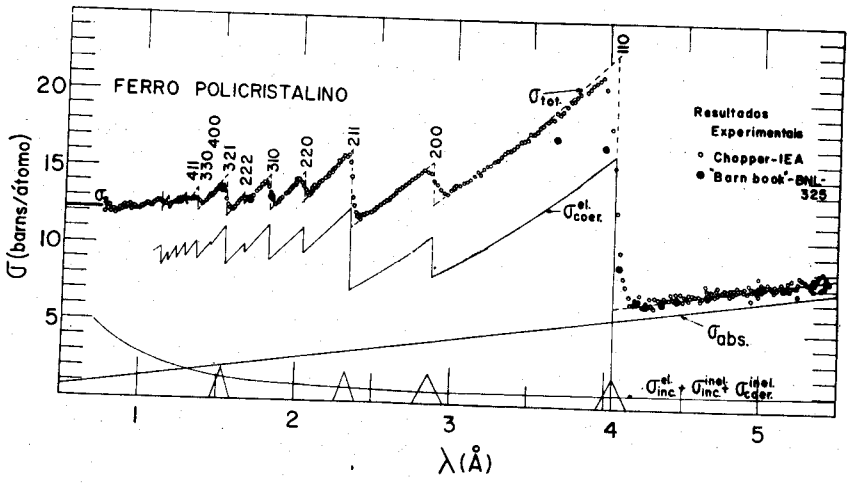


Figura 2

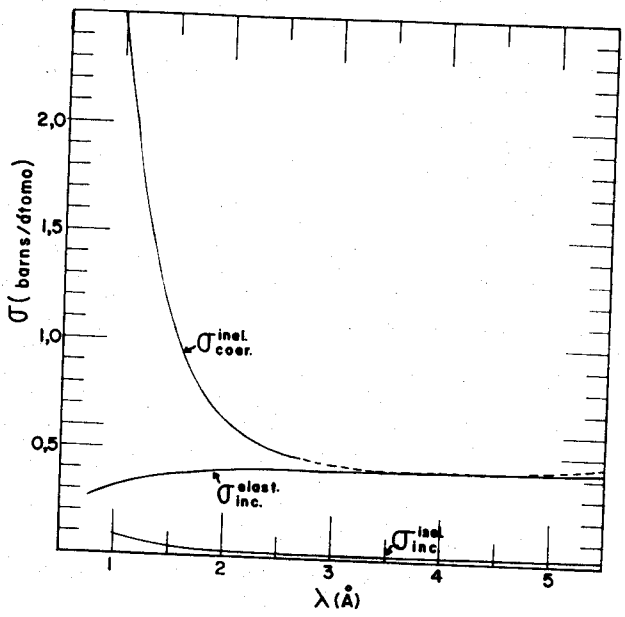


Figura 3

SECÇÃO DE CHOQUE TOTAL DO UO_2 PARA NÊUTRONS LENTOS

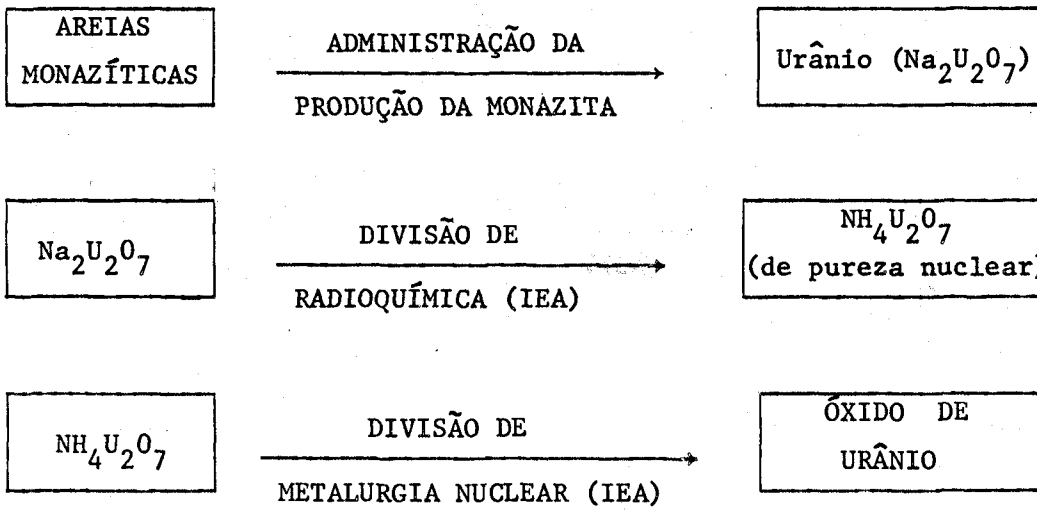
Claudio Rodriguez, Laercio A. Vinhas,
Silvio B. Herdade e Lia Q. do Amaral

Utilizando-se o espectrômetro de tempo de vôo-chopper, (referência 1), foi medida a secção de choque total do óxido de urânio policristalino na região de energia desde .08 ev até .0008 ev.

O objetivo do trabalho é a determinação da secção de choque total para neutrons lentos do óxido de urânio processado no I.E.A., medida de interêsse no projeto de elementos combustíveis de reatores.

A amostra de UO_2 usada provém do mesmo estoque de óxido utilizado na construção dos elementos combustíveis do reator subcrítico RESUCO instalado no Instituto de Física e Matemática da Universidade Federal de Pernambuco.

As fases de processamento do óxido, a partir das areias monazíticas do Espírito Santo podem ser esquematizadas da seguinte forma:



ARRANJO EXPERIMENTAL

O arranjo experimental utilizado nas medidas é visto na figura 1, cuja descrição e características já foram amplamente discutidas (referência 1).

Nesta medida devido o interêsse em se efetuarem medidas em regiões de energia muito baixas (0.0008 ev) onde a intensidade de neutrons é baixa, foi usado um detetor de He_3 de 2 atmosferas que apresenta uma eficiência três vêzes maior do que os convencionais BF_3.

A amostra de óxido de urânio consiste de uma pastilha cilíndrica, de 3,2 cm de diâmetro e 1,0 cm de altura, sinterizada a 1400ºC pela Divisão de Metalurgia Nuclear do IEA, apresentando uma densidade de 10,45 g/cm^3.

SECÇÃO DE CHOQUE DE ESPALHAMENTO COERENTE ELÁSTICO

Admitindo-se para o UO_2 a temperatura ambiente, uma estrutura cristalina do tipo fluorita (CaF_2) com uma constante de rede a_o = 5,47 Å; admitindo-se também a amplitude de espalhamento e temperatura de Debye do Urânio e Oxigênio respectivamente

$$b_u = 0{,}85 \times 10^{-2} \text{ cm}$$
$$b_o = 0{,}577 \times 10^{-12} \text{ cm} \qquad \text{(referência 2)}$$

$$\theta_u = 164º \text{ K}$$
$$\theta_o = 527º \text{ K} \qquad \text{(referência 3)}$$

Admitindo êsses valôres à secção de choque de espalhamento coerente elástico, devido a reflexão de Bragg, pode ser calculada através da expressão:

$$\sigma_{\substack{coer \\ elast}} = \frac{N\lambda^2}{2} \sum_{d \geq \frac{\lambda}{2}}^{hkl} M F^2 d \qquad (I)$$

por célula unitária

onde:

N = número de células unitárias/cm^3

λ = comprimento de onda do neutron incidente

M = multiplicidade

d = espaçamento entre os planos

F = fator de estrutura

O fator de estrutura para um cristal do tipo CaF_2 depende do valor da soma dos índices de Miller h,k,l dos diversos planos.

Para h + k + l = 4n, onde n é um número inteiro, o fator de estrutura é dado por:

$$F^{4n} = 4\, b_u \exp(-2\,\omega_u) + 8\, b_o \exp(-2\omega_o) ,$$

neste caso, os átomos de Urânio e Oxigênio espalham em fase, temos uma reflexão forte.

Para $k + k + l = 4n \pm 1$

$$F^{4n \pm 1} = 4\, b_u \exp(-2\,\omega_u) ,$$

sòmente os átomos de Urânio espalham, temos uma reflexão de intensidade média.

Para $h + k + l = 4n \pm 2$

$$F^{4n \pm 2} = 4\, b_u \exp(-2\,\omega_u) - 8\, b_o \exp(-2\omega_o) ,$$

os átomos de Urânio e Oxigênio espalham defasados, a reflexão é fraca.

Nas expressões mostradas ω_u e ω_o são respectivamente os fatôres de Debye do Urânio e Oxigênio (referência 3).

RESULTADOS

Na figura 2 são mostrados os valôres obtidos experimen-

talmente para a secção de choque total do UO_2, é mostrada também a secção de choque coerente elástica calculada através da expressão I, (curva a).

A partir de 6,3 Å a única contribuição para a secção de choque total é a secção de choque de absorção do UO_2 que admitindo possuir uma variação 1/v pode ser extrapolada, obtendo-se o valor da absorção do UO_2 na energia térmica. O valor encontrado para 0,025 eV foi de 8,2 barns, ligeiramente superior ao tabelado (7,68 barns, BNL 325).

Somando-se à absorção extrapolada os valôres da secção de choque de espalhamento coerente elástico, obtém-se a curva b (figura 2) que concorda com os valôres experimentais obtidos, a não ser na região de comprimentos de onda pequenos onde aparece uma outra contribuição para a secção de choque total: a secção de choque de espalhamento inelástico.

REFERÊNCIAS

1. Silvio B. Herdade, Lia Q. do Amaral, Claudio Rodriguez e Laercio A. Vinhas; Experimental Study of a Curved Slit Slow-Neutron Chopper and Time-of-Flight Spectrometer; Publicação IEA nº 136.

2. G.E. Bacon; Neutron Diffraction, Oxford (1962).

3. B.T. Wills; Proc. of Royal Society of London; Series A, v.274 (1963).

4. R.G. Allen et al; Phys. Rev. 96, 1297, (1954).

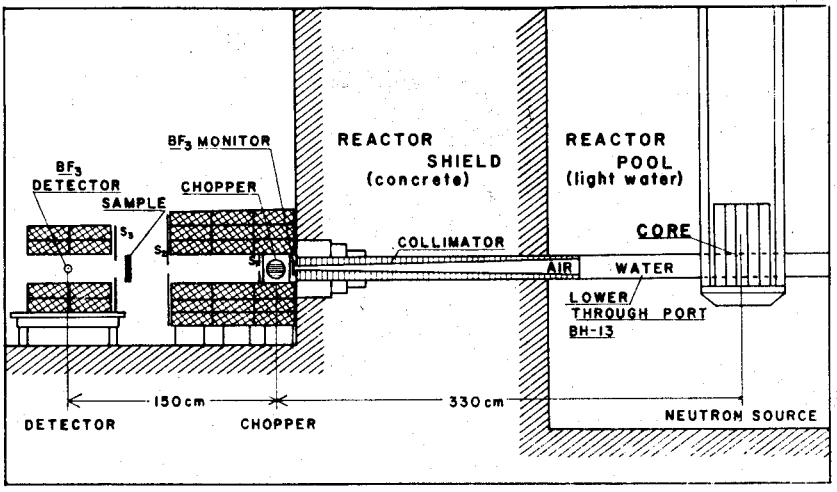


Figura 1

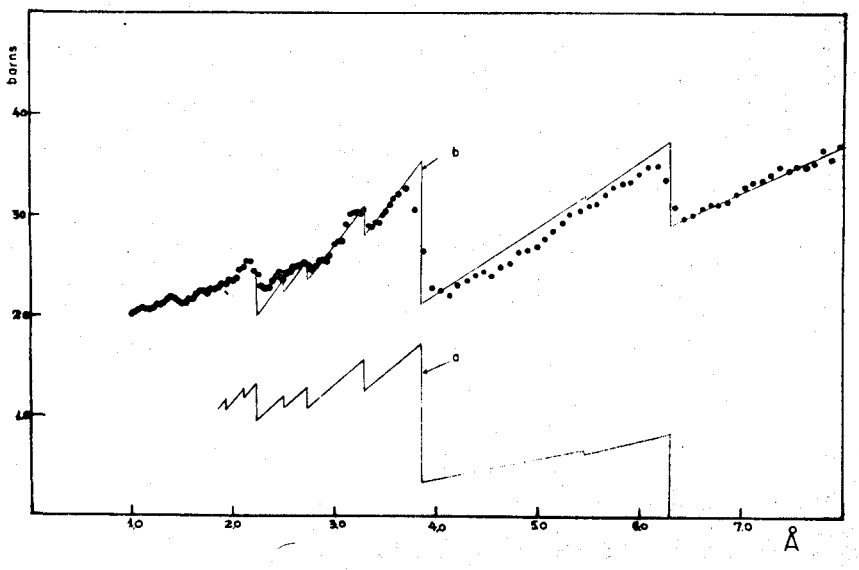


Figura 2

ESTUDO DA ROTAÇÃO DE GRUPOS CH_3 EM MOLÉCULAS PARA MEDIDA DA SECÇÃO DE CHOQUE TOTAL PARA NEUTRONS LENTOS

Silvio Bruni Herdade

Em muitos compostos, uma parte de cada molécula pode girar em tôrno de uma linha que liga esta parte ao resto da molécula. Esta "rotação interna" é pràticamente livre no dimetil-acetile no $CH_3C{\equiv}CCH_3$, no qual um grupo metílico pode girar com relação ao outro, em tôrno do eixo que liga os átomos de carbono. Por outro lado, no etano CH_3CH_3, por exemplo, existem fôrças entre os grupos metílicos que restringem a rotação. Estas fôrças são governadas por uma energia potencial que é uma função do ângulo de orientação mútua dos dois grupos em tôrno do eixo que os liga (1)(2).

Uma das razões para o interêsse na rotação restrita em moléculas é o estado insatisfatório da teoria sôbre as origens das fôrças responsáveis pela restrição. Não há motivo para duvidar que elas sejam devidas às interações coulombianas ordinárias entre os eletrons e núcleos na molécula, mas nenhum tratamento satisfatório apareceu até agora que permita calcular as alturas de barreira de potencial "a priori", ou mesmo para atribuir suas origens a interações de van der Waals, de troca, de dipolo, de quadruplo, etc. Cada uma dessas explicações foi aventada, mas sem sucesso convincente na predição quer seja de valôres numéricos, quer seja de características puramente qualitativas (1)(3).

