

TELA CONVERSORA NACIONAL DE GADOLÍNIO PARA NEUTRONGRAFIA

Clara Tereza dos Santos Lima

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA NUCLEAR.

Aprovada por:

---

Prof<sup>a</sup>. Verginia Reis Crispim, D.Sc

---

Prof<sup>a</sup>. Wilma Machado Soares Santos, D.Sc.

---

Prof. Nelson Velho de Castro Faria, D.Sc

---

Prof. Ademir Xavier da Silva, D.SC

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

MARÇO DE 2005

LIMA, CLARA TEREZA DOS SANTOS

Tela Conversora Nacional de Gadolínio  
para Neutronografia [Rio de Janeiro] 2005

X, 69 p. 29,7 cm (COPPE/UFRJ, M.Sc.),  
Engenharia Nuclear, 2005)

Tese - Universidade Federal do Rio de  
Janeiro, COPPE

1. Conversor de Nêutrons
2. Neutronografia
3. Gadolínio

I. COPPE/UFRJ II. Título (série)

## AGRADECIMENTOS

*Agradeço ao meu marido, meus filhos e aos meus pais por todo incentivo, apoio e compreensão com a minha ausência em alguns momentos de suas vidas.*

*As minhas orientadoras Verginia Reis Crispim e Wilma Machado Soares dos Santos pela confiança que depositaram em mim e pela forma segura e determinada com que orientaram esse trabalho.*

*A todos os professores do Programa de Engenharia Nuclear da COPPE/ UFRJ pelos ensinamentos transmitidos, tanto no Curso de Preparação ao Mestrado quanto no Mestrado.*

*A Rosilda Maria G. Lima, do Laboratório de Pesquisa do Processo do Ciclo de Combustível Nuclear-IEN pela colaboração e valiosas sugestões na área de Química.*

*Ao IEN e a equipe de operação do Reator Argonauta, na pessoa do senhor Carlos A. C. Renke e, principalmente, aos colegas Francisco Ferreira, Marco Aurélio e André Luiz. Ao Paulo Ramos do DIQN/SEAQE pela concessão do software para digitalização das imagens neutronográficas e Paulo César Barros do setor de manutenção da SENGE pela operação da pistola a ar comprimido*

*Ao Laboratório de Colisão Atômica e Molecular, LACAM-IF/UFRJ, na pessoa do senhor Nelson V. C. Farias, pela cessão do Evaporador e ao Eduardo Bessa pela operação do equipamento.*

*Aos colegas do grupo de Neutronografia do PEN/COPPE/UFRJ.*

*A Tânia R.M. Moraes, Josevalda L. Noronha e a todos os funcionários do corpo administrativo do PEN/COPPE/UFRJ.*

*Ao professor Ricardo Tadeu Lopes e demais professores e funcionários do Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) pela concessão de materiais e utensílios do Laboratório de Química dessa unidade.*

*Ao Conselho Nacional de Energia Nuclear (CNEN) que me concedeu a bolsa de mestrado, para realização desse curso.*

*Finalmente, ao PEN por ter me dado a oportunidade de ingressar no programa e a todos que direta ou indiretamente contribuíram para a realização desse trabalho.*

*Dedico esse trabalho ao meu marido, meus filhos e aos meus pais, minhas razões de viver.*

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

## TELA CONVERSORA NACIONAL DE GADOLÍNIO PARA NEUTRONGRAFIA

Clara Tereza dos Santos Lima

Março/2005

Orientadores: Verginia Reis Crispim

Wilma Machado Soares Santos

Programa: Engenharia Nuclear

Telas conversoras de gadolínio para uso em Neutronografia utilizadas no Brasil são importadas por um custo muito alto. As reservas nacionais medidas de terras-raras e o domínio da tecnologia para produção dos óxidos individuais, com elevados graus de pureza por pesquisadores brasileiros motivaram a presente proposta de tese, visando o estudo de uma metodologia para a confecção de uma tela conversora nacional de gadolínio, tendo como substrato folhas de alumínio de 12,70  $\mu\text{m}$  e 10,00  $\mu\text{m}$  de espessura. Duas metodologias foram empregadas: 1) deposição por evaporação, a baixa pressão do cloreto de gadolínio ( $\text{GdCl}_3$ ), com um evaporador resistivo Edward E306A; 2) deposição por jateamento com uma pistola a ar comprimido de  $\text{GdCl}_3$  sobre uma cobertura fina de material esmaltado empregado sobre a base de alumínio. Para a realização de cada Neutronografia (NR), um sistema, tela conversora-filme radiográfico (AA400 Industrex Kodak) foram colocados, em contacto íntimo, dentro de um chassi radiográfico de alumínio, e, depois, expostas a um fluxo de  $4,46 \times 10^5$  nêutrons térmicos/ $\text{cm}^2 \cdot \text{s}$ , no plano de irradiação do canal J-9 do reator Argonauta/IEN/CNEN. Uma comparação entre a imagem neutronográfica de objetos de referência obtida com a tela conversora nacional e com a importada foi realizada, em termos do parâmetro de resolução radiográfica. Das imagens neutronográficas obtidas, concluiu-se que as metodologias adotadas demonstraram ser viáveis; que a tela conversora nacional tem menor custo de fabricação e proporciona uma resolução radiográfica (175  $\mu\text{m}$ ) 90% em acordo com aquela da importada (165  $\mu\text{m}$ ), apesar da sua deposição granular.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