A rotação restrita é, em geral, estudada por métodos termodinâmicos, espectrometria de micro-ondas, ressonância magnética nuclear, espectroscopia Raman e de infravermelho, etc. Os métodos termodinâmicos e a ressonância magnética nuclear se aplicam melhor na determinação de barreiras elevadas (maiores do que 3 Kcal/mol).

A espectrometria de microondas é o método que proporciona maior precisão, mas é limitado a moléculas que apresentam um momento de dipolo (2)(3).

Na espectrometria de neutrons lentos não existem regras de seleção tais como aquelas que envolvem momentos de dipolo e polarizabilidades. Apesar de suas próprias limitações, esta técnica constitui portanto um complemento para os demais métodos (4).

Para neutrons com energia En << kT (neutrons frios), onde k é a constante de Boltzman e T a temperatura absoluta da amostra em estudo, o espalhamento inelástico envolve usualmente uma transferência de energia das moléculas em estados excitados para os neutrons. Como a secção de choque do hidrogênio, para espalhamento de neutrons é muito grande ($\sigma_{\text{átomo ligado}} \cong 80$ barns), e quase tôda incoerente, os efeitos de interferência no espalhamento por compostos hidrogenados são relativamente pequenos, sendo a componente elástica pràticamente constante. Para energias pequenas (<< 0,025 eV), o que corresponde a comprimentos de onda maiores do que 5 Å, a secção de choque de espalhamento total, por átomo de hidrogênio, assume a forma:

$$\sigma_s/H = a + b\,\lambda$$

onde a constante a dá conta do espalhamento elástico.

Os movimentos de baixa frequência, como as rotações e vibrações torsionais, são os que mais se evidenciam no espalhamento de neutrons devido às baixas energias envolvidas. Numa série apropriada de compostos, os coeficientes angulares b, na expressão da secção de choque, podem ser correlacionados com as alturas das barreiras de potencial para rotação interna nas moléculas (5). Conhecendo-se estas alturas para algumas das moléculas da série e medindo-se as secções de choque totais das mesmas, pode-se então construir uma curva de calibração que permite a estimativa de alturas de barreira não conhecidas, ou que apresentam discrepâncias nos re

sultados publicados na literatura.

Utilizando-se o "chopper" e espectrômetro de tempo de vôo para neutrons lentos, instalado junto ao reator IEAR-1, do Instituto de Energia Atômica (7), foram medidas as secções de choque totais do nitrometano, acetona, acetato de metila e dimetil sulfóxido. A figura 1 mostra o arranjo experimental utilizado. As amostras líquidas têm uma espessura 2,5 mm e são contidas em células de alumínio de 70 mm de diâmetro, com janelas de 0,8 mm de espessura.

A figura 2 mostra as secções de choque de espalhamento, por átomo de hidrogênio, do nitrometano, acetona e dimetil sulfóxido, no intervalo 5 a 10 Å. A secção de choque da acetona é apresentada desde 1 Å. As secções de choque totais são corrigidas para absorção de neutrons e divididas pelo número de átomos de hidrogênio na molécula, para se obter as secções de choque de espalhamento por átomo de hidrogênio. As melhores retas que passam pelos pontos experimentais, a partir de cêrca de 5 Å, foram determinadas pelo método dos mínimos quadrados ponderados. Os êrros estatísticos não estão indicados nesta figura, para evitar confusão. Abaixo de 7 Å êstes êrros são inferiores a 1%, podendo atingir cêrca de 7% para λ = 10 Å.

Foram determinados os seguintes coeficientes angulares b:

Nitrometano CH_3NO_2	$12,9 \pm 0,6$ barns/ Å-H
Acetona $(CH_3)_2CO$	$11,6 \pm 0,5$ barns/ Å-H
Dimetil Sulfóxido $(CH_3)_2SO$	$8,0 \pm 0,3$ barns/ Å-H

A secção de choque do nitrometano apresenta um ligeiro declínio em cêrca de 8 Å, devido ao espalhamento de Bragg, visto o Nitrogênio apresentar uma secção de choque para espalhamento coerente relativamente elevada. Êste acidente na secção de choque, que indica uma ordem a curto alcance no líquido, foi confirmado em me-

didas preliminares de distribuição angular com o Difratômetro de Neutrons do IEA (figura 3). O pico na figura 3 corresponde à distância de $\tilde{=}$ 4 Å entre uma molécula e as suas vizinhas mais próximas. Com uma medida mais cuidadosa deve-se esperar um pico correspondente às distâncias inter-atômicas (distâncias de ligação) , d $\tilde{=}$ 1 Å.

A figura 4 mostra σ_s/H vs λ do acetato de metila. Neste caso, os êrros estatísticos estão indicados. O coeficiente angular, obtido da mesma maneira descrita anteriormente foi:

$(CH_3)_2CO_2$ $\qquad$ $10,6 \pm 0,4$ barns/Å -H

Com os resultados obtidos para os coeficientes angulares b foi construída uma curva de calibração apresentada na figura 5. Nas ordenadas, em escala logarítmica, temos os coeficientes angulares das secções de choque de espalhamento por átomo de H , em barns/Å-H. Nas abcissas, em escala linear, os melhores valôres das alturas das barreiras de potencial para rotação interna dos grupos CH_3, em Kcal/mol, publicados na literatura. Os círculos vazios correspondem a resultados obtidos por Rush e colaboradores (5)(6), utilizando um espectrômetro de cristal. Os círculos cheios correspondem aos nossos resultados experimentais. Uma curva dêste tipo, para os compostos metílicos ainda não havia sido construída. Pretendemos estendê-la até cêrca de 6 Kcal/mol, com a medida referente ao metil-clorofórmio CH_3CCl_3. Os valôres da barreira para êste composto, publicados na literatura, apresentam grandes discrepâncias. Medidas termodinâmicas resultaram numa barreira de 2,7 Kcal/mol, ao passo que os resultados obtidos por ressonância nuclear magnética e espalhamento diferencial de neutrons (filtro de berílio + chopper) apresentam uma barreira de cêrca de 5,8Kcal/mol. A medida da secção de choque total para neutrons irá contribuir para um melhor conhecimento do valor numerico desta barreira.

REFERÊNCIAS

1. Wilson, Jr., E.B. - "Hindered rotation", in "Enciclopaedic Dictionary of Physics" vol. 3, pg. 701 (1961).

2. Lin, C.C. and Swalen, J.D. - "Internal Rotation and Microwave Spectroscopy", Rev. Mod. Phys. 31, 841 (1959).

3. Wilson, Jr. E.B. - "The problem of barriers to internal rotations in molecules", Advances in Chemical Physics, vol. II , pg. 367 (1959).

4. Egelstaff, P.A. (editor) - "Thermal Neutron Scattering" , Academic Press (1965).

5. Rush, J.J., Taylor, T.I. and Havens Jr. W.W.: J. Chem. Phys. 35, 2265 (1961); J. Chem. Phys. 37, 234 (1962).

6. Rush, J.J. and Taylor, T.I.: J. Phys. Chemistry, 68, 2534 (1964).

7. Herdade, S.B., Amaral, L.Q. do, Rodriguez, C. and Vinhas, L.A.; "Experimental Study of a Curved Slit Slow-Chopper and Time-of-Flight Spectrometer", Publicação IEA nº 136 (1967).

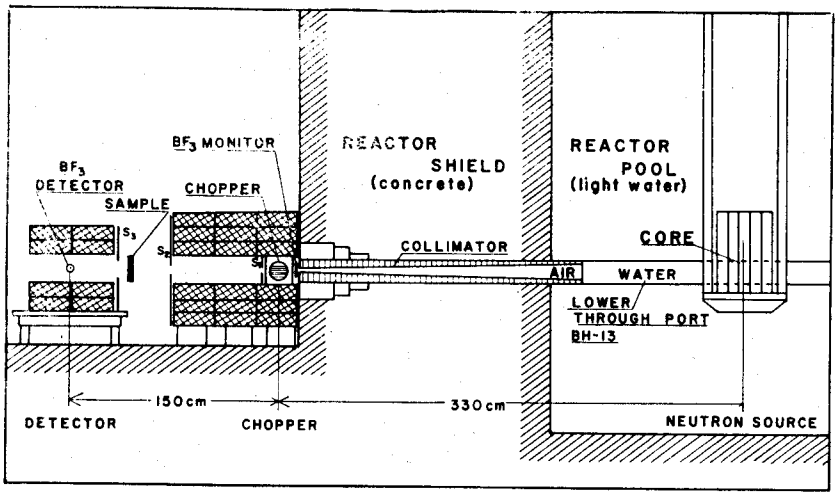


Figura 1

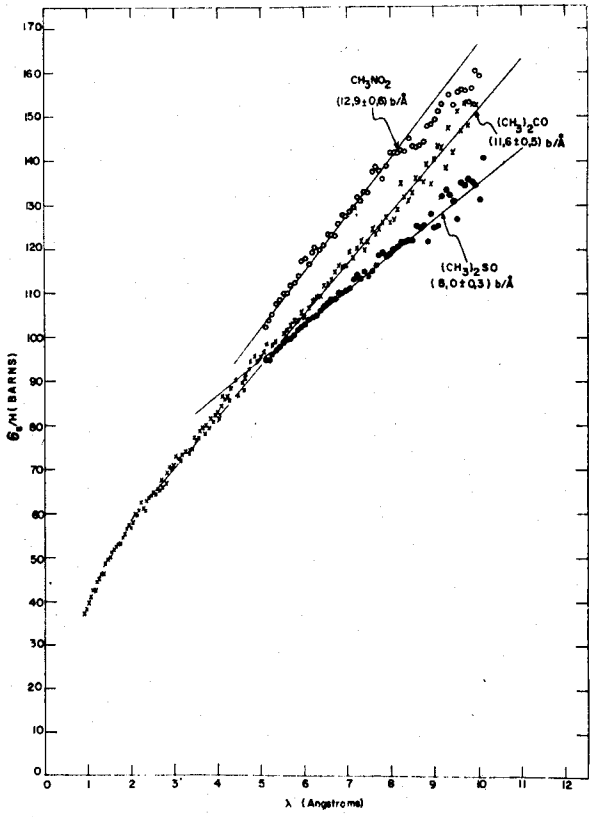


Figura 2

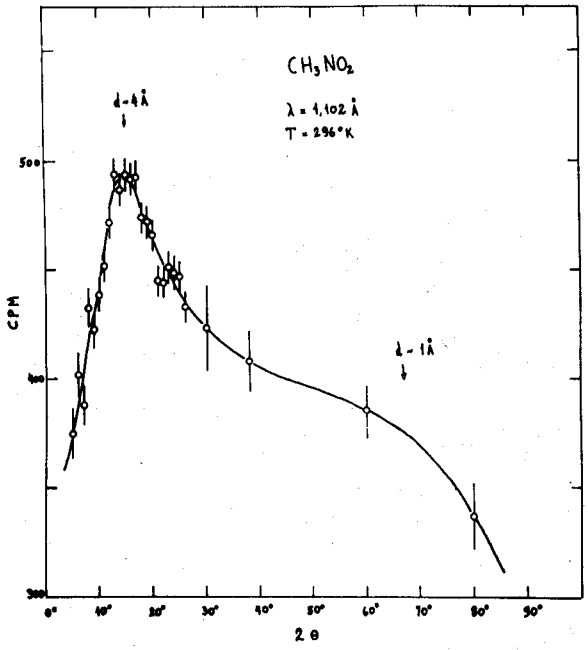


Figura 3

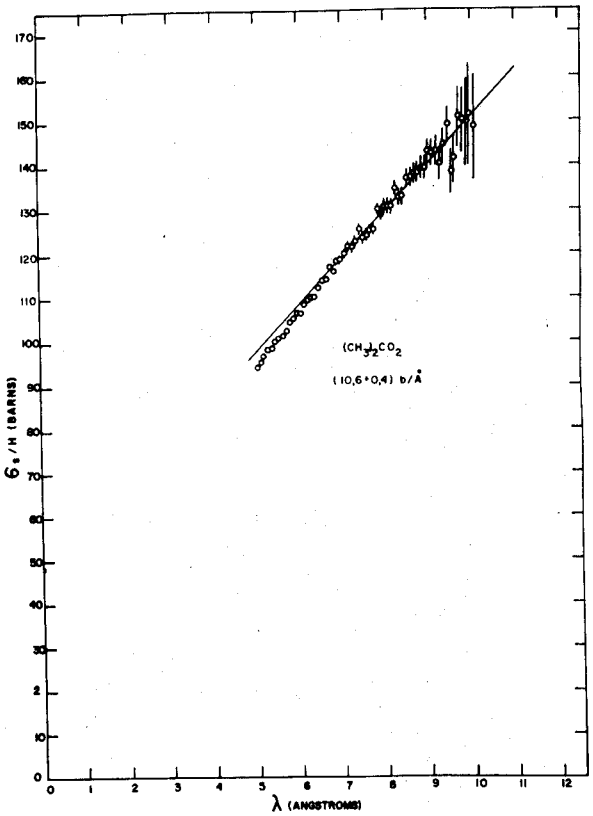


Figura 4

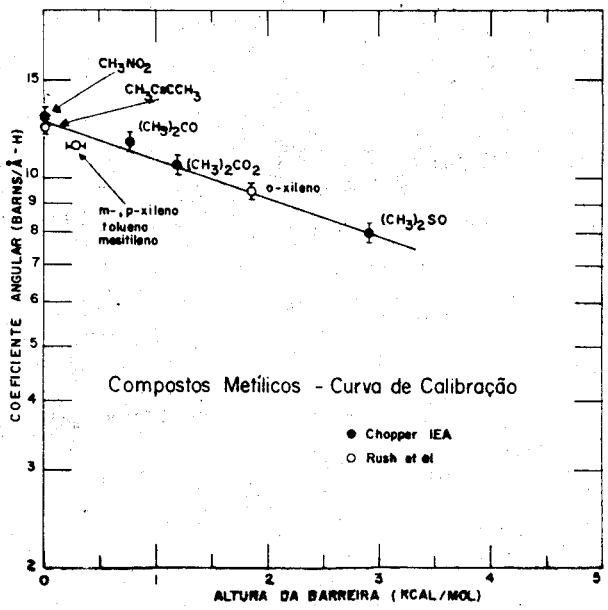

CH_3NO_2
$CH_3C{\equiv}CCH_3$
$(CH_3)_2CO$
HOH
$(CH_3)_2CO_2$
o-xileno
$(CH_3)_2SO$
m-, p-xileno
tolueno
mesitileno
Compostos Metílicos - Curva de Calibração
Chopper IEA
Rush et al
COEFICIENTE ANGULAR (BARNS/Å - H)
ALTURA DA BARREIRA (KCAL/MOL)
15
10
9
8
7
6
5
4
3
2
0
1
2
3
4
5

Figura 5

ESPALHAMENTO DE NEUTRONS LENTOS NO CHUMBO

Júlio Leser* e R.L. Zimmerman

No Instituto Tecnológico da Aeronáutica, de São José dos Campos, foram construídos e orientados grandes monocristais de chumbo para serem usados como filtros e monocromadores de neutrons em experiências de interêsse para a Física Nuclear e Física do Estado Sólido, que se realizam no Instituto de Energia Atômica de São Paulo.

Com o objetivo de estudar propriedades dos monocristais como filtros, bem como as propriedades da transmissão de neutrons lentos através de monocristais, policristais e líquidos, fizemos medidas de secção de choque efetiva total por átomo de chumbo para neutrons de comprimento de onda de 1 a 10 Å para o monocristal (direções 220 e 111 paralela ao feixe), para o pó, e líquido (à temperatura de 450º C).

Para a realização das medidas, utilizamo-nos das facilidades oferecidas pelo chopper - espectrômetro de tempo de vôo (1) instalado junto a um dos canais experimentais do reator do IEA. O arranjo experimental é o mesmo já descrito na referência (2).

Os monocristais foram crescidos em cadinho de cerâmica obtendo-se-os em forma cilíndrica, com cêrca de 12 cm de diâmetro e pesando de 20 a 30 kg. A orientação foi determinada, medindo-se com um goniômetro óptico e um transferidor os ângulos com que cada tarugo cilíndrico reflete luz branca, após ter sido atacado por uma solução aquosa de ácido nítrico na proporção de 5:1. No processo pode-se observar também a presença ou não de mais de um monocristal e

---

* bolsista da CNEN
ambos os autores são do ITA, São José dos Campos

outras imperfeições. Sendo o chumbo um cristal cúbico de faces centradas, as direções de eixos 111, 110 e 100 puderam ser fàcilmente determinadas, pela representação gráfica dos ângulos de reflexão medidos, numa rede estereográfica de Wulff. Não se observou qualquer direção acentuadamente preferencial para o eixo de crescimento, em cêrca de 10 monocristais observados. A precisão dessas medidas é de cêrca de 5 graus.

Um dos tarugos cilíndricos monocristalinos foi cortado aproximadamente em forma de paralelepípedo com faces paralelas a planos 111, 220 e 422 com as seguintes dimensões: direção 111 - - 9.05 cm; direção 220 - 8.83 cm; direção 422 - 7.81 cm.

A secção de choque total do chumbo é devida à soma das secções de choque de absorção, de espalhamento coerente inelástico, e de espalhamento coerente elástico ou de Lane-Bragg. O espalhamento incoerente, proveniente da dependência da secção de choque com o spin nuclear e a presença de diversos isótopos no cristal que espalham diferentemente, é desprezível no chumbo.

A secção de choque de absorção σ_{abs} é proporcional ao inverso da velocidade v dos neutrons. Considerando o valor tabelado (3) de (170 $\pm$ 10) milibarns para v = 2200 m/seg, temos que σ_{abs} é dada por uma reta de coeficiente angular (944 $\pm$ 56) x 10^{-2} .... barns/Å, conforme a figura 1.

O espalhamento coerente elástico, como se sabe, só ocorre para neutrons de comprimento de onda tal que a condição de Bragg ($\lambda = 2d \operatorname{sen} \theta$) seja obedecida.

No policristal, os microcristais componentes acham-se distribuídos caòticamente em tôdas as direções, e assim, a secção de choque total de espalhamento de Lane-Bragg para um dado comprimento de onda é dada pela soma das contribuições de todos os planos de distância interplanar $d_{hkl} \leq \frac{\lambda}{2}$; daí só aparecerem descontinuidades ou degraus nos pontos em que $\lambda = 2d_{hkl}$.

Já nos monocristais a condição de Bragg pode ser satisfeita sòmente para determinados comprimentos de onda, uma vez que os neutrons encontram cada plano cristalográfico a um ângulo fixo.

Fazendo com que a direção de transmissão seja a de um eixo cristalográfico de simetria, HKL, é fácil calcular os ângulos $\theta_{\substack{hkl \\ HKL}}$ entre o feixe incidente e os diversos planos hkl.

O ângulo entre um eixo HKL e um plano hkl é dado por:

$$\operatorname{sen} \theta_{\substack{hkl \\ HKL}} = \frac{hH + kK + lL}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}\ \sqrt{H^2 + K^2 + L^2}}$$

Sofrerão então difração de Bragg sòmente neutrons de comprimento de onda $\lambda = 2d_{hkl} \operatorname{sen} \theta_{\substack{hkl \\ HKL}}$. Os comprimentos de onda calculados coincidiram com a posição dos picos observados (figuras 1 e 2). O alargamento dos picos é devido à estrutura de mosaico do cristal e a efeitos de resolução. Nos intervalos entre os picos, a secção de choque é devida sòmente a espalhamento inelástico e absorção. Assim, sendo conhecida a absorção, podemos obter experimentalmente a secção de choque de espalhamento inelástico. Devido aos efeitos de resolução, só podemos considerar os intervalos mais largos entre os picos, e assim não é possível considerar-se pontos para o espalhamento inelástico para $\lambda < 2$ Å, como é fácil observar-se nas figuras 1 e 2.

Na figura 3 temos a curva de espalhamento coerente inelástico + absorção obtida experimentalmente. Os círculos cheios são obtidos da medida do monocristal na direção 111 e os triângulos na direção 220. Os círculos vazios são os referentes ao policristal. Os pontos em cruz são os determinados experimentalmente por ..... McReynolds (9). A curva teórica foi calculada a partir da expressão deduzida por Marshall e Stuart (4)(5)(2) para o espalhamento inelástico incoerente, aproximada para o espalhamento coerente. Os mesmos consideram o espalhamento devido à troca de multifonons ado

tando a expressão em série em função de $\frac{1}{M}$ (inverso da massa do núcleo) de Placzeck (6) e a aproximação de Debye. A aproximação de Debye, de acôrdo com (5) só vale se escolhermos adequadamente a temperatura de Debye (Ξ), o que deve ser feito a partir do fator de Debye-Waller. Segundo Chipman (7) considerando o fator de Debye-Waller determinado com técnicas de raio X, (Ξ)=(98.5 - 0.045 T)ºK, onde T é a temperatura da amostra em ºK. Os êrros são da ordem de 5ºK. Não se considerando o têrmo de correção devido à aproximação incoerente, o valor de (Ξ) que melhor se ajusta aos dados experimentais é de 95ºK.

Consideremos agora a secção de choque de espalhamento coerente elástico para o policristal.

A curva teórica foi calculada considerando a mesma expressão usada em (2) para o ferro policristalino. Sendo porém o chumbo um cristal cúbico de faces centradas, o fator de forma F é igual a 4b (b = amplitude de espalhamento), sendo que se os índices de Miller hkl não forem todos pares ou todos ímpares, F é nulo. Consideramos os valôres tabelados:

$$b = .954 \times 10^{-12}\ cm^2 \qquad a_o \text{(constante da rêde)} = 4.941\ \text{Å}$$

Considerando a temperatura ambiente de 297.5ºK, temos por (7): (Ξ) = 85ºK.

A curva experimental foi obtida descontando-se da secção de choque total a de espalhamento inelástico somada à de absorção. A diferença entre as curvas teórica e experimental pode ser atribuída a: efeitos de resolução do aparêlho, extinção, êrro na escolha da temperatura de Debye.

A largura na meia altura dos triângulos (figura 3) nos dá a resolução em vários comprimentos de onda: 0.190 Å para λ=5 Å; 0.153 Å para λ = 3.5 Å; 0.06 Å para λ = 2.8 Å. A linha mais clara nos dá a curva teórica corrigida para efeitos de resolução usando

considerações de (1).

A curva teórica calculada só é válida considerando-se que os grãos de pó sejam menores que 1 micron (10). A amostra em pó por nós usada (chumbo granulado fino 99,99% puro, de Merck, Alemanha) observada ao microscópio, apresenta grãos cujo tamanho varia de 2 a 80 micra, sendo a média de 10 micra. Levando em conta que a extinção cresce com λ^2 e com a distância interplanar (10)(11), como é fácil verificar na figura 1, temos que, realmente o maior fator de êrro na medida de secção de choque coerente elástica do policristal é a extinção. O cálculo teórico da secção de choque afetada de extinção será objeto de um trabalho futuro.

Na figura 4 temos a curva experimental da secção de choque do chumbo líquido à temperatura de 720ºK comparada à teórica do sólido a 300ºK. Observe-se que mesmo no estado líquido o chumbo apresenta efeitos de coerência conforme o demonstra a forma da curva na figura 1 aparecendo picos e degraus embora mais aplainados, sendo que o comportamento do líquido pode ser comparado ao do policristal. Aumentando-se a temperatura os picos e degraus tendem a desaparecer, a secção de choque de espalhamento inelástico aumenta, e a curva de secção de choque tende a constante. Diminuindo-se a temperatura, ao contrário, os picos e degraus acentuam-se e para a temperatura de 0ºK o espalhamento inelástico é nulo.

A propriedade dos policristais, de apresentar alta secção de choque para neutrons rápidos e baixa para neutrons lentos, apresentando um degrau acentuado, é que os torna úteis como filtros, em experiências em que se deseja um alto fluxo de neutrons lentos, e os neutrons rápidos são indesejáveis.

Em um arranjo experimental para estudo de sólidos e líquidos através do espalhamento inelástico de neutrons lentos que está sendo montado no IEA (8), será usado um filtro de berílio policristalino refrigerado a nitrogênio líquido, que é superior ao chumbo por sua baixa secção de choque de absorção (10 milibarns pa

ra v = 2200 m/seg) e apresenta um degrau a 4 Å. No entanto, o berílio permite um alto fluxo de radiação gama que deve ser atenuado por motivos de segurança na sala de experiência. Por isso será usado além do filtro de Be, um monocristal de chumbo orientado com o eixo 111 na direção do feixe, reduzindo suficientemente a radiação gama e permitindo um alto fluxo de neutrons de $\lambda > 3$ Å conforme observamos na figura 1. A espessura do filtro será determinada por níveis de segurança na sala de experiência.

AGRADECIMENTOS

Agradecendo à direção do IEA, especialmente ao chefe da Divisão de Física Nuclear, Prof. Marcello Damy de Souza Santos por nos permitir fazer uso das facilidades da Divisão para realização dêste trabalho. Agradecemos também a S. Herdade, L. Amaral, C. Rodriguez e L. Vinhas do grupo de construção e operação do chopper-espectrômetro de tempo de vôo pela inestimável colaboração tanto na realização das medidas como na discussão do trabalho.

REFERÊNCIAS

(1) S.B. Herdade, L.Q. Amaral, C. Rodriguez e L. Vinhas - Experimental Study of a Curved Slit Slow-Neutron Chopper and Time of Flight Spectrometer - Publicação IEA nº 136 (1967).

(2) L.A. Vinhas, S.B. Herdade, C. Rodriguez e L. Amaral - Medida da Secção de Choque do Ferro Policristalino para Neutrons Lentos (nesta publicação).

(3) D.J. Hughes and J.A. Harvey - Neutrons Cross Sections - BNL 325 (1955).

(4) W. Marshall and R.N. Stuart - The scattering of Neutron from Polycrystalline Materials - UCRL 5568 (1959).

(5) Idem - Inelastic Scattering of Neutrons in Solids and Liquids - IAEA - Vienna 1961, 75.

(6) G. Placzeck, Physical Review 93, 895 (1954).

(7) D.R. Chipman - MRL Report nº 67, Watertown Arsenal, Massachussetts.

(8) C. Rodriguez, L.Q. Amaral, S.B. Herdade e L. Vinhas - Arranjo Experimental para Estudo de Sólidos e Líquidos através do Espalhamento Inelástico de Neutrons Lentos - (nesta publicação).

(9) A.W. McReynolds - Physical Review - 91, 1368 (1953).

(10) R.J. Weiss, Physical Review 86, 271 (1952).

(11) R.J. Weiss, Proceedings of the Physical Society 65B, 553 (1952).

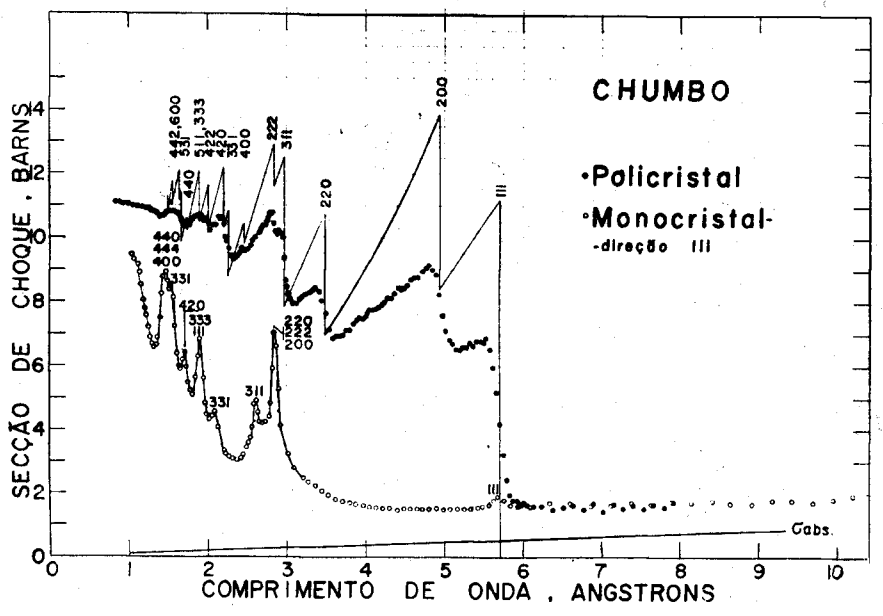


Figura 1 - A curva teórica é a de secção de choque de espalhamento coerente elástico a 0°K. As curvas experimentais foram obtidas à temperatura ambiente. Os números se referem a índices de Miller hkl de planos de distância interplanar d_{hkl}.

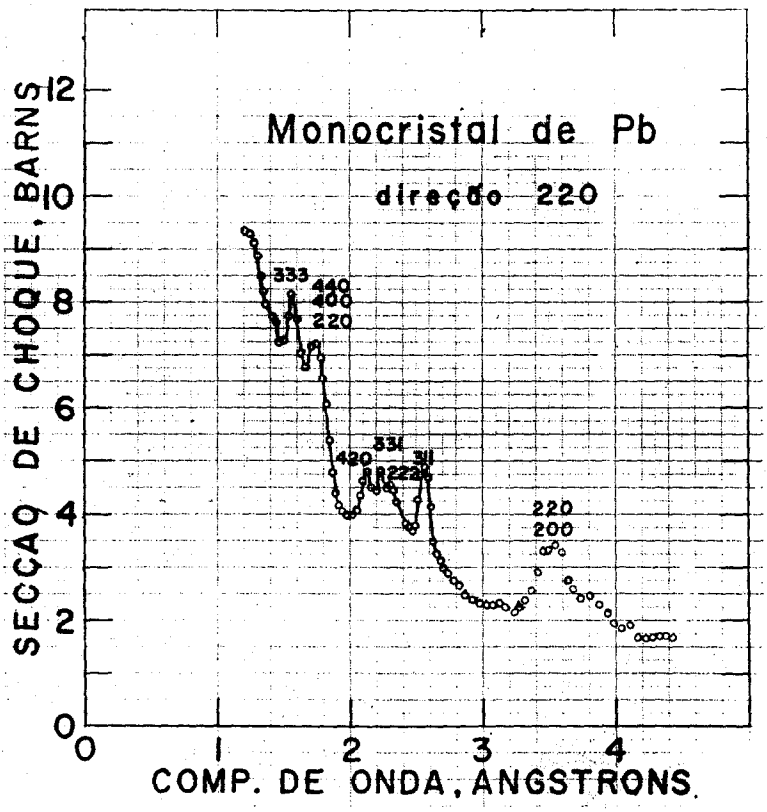


Figura 2

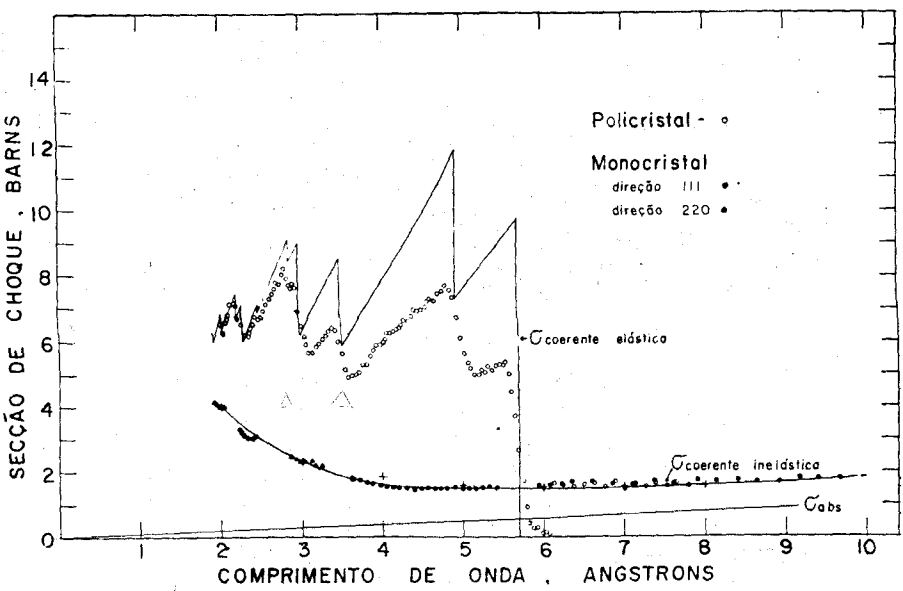


Figura 3

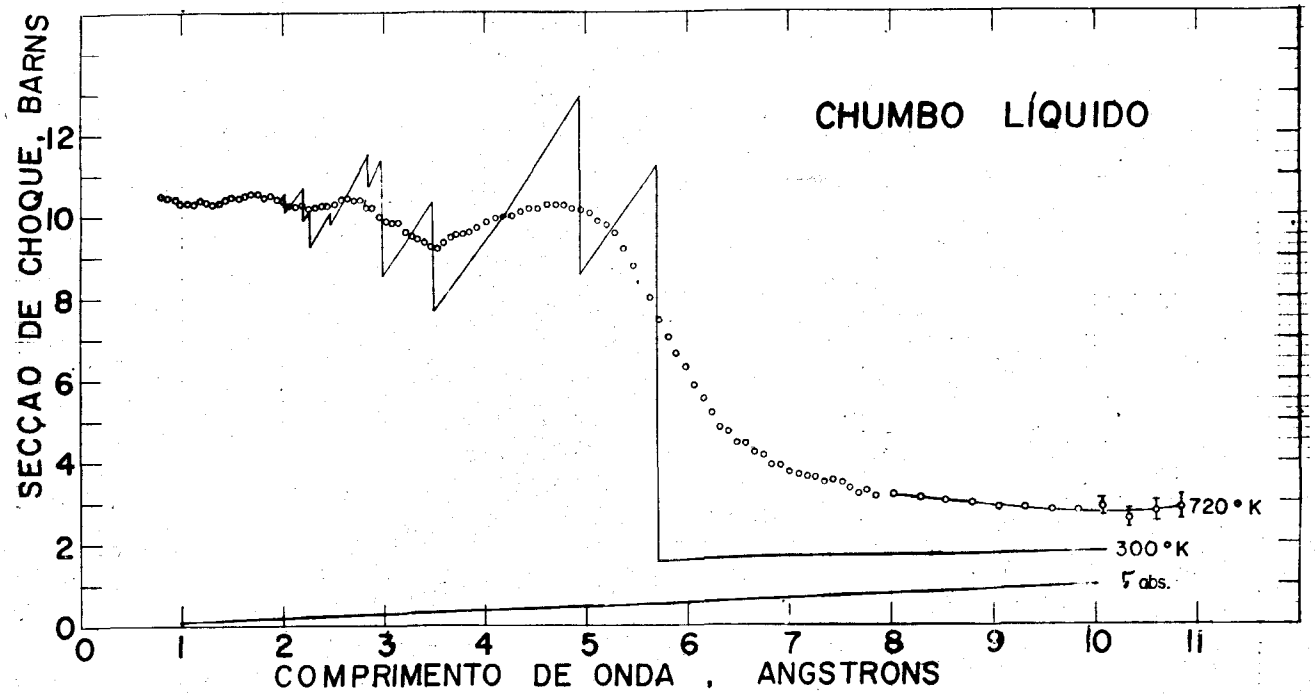

CHUMBO LÍQUIDO
SECÇAO DE CHOQUE, BARNS
COMPRIMENTO DE ONDA , ANGSTRONS
720 °K
300 °K
5 abs.
0
2
4
6
8
10
12
1
3
5
7
9
11

Figura 4

AJUSTE DO CRISTAL MONOCROMADOR DO DIFRATÔMETRO DE NEUTRONS DO INSTITUTO DE ENERGIA ATOMICA

Carlos B.R. Parente

Num difratômetro de neutrons, especial atenção deve ser dada à escolha do cristal monocromador e principalmente à sua correta posição em relação ao feixe incidente de neutrons, a fim de se obter um feixe monocromático uniforme e suficientemente intenso, livre de contaminações de ordem superior.

A escolha do monocristal em questão, depende de diversos parâmetros do aparêlho, tendo-se optado pelo cristal de chumbo orientado no plano (2,2,0), após estudo minucioso feito no espectrômetro de cristal do I.E.A..

Posteriormente, o referido cristal foi transportado para o difratômetro, procurando-se reproduzir a situação antes encontrada.

Evidentemente êste processo é passível de êrros, sendo necessário um ajuste final. Entretanto, no nosso aparêlho, o cristal monocromador é totalmente envolvido por uma blindagem, impedindo qualquer ajuste direto após sua colocação.

Para se contornar êsse problema, construiu-se uma mesa goniométrica de contrôle remoto, utilizando-se três movimentos independentes:

- Rotação no plano horizontal, com eixo contido na intersecção do feixe de neutrons do reator com o feixe monocromático.
- Balanceio num plano vertical, com centro de curvatura coincidente com a mesma intersecção.

- Translação em um plano que depende da posição dada pelo balanceio.

O contrôle dêstes movimentos poderá ser feito por um painel situado junto aos demais aparelhos, o que facilita sobremaneira a tarefa do experimentador.

Com êstes três movimentos é possível ajustar-se convenientemente a posição do cristal em qualquer momento.

A figura 1 ilustra esquemàticamente o local destinado ao cristal monocromador, situado na saída do 1º colimador, no "beam hole" do reator.

As setas mais escuras indicam os movimentos possíveis através do comando elétrico, ao passo que as demais indicam os ajustes manuais.

Como o espaço destinado ao sistema monocromador e ao goniômetro é bastante exíguo, os movimentos automáticos se limitam ao interior do espaço cilíndrico de aproximadamente 15 cm de diâmetro, indicado na figura, isso para preservar a integridade do cristal.

A figura 2 mostra uma fotografia do conjunto, onde aparecem a mesa, suporte da mesa e os receptores de torque.

O movimento de translação é realizado no próprio tampo da mesa, através do receptor situado logo abaixo.

A figura 3 mostra o sistema decomposto em 2 partes.

O conjunto menor é montado sôbre os trilhos curvos do outro conjunto. O movimento sôbre tal trilho dá ao sistema o que se convencionou chamar de balanceio.

O movimento de rotação é realizado pelo receptor de torque maior, e é transmitido à plataforma circular sôbre a qual se apoiam os trilhos.

Além dêstes ajustes, o sistema é provido de parafusos

de nivelamento.

A escolha da posição conveniente deve ser feita por tentativas, ajustando-se cada posição para cada um dos movimentos, de modo que o feixe monocromático seja maximizado.

A optimização é conseguida após sucessivas análises, sendo um método trabalhoso. Uma idéia do processo é dada na figura 4, onde aparecem as curvas obtidas com o balanceio, a rotação ("rocking"), o deslizamento e ainda curvas obtidas com o deslocamento do braço detetor em tôrno do zero do espectrômetro. A numeração das curvas indica a ordem em que foram obtidas no processo de optimização. A posição final é indicada na própria figura 4. A figura 5 apresenta o conjunto mesa goniométrica - cristal monocromador depois de ajustado.

Para tornar mais fácil êste ajuste foi projetado um painel com motores para girar os transmissores de torque, indicadores de voltas, limitadores de curso, etc diminuindo assim o tempo requerido para a optimização.

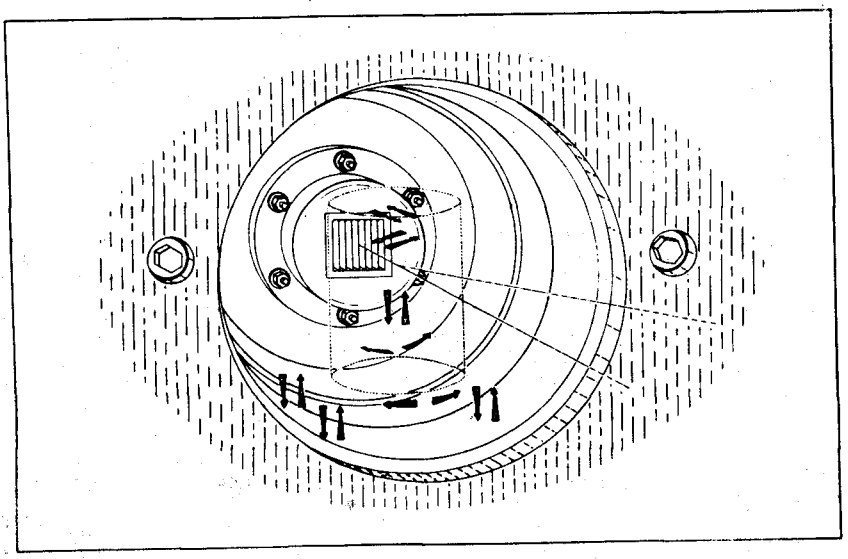


Figura 1

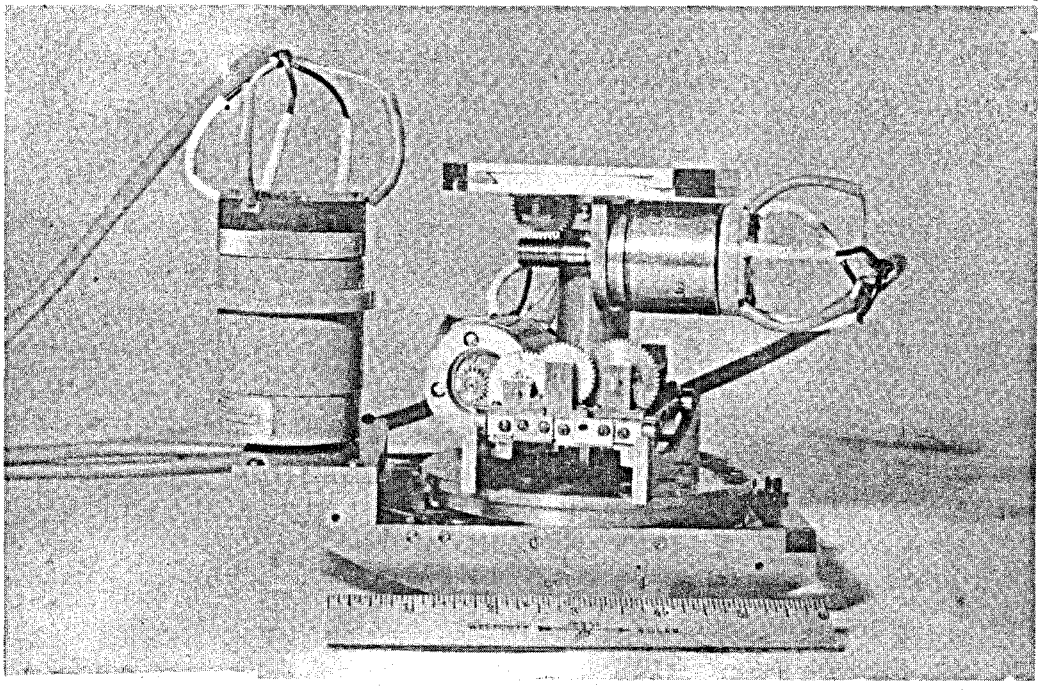


Figura 2

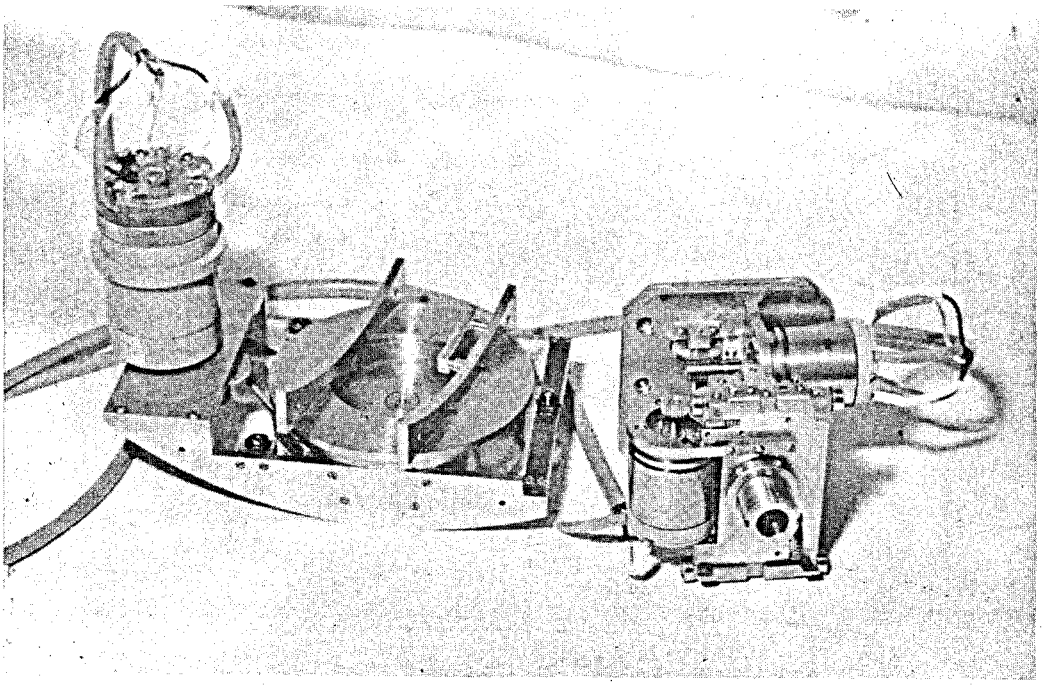


Figura 3

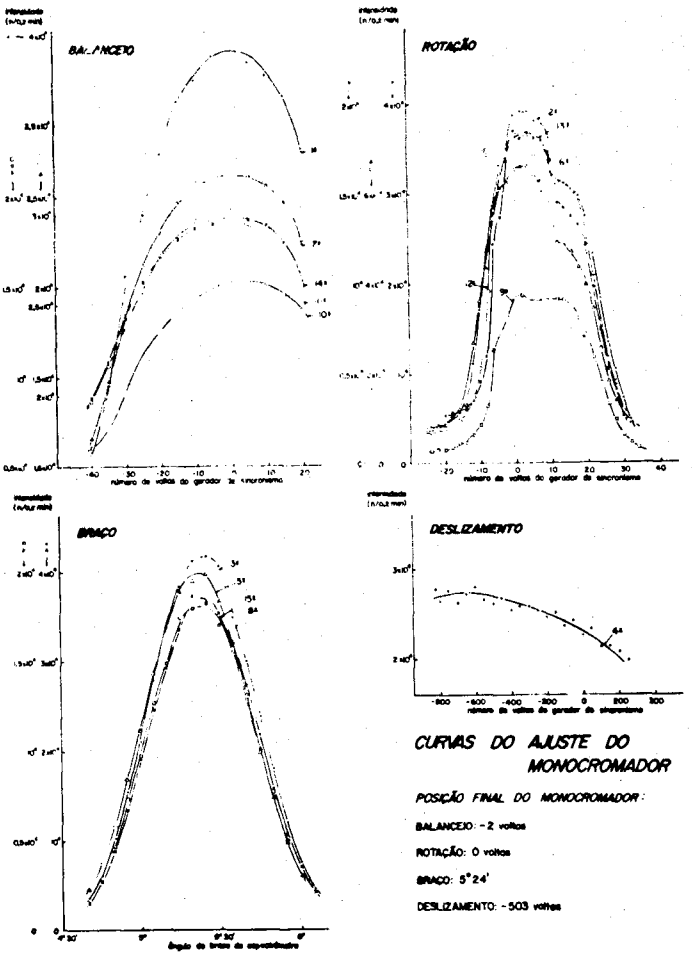

BALANCEIO
ROTAÇÃO
BRAÇO
DESLIZAMENTO
CURVAS DO AJUSTE DO MONOCROMADOR
POSIÇÃO FINAL DO MONOCROMADOR:
BALANCEIO: - 2 voltas
ROTAÇÃO: 0 voltas
BRAÇO: 5°24'
DESLIZAMENTO: - 503 voltas

Figura 4

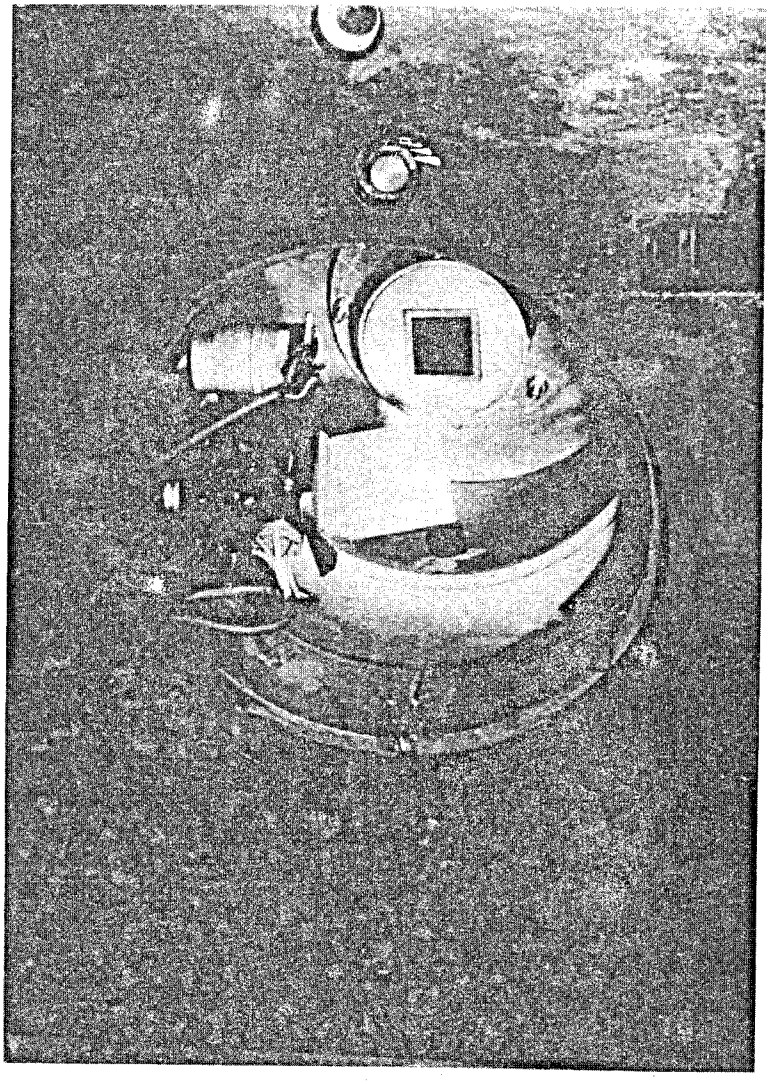


Figura 5

DETERMINAÇÃO DO COMPRIMENTO DE ONDA DO FEIXE MONOCROMÁTICO E CORREÇÃO NO ÂNGULO DE ESPALHAMENTO DA AMOSTRA NUM DIFRATÔMETRO DE NEUTRONS

C.B.R. Parente, K. Harada, Y. Koishi, R.G. Wenzel(*)

Um difratômetro de neutrons é constituído, essencialmente, de um monocromador e de um sistema detetor dos neutrons espalhados pela amostra. O sistema detetor levanta a figura de difração da amostra, sendo esta intensidade dada em função do ângulo de espalhamento θ.

As posições angulares dos picos de uma figura de difração dependem não só da estrutura cristalina da amostra, mas também do comprimento de onda dos neutrons incidentes. Torna-se evidente que se deve conhecer, com bastante precisão, tanto a origem dos ângulos de espalhamento quanto o comprimento de onda do feixe monocromático incidente na amostra.

Para determinarmos essa origem e êsse comprimento de onda, primeiramente procedemos ao ajuste preliminar estabelecendo o mais exatamente possível a origem dos ângulos de espalhamento, através de uma curva de intensidade do braço.

Suponhamos que nesta primeira determinação a origem dos ângulos de espalhamento tivesse um êrro β (figura 1). Todo pico de difração encontrado estará em um ângulo 2θ* a partir desta "origem" e não em 2θ a partir da origem verdadeira. Supondo β positivo, isto é, para o lado do deslocamento do braço detetor, teremos:

$$2\theta = 2\theta^* + \beta$$

$$\theta = \theta^* + \frac{\beta}{2} \qquad \alpha = \frac{\beta}{2}$$

$$\theta = \theta^* + \alpha$$

(*) Agência Internacional de Energia Atômica

A figura de difração (figura 2), obtida através de uma amostra padrão de níquel, dando ao braço do detetor acréscimos de 12 minutos e, a fim de conservar a geometria, acréscimos de 6 minutos à amostra, permitiu determinar 11 picos em posições que chamaremos $2\theta_1^*$, $2\theta_2^*$, etc.

Cada pico corresponde a um espalhamento de Bragg dado por:

$$\lambda = 2\ d\ \text{sen}\ \theta$$

$$\lambda = 2\ d\ \text{sen}\ (\theta^* + \alpha) = 2\ d\ (\text{sen}\ \theta^*\ \cos\alpha + \cos\theta^*\ \text{sen}\alpha\ )$$

Como a determinação preliminar da origem foi a melhor possível, α é bem pequeno e portanto:

$$\cos\alpha \sim 1 \qquad \text{sen}\ \alpha \sim \alpha \qquad (\alpha \text{ em radianos})$$

assim

$$\lambda = 2\ d\ (\text{sen}\ \theta^* + \alpha\ \cos\theta^*)$$

Chamando

$$2\ d\ \text{sen}\ \theta^* = y$$

$$2\ d\ \cos\theta^* = x$$

tem-se

$$y = \lambda - \alpha\ x$$

que é a equação de uma reta com coeficiente angular $-\alpha$ e intersecção com o eixo das ordenadas λ.

O gráfico dos picos em escala ampliada apresenta pràticamente a forma triangular de modo que traçamos duas retas de cada pico através de um programa de ajuste de retas pelo método dos mínimos quadrados com o computador IBM 1620 e obtivemos assim os ângulos θ_1^*, θ_2^*, etc e pudemos calcular os pontos da figura 3. Com nova aplicação do programa traçamos finalmente a reta de calibração.

Esta reta de calibração forneceu os valôres:

λ = 1,1014 Å $\qquad\qquad$ α = 0º 1' 50"

Calculamos ainda o ângulo de Bragg do sistema monocromador: M = 18º 23'

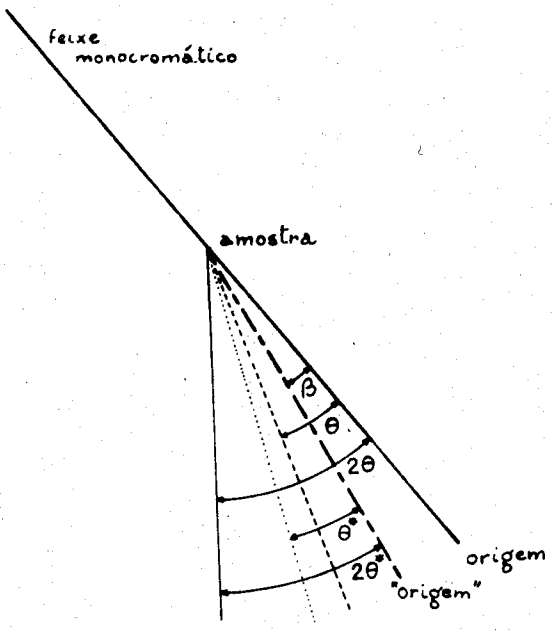


Figura 1

Figura 2

FIGURA DE DIFRAÇÃO DO NÍQUEL EM PÓ

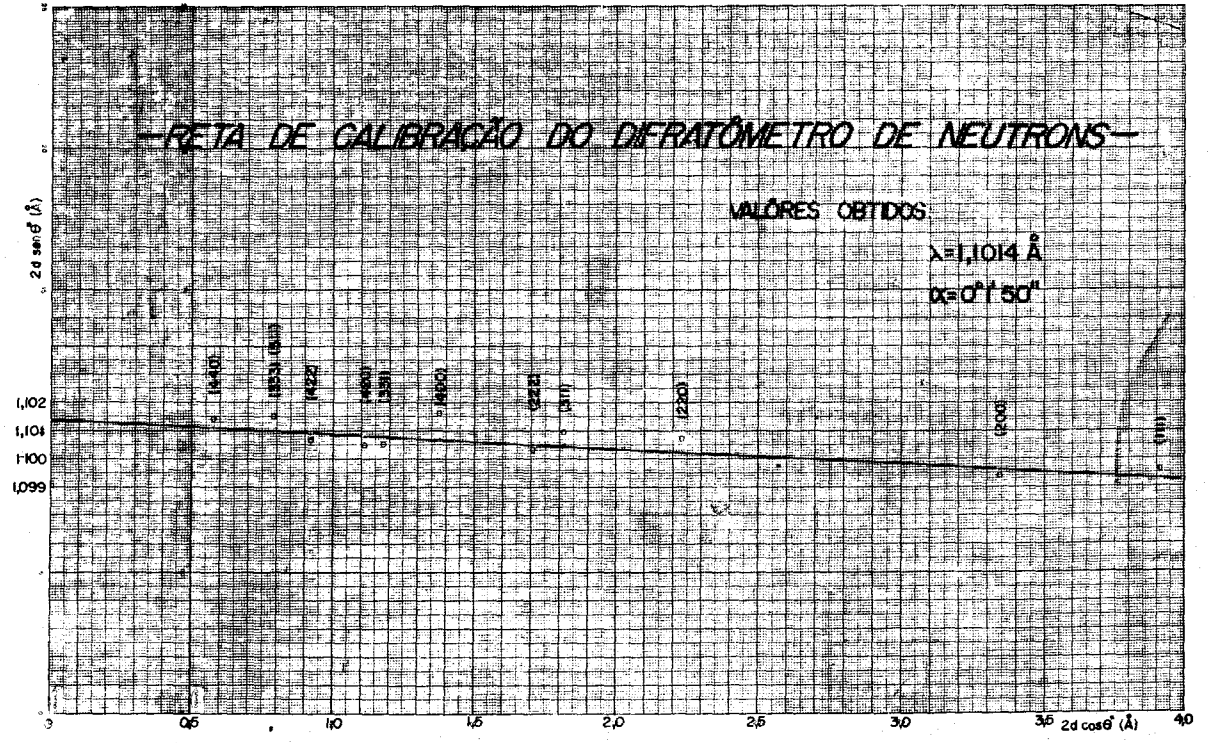

RETA DE CALIBRAÇÃO DO DIFRATÔMETRO DE NEUTRONS
VALORES OBTIDOS:
λ=1,1014 Å
α=0°1'50"
2d senθ (Å)
1,102
1,101
1,100
1,099
0,5
1,0
1,5
2,0
2,5
3,0
3,5
2d cosθ (Å)
4,0
(111)
(200)
(220)
(311)
(222)
(400)
(331)
(420)
(422)
(333)
(511)

Figura 3

ESTUDO DA RESOLUÇÃO E INTENSIDADE DE UM DIFRATÔMETRO DE NEUTRONS

K. Harada, C.B.R. Parente, Y. Koishi

Como parte da calibração do difratômetro de neutrons recentemente instalado num dos canais experimentais do reator do Instituto de Energia Atômica de São Paulo, foi feito um estudo de sua resolução e sua intensidade para amostras cristalinas em pó.

Estas dependem de vários parâmetros:

- divergências angulares dos colimadores
- função de transmissão ou reflexão do cristal monocromador
- ângulo de bragg do cristal monocromador.

Além disso, variam com o ângulo de espalhamento na amostra.

Expressões gerais para a largura total do pico de difração, à meia altura, e para a luminosidade em função dos parâmetros do aparêlho e do correspondente ângulo de espalhamento na amostra, foram desenvolvidas por Caglioti et al (Nuclear Instr. and Methods, 15, 155 (1958).

ARRANJO EXPERIMENTAL

Os colimadores, tipo Soller, foram construídos de maneira a oferecer variações em suas divergências angulares, tendo as seguintes características:

- 1º) colimador, situado no feixe do canal experimental: constituído por lâminas de bronze-fosforoso de 999 mm de comprimento, sendo a área da secção reta do feixe igual a 2" x 2".

- 2º) colimador, situado no feixe monocromatizado: de constituição idêntica à do 1º colimador, tendo 279 mm de comprimento.

- 3º) colimador, colocado no feixe difratado, em frente ao detetor: constituído de placas de bronze-fosforoso cadmiado de 300 mm de comprimento e mesma área.

O monocromador é monocristal de chumbo, orientado em (2, 2,0), por transmissão, com ângulo de Bragg igual a 18º23', sendo o comprimento de onda dos neutrons do feixe monocromático igual a 1,102 Å.

Como o objetivo do trabalho é a calibração do difratômetro, foi escolhido como amostra padrão o níquel, cristal cúbico de faces centradas, cuja figura de difração é bem definida, prestando-se bem para o caso.

Características:

- níquel em pó compactado
  transmissão: 43%
- dimensões: 7 mm x 51 mm x 65 mm.

O difratômetro em estudo, permite medidas para ângulos de espalhamento até o valor 128º24', o que para o caso do níquel, dá uma figura de difração com onze picos.

Foram obtidas figuras de difração para 3 combinações de colimadores:

	α_1	α_2	α_3
A	0,349º	0,477º	0,592º
B	0,349º	0,477º	1,182º
C	0,349º	0,951º	1,182º

onde

α_1 = divergência angular do i-ésimo colimador (i = 1,2,3)

A figura 1 ilustra as três figuras de difração, notando-se a variação da intensidade.

O caso C, é o que apresenta a maior intensidade. Entretanto, observa-se que paralelamente há um aumento na largura do pico, o que representa uma perda de resolução.

A figura 2 mostra a variação da largura de cada pico em sua altura média, em função do correspondente ângulo de espalhamento, havendo boa concordância com a curva teórica.

Nota-se que quando α_3 é aumentado, mantendo-se constantes os demais, a resolução pràticamente não se altera para ângulos de espalhamento elevados, o que muitas vêzes é conveniente, pois a intensidade melhora consideràvelmente.

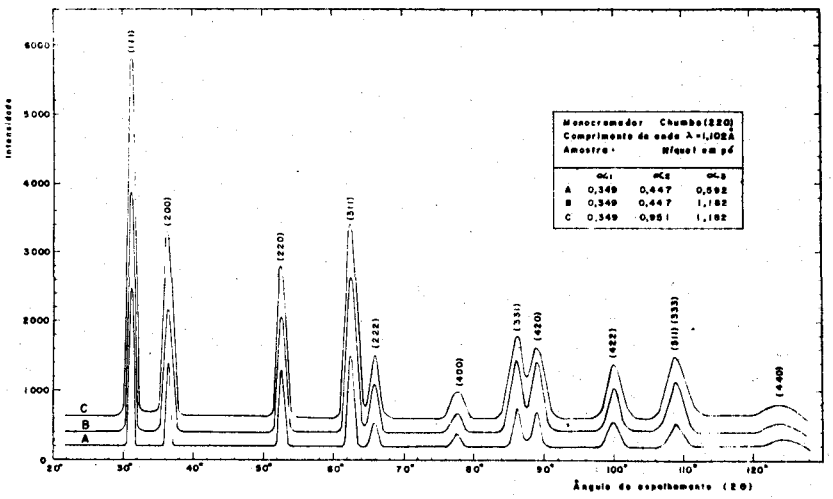


Figura 1

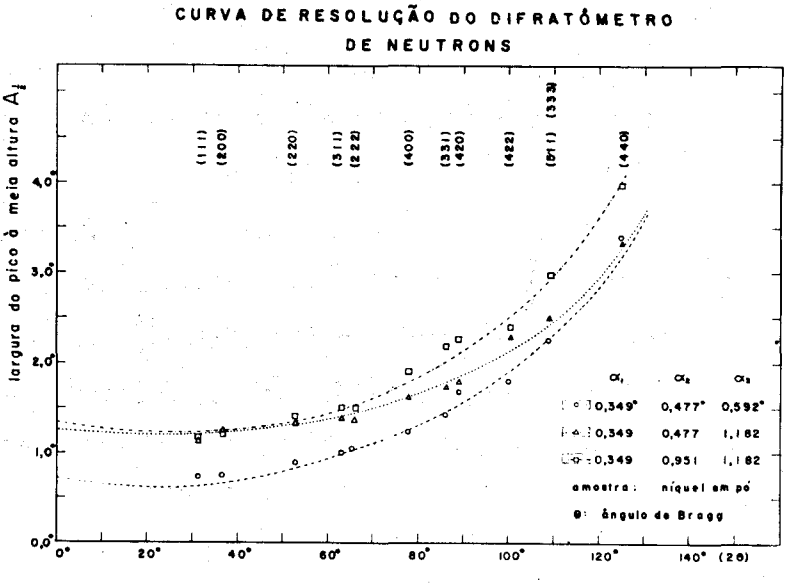
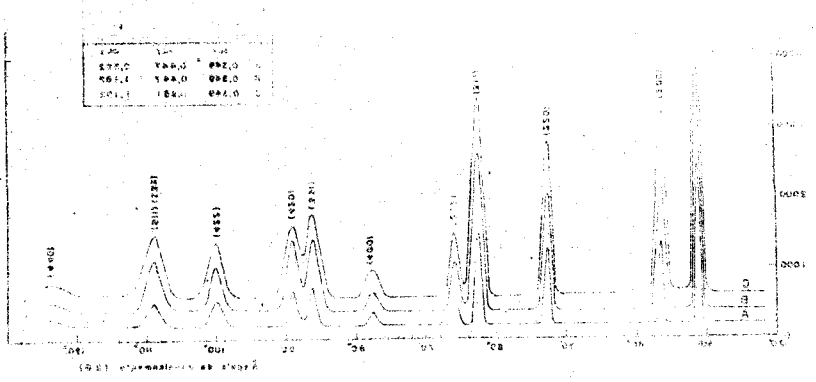

CURVA DE RESOLUÇÃO DO DIFRATÔMETRO
DE NEUTRONS
largura do pico à meia altura A_i
(111) (200) (220) (311) (222) (400) (331) (420) (422) (511) (333) (440)
α_1 α_2 α_3
0,349° 0,477° 0,592°
0,349 0,477 1,182
0,349 0,951 1,182
amostra: níquel em pó
θ: ângulo de Bragg
0,0° 1,0° 2,0° 3,0° 4,0°
0° 20° 40° 60° 80° 100° 120° 140° (2θ)

Figura 2



CÂMARA DE FISSÃO DE MÚLTIPLAS PLACAS PARALELAS

Olga Y. Mafra e Fernando G. Bianchini

Devido às dificuldades em se encontrar comercialmente câmaras de fissão com as especificações convenientes a determinada experiência e tipo de arranjo experimental, foram desenvolvidas técnicas de construção de câmaras de fissão especiais.

Para nossas finalidades (medidas realizadas em feixes paralelos de radiação) as câmaras devem ter placas paralelas de diâmetro superior a duas polegadas e conter maior quantidade de material físsil possível.

Foi escolhido para fixação do material nas placas o método de eletroposição. Êste processo permite depositar quantidades de material superiores às obtidas pelos processo de evaporação a vácuo e simples deposição nas placas. A maior dificuldade encontrada foi a determinação das condições ideais para eletrólise, as quais apesar de serem encontradas na literatura (Koch, J. Nucl. Energy 2, 110; Deruytter, Nucl. Instr. and Meth. 7, (1960) 145; Gunter, International J. of Applied Radiation Isotopes 15 (1964) 167) necessitam ser empìricamente ajustadas em cada caso particular.

Essas condições se referem a: tipo de solução, concentração PH, tempo de deposição, corrente, temperatura, forma de cuba, forma e material do anodo, tratamento das placas antes e depois de efetuado o depósito.

Com as técnicas utilizadas conseguiu-se obter depósitos de UO_2 da ordem de 2,5 mg/cm^2 que é o máximo encontrado na literatura sem que haja desprendimento de material das placas.

A câmara construída com as placas obtidas por êsse processo é do tipo flow, de placas paralelas, com uma distância mútua

da ordem de 1 cm. A câmara possui um total de 13 placas das quais 7 foram usadas como anodo e 6 como catodo.

Massa total de urânio natural na câmara é da ordem de 1,4 g. O gás inicialmente utilizado para as provas foi uma mistura de He + 1,3% de isobutano, sendo em seguida substituído por uma mistura de Argon + 3% de nitrogênio. Êsse gás além de ser obtido comercialmente com pequenas impurezas de oxigênio e vapor d'água apresenta a vantagem de manter a energia dos eletrons na descarga em tôrno de 1 eV, energia esta em que a secção de choque de absorção de eletrons pelo oxigênio apresenta um mínimo.

A eficiência total da câmara acoplada ao sistema de contagens, com discriminação das partículas alfa, foi determinada num feixe de neutrons térmicos, provenientes do reator após a reflexão por um cristal de chumbo cujo fluxo foi determinado (Laboratório de Metrologia Nuclear do IEA). A eficiência do sistema é aproximadamente 0,5% (massa de urânio 235 é de 9,8 mg).

No trabalho (publicação IEA Nº 145) os autores apresentam todos os detalhes sôbre as câmaras de urânio e tório construídas.

As câmaras de urânio e tório se destinam a estudos de fotofissão com a finalidade de esclarecer alguns aspectos do problema.

SÔBRE A FORMA DAS LINHAS DE CONVERSÃO INTERNA OBSERVADAS EM ESPECTROMETRIA BETA

Francisco A.B. Coutinho e Achilles A. Suarez

Talvez a medida mais direta que seja possível com espectrômetros magnéticos é a determinação das quantidades de movimento relativas de dois grupos de eletrons monoenergéticos. Se dois de tais grupos de eletrons monoenergéticos são registrados em um espectrômetro, com todos os ajustes geométricos de fendas e etc, permanecendo inalterados durante a medida, então a razão de quantidades de movimento dos grupos de eletrons pode ser formada com uma precisão que é usualmente muito maior do que a precisão com que qualquer quantidade de movimento pode ser determinada absolutamente. Esta melhora na precisão é devido em parte ao fato que as incertezas que influenciam a determinação absoluta da quantidade de movimento afetam cada grupo de eletrons aproximadamente da mesma maneira, de modo que as razões das quantidades de movimento dos eletrons são menos prováveis de estarem em êrro do que as determinações absolutas de quantidades de movimento. A melhora é também devida em parte à consideração de que quando um grupo de eletrons monoenergéticos é registrado como um pico de contagens por unidade de tempo versus campo magnético, vários critérios existem para selecionar aquela parte do pico que é identificada como ocorrendo em um campo magnético proporcional à quantidade de movimento do grupo de eletrons.

Diferentes investigadores têm usado vários critérios , tais como o pé de alta energia extrapolado do pico, o ponto de inflexão do lado de alta energia do pico, o pico real, o pico extrapolado, e muitos outros. De acôrdo com o espectrômetro usado, e de acôrdo com o método de seu uso, um critério pode ser mais preciso

do que outro.

A outra medida que se pode extrair de espectros de eletrons são suas intensidades. Da mesma forma como para o caso da determinação das quantidades de movimento a medida relativa de intensidades é muito mais precisa do que a medida absoluta. Aqui da mesma forma os métodos variam muito de pesquisador para pesquisador, contudo os dois principais métodos que se distinguem são o método planimétrico, onde se medem as áreas sob os picos, usando-se um planímetro e o método de integração numérica, o qual utiliza a forma analítica do pico obtida através do estudo da óptica do espectrômetro.

Deve-se lembrar aqui que tanto a posição do pico como a sua forma, quando se trabalha com espectrometria de alta resolução, vão depender da largura natural da linha. Portanto deve-se levar isto em consideração quando derivar-se a expressão analítica da linha de conversão interna.

Tôdas essas considerações foram feitas supondo-se uma fonte fina, isto é, sua espessura é tal que não afeta a resolução intrínseca do aparêlho.

Quando utiliza-se fontes não finas a resolução é deteriorada e portanto tanto a posição da linha como sua forma são afetadas. O problema torna-se mais grave se lembrarmos que a forma da linha é alterada de forma não igual para energias diferentes.

Para solucionar tais problemas estamos procurando adaptar a expressão de Betler Bloch para a perda de energia média de eletrons por unidade de comprimento no cálculo de uma expressão utilizável em computador a fim de automatizar o tratamento de dados.

Em estudos preliminares utilizando dados obtidos no espectrômetro de dupla focalização de Munique, o acôrdo obtido foi razoável indicando a validez das hipóteses feitas.

ESTUDO DOS ELETRONS DE CONVERSÃO INTERNA DO ^{162}Dy OBTIDOS ATRAVÉS DA REAÇÃO (n,e^-)

A. Bäcklin*, A.A. Suarez

A despeito da alta qualidade dos trabalhos prévios sôbre o ^{162}Dy, sòmente poucos estados excitados têm sido observados, exceto para a banda do estado fundamental. Por esta razão foi decidido o estudo do ^{162}Dy, através da reação $^{161}Dy(n,e^-)^{162}Dy$ usando neutrons térmicos. O estado composto nesta reação possui spin e paridade 2^+ ou 3^+. Portanto todos os níveis com spins até 6-8 são esperados ser excitados durante o decaimento dêste estado composto.

O espectro de conversão interna foi medido com um espectrômetro de dupla focalização (iron yoke) de 50 cm de raio[1].

A fonte consistiu de um arranjo de 20 lâminas de 1,5 mm de largura tendo uma área total de 12 cm^2. A esta fonte foi aplicado um gradiente de potencial permitindo assim compensar o deslocamento radial das lâminas, relativo à órbita central. Quatro conjuntos de fontes foram utilizados com espessuras indo de 0.2 a 2 mg/cm^2 utilizando material enriquecido em 90% de ^{161}Dy.

O espectrômetro foi ajustado a uma resolução de 0.2% e o campo magnético foi medido e controlado com uma precisão melhor do que uma parte em 10^4. O detetor foi um contador GM equipado com uma janela de mylar (0.55 mg/cm^2).

O espectro de conversão foi analisado de 160 a 1300 KeV e a espessura da fonte foi escolhida de acôrdo com a região de energia de modo a resolução nunca exceder 0.3%.

---

* Comissão de Energia Atômica - Studsvik - Suécia

Cêrca de 60 linhas de conversão pertencendo a 46 transições foram assumidas para o ^{162}Dy. Além disso, limites superiores para intensidades de linhas K foram de importância na decisão da multipolaridade de mais 8 transições.

A calibração de energia foi feita relativa a linha K da forte transição 282 KeV cuja energia foi precisamente determinada com o espectrômetro de cristal de Risø.

Com os dados obtidos através das reações (n,e$^-$) e (n, gama) cêrca de 90% da intensidade total das transições de baixa energia puderam ser colocadas em um diagrama de nível.

Juntamente com os dados de reações (p,p'), (d,d'),(d,p) e (d,t) o ^{162}Dy é um dos núcleos deformados, mais bem conhecidos experimentalmente apesar de posteriores informações sôbre a banda beta vibracional poderem ser obtidas através de reações com partículas carregadas.

De tais experiências deve também ser possível obter melhores informações sôbre vibrações octopolares. Trabalho teórico adicional é necessário para explicar algumas características do esquema de nível, em particular o inesperado forte decaimento para o estado fundamental dos níveis de spin impar da banda K = 2$^-$.

Êste trabalho será publicado no Physical Review

REFERÊNCIA

1. N. Svartholm and K. Siegbahn, Ark. Mat. Astr. A33, (1964) - nº 21.

ELETRONS DE CONVERSÃO DO ^{188}Re APÓS CAPTURA RADIOATIVA DE NEUTRONS

A.A. Suarez
T.v. Egidy, W. Kaiser, H.F. Mahlein e A. Jones*

Os níveis do ^{188}Re já foram estudados através do decaimento radioativo do ^{188}W bem como do decaimento isomérico do ..... ^{188m}Re(1,2,3).

Mais recentemente isto foi feito novamente(4,5) e também transições provenientes da captura de neutrons no ^{187}Re foram analisadas(6).

Neste trabalho eletrons de conversão provenientes da captura de neutrons pelo ^{187}Re foram estudados com um espectrômetro de dupla focalização(7). O espectro de raios gama de baixa energia foi também recentemente examinado por O.W.B. Shult et al(8) em Risø e parte dos resultados ainda não publicados nos foram gentilmente cedidos.

Os eletrons de conversão foram analisados de 0 a 800 KeV de energia. As dimensões da fonte eram de 1 x 8 cm^2 e o contador utilizado foi um tubo GM trabalhando com gás circulante e uma janela formvar (50 μg/cm^2).

Os dados foram obtidos da média de sete séries de medidas e as linhas de eletrons foram ajustadas através da forma de uma linha teórica por um programa de computador. A calibração de intensidade foi feita usando-se a intensidade de eletrons absoluta da linha K 155.045 KeV do ^{188}Os(9).

---

* Departamento de Física da Universidade de Munique - Alemanha

Um total de 41 transições foi obtido sendo que 14 foram dispostas em esquema de nível contendo cêrca de 90% da intensidade total.

Para o estado fundamental foi assumido o valor de I = 1, medido diretamente em experiência de feixe atômico[10] e paridade negativa de acôrdo com S.B. Burson et al[4]. Isto concorda com o que é esperado da Regra de Gallagher e Moszkowski assumindo que os estados intrínsecos do proton e neutron são $5/2^+(402)$ e $3/2^-(512)$ respectivamente. Foram encontrados 2 níveis pertencentes à banda rotacional sôbre o estado fundamental.

O nível situado em 290,66 KeV foi assumido por S. B. Burson et al[4] pertencer a uma banda rotacional $K = 1^-$ com estados intrínsecos $5/2^+(402)$ e $7/2^-(503)$ para o proton e neutron respectivamente.

Um nível por nós encontrado em 362,4 KeV com possíveis spins 1 ou 2 e paridade negativa é um possível candidato a segundo nível da banda $K = 1^-$ suportado sôbre o nível 290,66 KeV.

A razão teórica entre os elementos de matriz reduzidos das duas transições 362 KeV e 299 KeV que definem êsses dois níveis, é 0,557 enquanto que o experimental é $(0,37 \pm 0,04)$.

Para os outros níveis não foi possível obter-se evidência teórica do seu caráter devido a falta de tratamento teórico adequado para núcleos impar-impar e especialmente próximo à região limite de núcleos deformados. Necessita-se também dados experimentais obtidos através de reações com partículas carregadas e excitação coulombiana a fim de melhor correlacionar os dados por nós obtidos.

Determinamos também a população do estado isomérico como sendo $(3,0 \pm 0,5)$ por 100 capturas de neutrons.

Êste trabalho será publicado no Nuclear Physics.

REFERÊNCIAS

1. J.W. Mihelich, Phys. Rev. 89, 907A (1953).

2. A. Flammersfeld, Z. Naturforschung 8a, 217 (1953).

3. W. Herr, Z. Naturforschung 7a, 819 (1952).

4. S.B. Burson, E.B. Shera, T. Gedayloo, R.G. Helmer, D. Zei, Phys. Rev. 136, B1 (1966).

5. K. Takahashi, M. Meckeown, G.Scharff-Goldhuber, Phys. Rev. 136, B18 (1966).

6. O.W.B. Schult, B. Weckermann, T.v. Egidy, E. Bieber, Z. Naturforschung 18a, 61 (1963).

7. Till v. Egidy, Annalen der Physik 9, 221 (1962).

8. O.W.B. Schult, Um Gruber, B.P. Maier, R. Koch, - comunicação privada -

9. Nuclear Data B1-2-63 (1966).

10. W.M. Dayle and R. Marrus, Nucl. Phys. 49, 449 (1963).

REPRESENTAÇÃO MATRICIAL PARA O CÁLCULO DE ABERRAÇÕES DE SEGUNDA ORDEM EM OPTICA DE PARTÍCULAS PARA CAMPOS MAGNÉTICOS HOMOGÊNEOS E INOMOGÊNEOS (n = 1)

A.A. Suarez e F.A.B. Coutinho

No cálculo das propriedades de sistemas magnéticos para análise da energia de feixes de partículas carregadas, o procedimento analítico é demorado e tedioso.

Em analogia à óptica geométrica Penner[1] introduziu um método matricial para calcular as propriedades de sistemas defletores magnéticos até aberrações de primeira ordem. I. Takeshita[2] estendeu êsse formalismo à segunda ordem em um movimento bidimensional utilizando uma matriz 9 x 9 para um campo magnético homogêneo. Posteriormente, K. Brown[3,4] desenvolveu a teoria geral de aberrações de primeira e segunda ordens de magnetos defletores.

Desde que as trajetórias de partículas próximas ao eixo central possam ser expressas por funções lineares, pode-se usar a representação matricial para expressar a transformação das coordenadas objeto para coordenadas imagem, análogamente à óptica geométrica. Usando tal procedimento, vários elementos defletores podem ser acoplados rápidamente sòmente por multiplicação de matrizes, facilitando assim a análise das propriedades ópticas finas do sistema, bem como dispersão e resolução do sistema. Êste formalismo é vantajoso para computação digital das trajetórias de partículas quando se tem sistemas complicados onde o cálculo analítico é proibitivo.

Foi utilizado por nós o formalismo desenvolvido por K. Brown[4] no cálculo dos elementos de uma matriz 12 x 12 estendida ao movimento tridimensional de uma partícula próximo à órbita cen-

tral (órbitas paraxiais) em dois casos especiais: campos homogêneos e inomogêneos (n = 1). Esta teoria foi também estendida para peças polares giradas em relação à órbita central na entrada e saída do magneto, sendo contudo neste trabalho negligenciado efeitos de "fringing field" o que será objeto de trabalho futuro.

Êste cálculo faz parte de projeto de construção de um espectrômetro beta a ser realizado em nosso Instituto.

Êste trabalho se encontra na Publicação IEA nº 144, abril de 1967.

REFERÊNCIAS

1. Calculations of Properties of Magnetic Deflections Systems. - S. Penner, Rev. Sci. Instr. 32 (1961) 150.

2. Matrix Representation for Calculation of the Second Order Aberration in Iron Optics. - I. Takeshita, Z. für Naturforschung 21, 9 (1966).

3. First and Second Order Magnetic Optic Matrix Equations for the Midplane of Uniform Field Wedge Magnets, K.L. Brown, Rev. Sci. Instr. 35 (1964) 481.

4. A General First and Second Order Theory of Beam Transport Optics, K.L. Brown, Proceedings of the International Symposium of Magnet Technology, Stanford, California (1966).

ESTUDOS DO DECAIMENTO DO ^{62}Zn

S. Antman e H. Pettersson*
Achilles A. Suarez

O decaimento do ^{62}Zn para ^{62}Cu foi estudado usando-se um espectrômetro beta de dupla focalização ("iron yoke") para os espectros de eletrons e positrons, e um detetor do estado sólido ... Ge(Li) para a medida da radiação gama.

A atividade do zinco foi produzida bombardeando um alvo de cobre natural com uma corrente de protons (0.2 μA) de 32 MeV produzidos pelo sincrociclotron do Instituto Gustav Wener - Uppsala.

O espectrômetro beta (ρ = 50 cm) foi ajustado para uma resolução de 0,25% em um ângulo sólido de 0,3%, representando assim um compromisso entre resolução e intensidade, enquanto que o campo magnético foi medido e controlado com uma precisão melhor do que uma parte em 10^4.

O espectro de raios gama foi observado usando-se um detetor do estado sólido Ge(Li) (RCA-SJGG-1). A resolução obtida foi tìpicamente de 4 KeV em uma energia de raios gama de 500 KeV.

Energias e intensidades relativas foram deduzidas do espectro para as transições gama e linhas de conversão pertencentes a êsse decaimento. Um esquema de nível para o ^{62}Cu com o spin e paridade é proposto.

Êsse trabalho foi publicado no Nuclear Physics, volume A94 (1967), nº 2.

---

* Instituto de Física de Uppsala, Suécia.

ESTUDO DA RADIAÇÃO GAMA DEVIDA A CAPTURA NEUTRÔNICA

M.A.N. de Abreu

A análise da radiação gama emitida na desexcitação de núcleos compostos formados pela captura neutrônica, nos dá informações sôbre a energia dos níveis e as suas probabilidades de transição. Os espectros obtidos podem apresentar dezenas de raias, muitas das quais bastante próximas, o que torna sua interpretação bastante difícil, condição esta que é agravada pela complexidade dos processos de interação da radiação gama com os detetores empregados.

Várias técnicas têm sido desenvolvidas no intuito de aumentar a eficiência e a precisão na determinação da energia dêstes níveis. Entre os diversos tipos de espectrômetros escolhemos: um de absorção total, utilizando um cristal de NaI(Tl) com três fotomultiplicadoras[1] e um detetor de estado sólido. O primeiro apresenta alta eficiência e o segundo alto poder resolutivo, vantagens que poderão ser somadas usando-se um circuito de coincidência do tipo Hoogenboom, quando do estudo de cascatas gama-gama.

O número de núcleos que poderão ser estudados é bastante grande devido a possibilidade de utilizar dois arranjos experimentais; um com o alvo colocado na região de maior fluxo do reator[2], que permite o estudo de materiais de baixa secção de choque e apresenta uma relação sinal - radiação de fundo bastante alta; o outro com o alvo colocado externamente ao reator, o que possibilita medidas de coincidência e correlação angular.

Apresentamos os espectros obtidos na análise da radiação gama emitida nas reações $^{27}Al\ (n,\gamma)^{28}Al$ e $^{48}Ti\ (n,\gamma)^{49}Ti$ utilizando o arranjo de geometria interna no caso do Al (figura 1) e ar

ranjo de geometria externa no caso do Ti (figura 2). Ambos espectros foram feitos com um detetor de Ge(Li) de 2 mm de compensação, por nós elaborado, o qual apresenta uma resolução de 17 KeV nas linhas do Co^{60} (figura 3), tendo sido utilizados o pré-amplificador 101 e o amplificador 201 da ORTEC.

Presentemente estamos elaborando um detetor de Ge(Li) com 8 a 8,5 mm de compensação, o qual apresentará uma maior eficiência com relação ao atual.

REFERÊNCIAS

1. Publicação IEA nº 108 e Nucl. Instr. and Meth. 32 (1965) 204.

2. Publicação IEA nº 133.

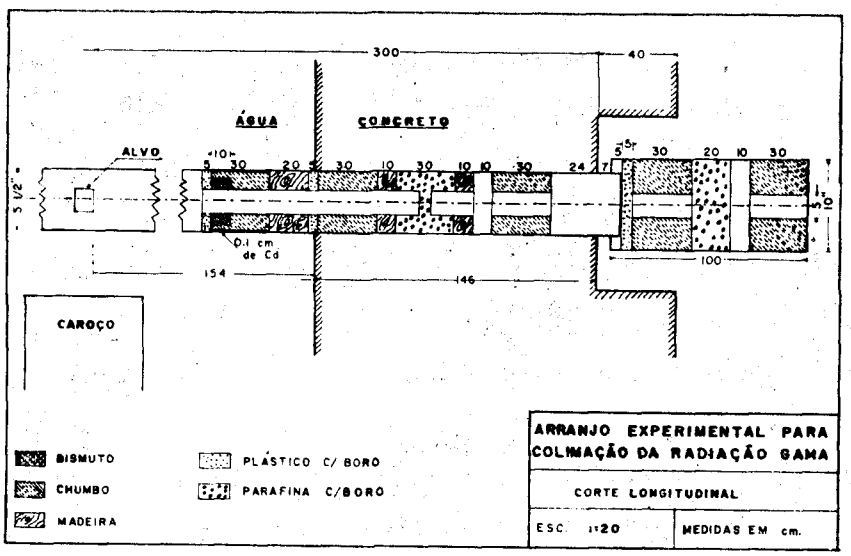


Figura 1a

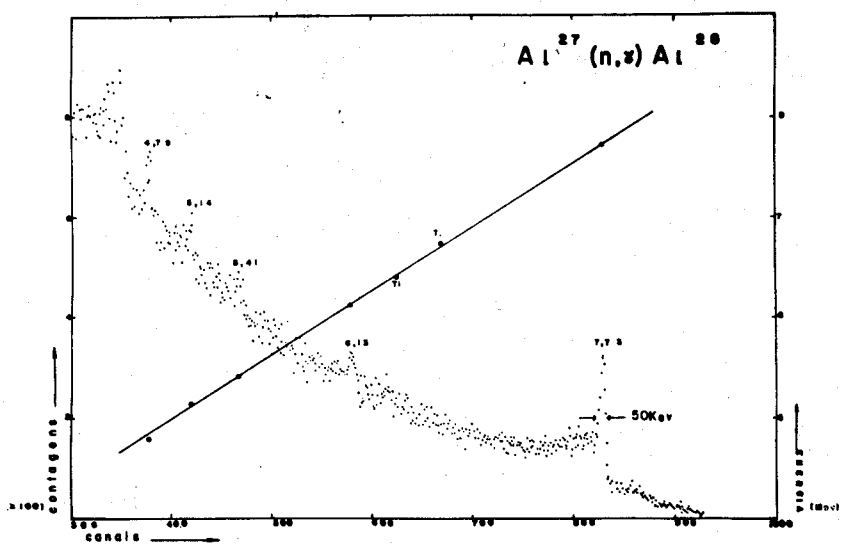


Figura 1b

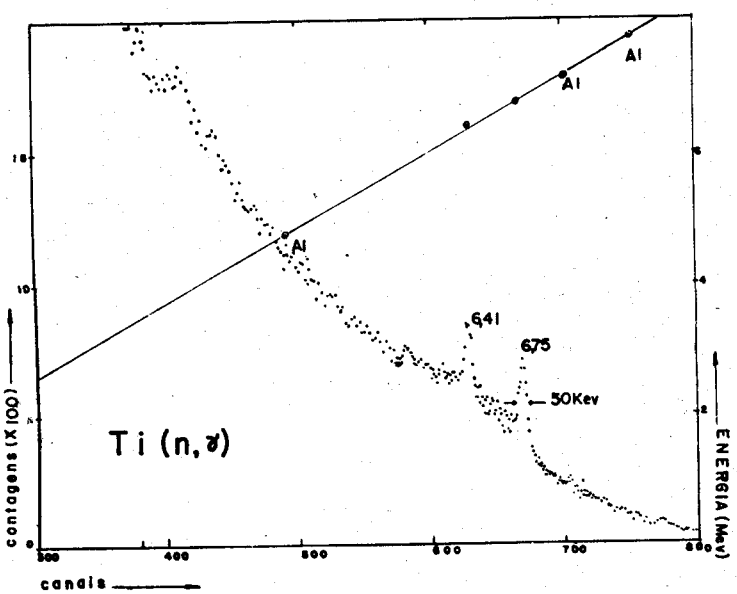


Figura 2a

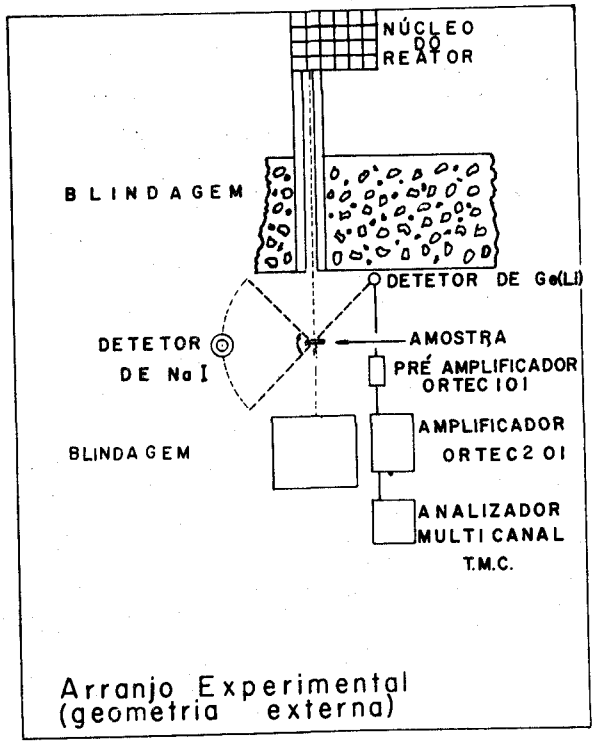


Figura 2b

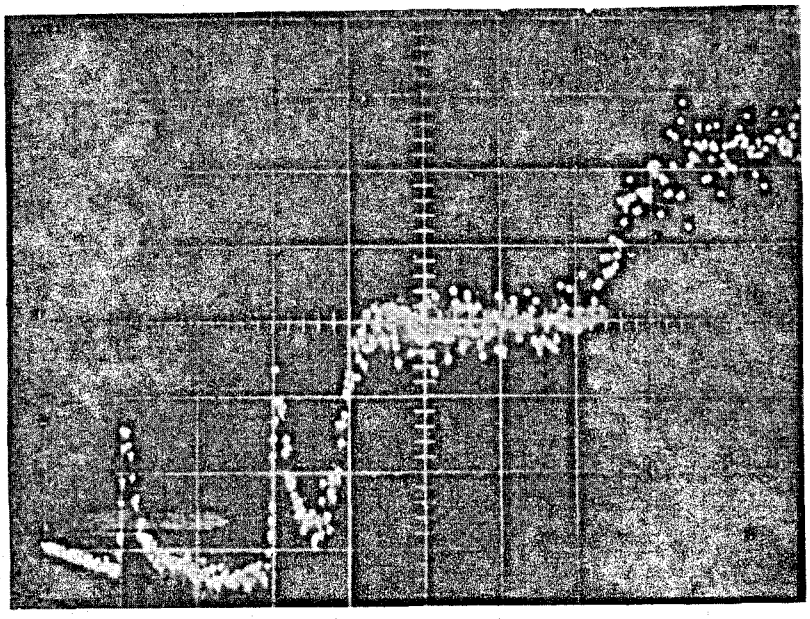


Figura 3

EMPRÊGO DE DETETORES DE ESTADO SÓLIDO NA DETERMINAÇÃO QUANTITATIVA DE MISTURAS DE RADIONUCLÍDEOS EM MATERIAIS BIOLÓGICOS

M.A.N. de Abreu e J. Kieffer

O elevado poder de resolução dos detetores de estado sólido, que em determinadas circunstâncias pode chegar a ser de alguns KeV, veio ampliar no campo biológico o emprêgo de traçadores múltiplos, ainda que de energia característica muito próxima. Exemplo típico e dos mais correntes é o caso do uso da albumina sérica radioiodada (^{131}I, 364 KeV) e do cromato de sódio (^{51}Cr, 320 KeV) utilizados na determinação da volemia, pela simultânea medida do volume plasmático (radioalbumina) e da massa eritrocitária (radiocromato). Na figura 1 podemos ver o espectro apresentado por uma mistura dessas duas substâncias.

Outro campo de emprêgo de tais detetores seria a simultânea determinação dos espaços sódio (^{24}Na), bromo (^{82}Br), potássio (^{42}K) a par do volume sanguíneo (^{131}I + ^{51}Cr). Esta situação era outrora resolvida pelo emprêgo de radionuclídeos de vida curta e pelo escalonamento no tempo das determinações de tal forma a não haver interferência de um radioisótopo com outro. Êste fato levava a determinações que se completavam no espaço de sete a oito dias , durante os quais era necessário admitir uma constância das condições metabólicas, aceitação esta, que por certo nem sempre era biologicamente verdadeira. A possibilidade de se realizar simultâneamente medidas dessa natureza apresenta vantagens óbvias, e é bastante clara na figura 2 que apresenta o espectro da referida mistura, com exceção do Br.

As presentes medidas foram feitas com um detetor de Ge(Li) por nós elaborado e que apresenta 17 KeV de resolução nas linhas do Co^{60}.

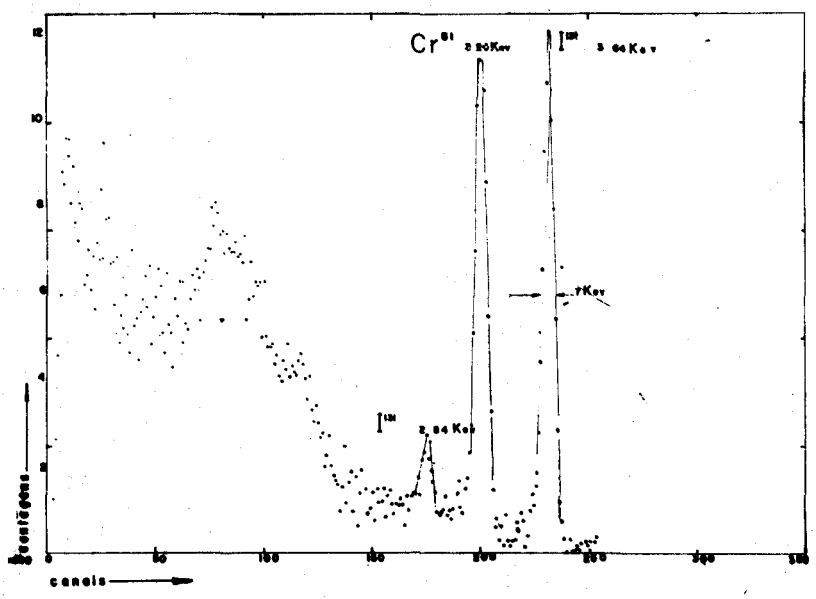


Figura 1

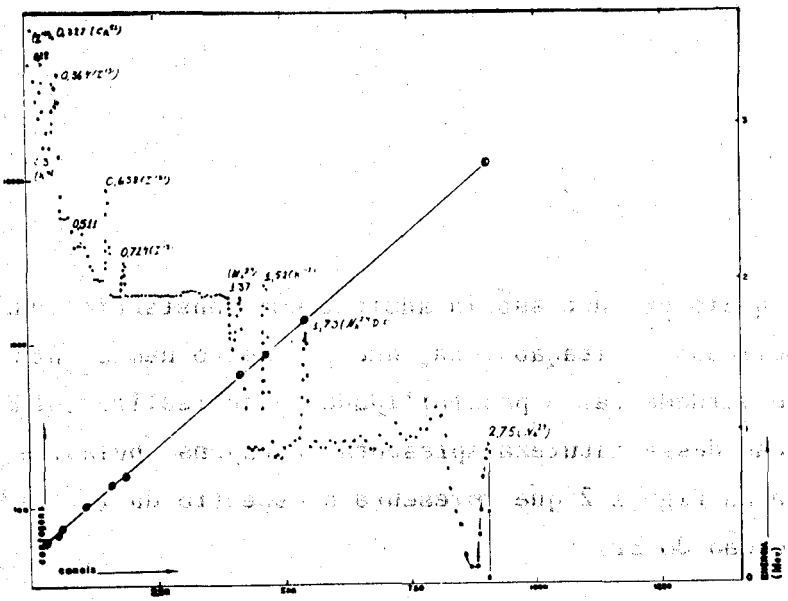


Figura 2