## NACIONAL SHEET CONVERTER OF GADOLINIUM FOR NEUTRON RADIOGRAPHY

Clara Tereza dos Santos Lima

March/2005

Advisors: Verginia Reis Crispim

Wilma Machado Soares Santos

Department: Nuclear Engineering

Gadolinium sheet converters for use in Neutron Radiography (NR) available in Brazil are imported at high costs. The reserves of rare earths in Brazil and the knowledge of technology for individual oxides production of these materials with high levels of purity by brazilian research motivate the theme of this thesis.

The aim of this work is the development of a methodology for the production of a gadolinium sheet converter, entirely made in Brazil, using as substrate aluminum foil of 12.70  $\mu\text{m}$  and 10.00  $\mu\text{m}$  thickness. Two processes were used: 1) gadolinium chloride ( $\text{GdCl}_3$ ) is steamed, with a Edward E306A resistive evaporator; 2)  $\text{GdCl}_3$  in a emulsion is deposited by spray of compressed air on the aluminum base; then a sealing product is used to avoid that chloride grains get unattached.

For the realization of each NR, a converter sheet and the surface radiographic film (AA400 Industrex Kodak) is placed in intimate contact inside an aluminum radiographic chassis; then it is exposed to a thermal neutron flux of  $4.46 \times 10^5$  neutrons/ $\text{cm}^2 \cdot \text{s}^1$  in the J-9 irradiation channel of the Argonauta/IEN/CNEN reactor.

The neutrongraphic image of the reference objects obtained national sheet converter and by the imported sheet is compared; both in patterns of parameter of radiographic resolution. From the obtained neutrongraphic images is follows that the national sheet converter has a low cost of production and its radiographic resolution (175  $\mu\text{m}$ ) is 90% closed of that imported one (165  $\mu\text{m}$ ) in spite of granular deposition.

## ÍNDICE

### CAPÍTULO I

#### *INTRODUÇÃO*

I. 1 – Generalidades	01
I. 2 – Objetivo	03

### CAPÍTULO II

#### *FUNDAMENTOS TEÓRICOS*

II. 1 – Telas Conversoras de Nêutrons	04
II. 2 – Minérios de Terras-Raras	05
II. 3 – O gadolínio	07
II. 4 – O Nêutron	09
II. 4. 1 – A Descoberta do Nêutron	09
II. 4. 2 – Fontes de Nêutrons	11
II. 4. 3 – Interação do Nêutron com a Matéria	11
II. 4. 4 – Energia dos Nêutrons	14
II. 4. 5 – Atenuação dos Nêutrons	14
II. 4. 6 – Nêutrons Moderados e Nêutrons Térmicos	16
II. 5 – Neutronografia	17
II. 5. 1 – Fontes de nêutrons para	18
II. 5. 2 – Principais componentes de uma neutronografia.	19
II. 5. 3 – Colimação dos Feixes neutrônicos	20
II. 5. 4 – Razão de Colimação	22
II. 5. 5 – Conversores de nêutrons e técnicas de exposição	24
II. 6 – Filme Radiográfico	27
II. 6. 1 – Formação da imagem no filme exposto a radiação	28
II. 6. 2 – Definição de alguns parâmetros relevantes	28
II. 6. 3 – Processamento dos Filmes Radiográficos	33

II. 8 – Indicadores de Qualidade de Feixe	34
II. 9 – Função de borda difusa (Edge Spread Function - ESF)	35
II.10 – Função de transferência de modulação (MTF)	36

## CAPÍTULO III

### *METODOLOGIA* 38

III. 1 – Processo de obtenção do $GdCl_3$ a partir do $Gd_2O_3$	39
III. 1. 1 – Determinação das massas dos reagentes	39
III. 1. 2 – Procedimento para produção do cloreto de gadolínio	39
III. 2 – Tela conversora confeccionada por evaporação a baixa pressão.	41
III. 2. 1 – Montagem e Procedimento Experimental	42
III. 2. 2. – Neutronografia	43
III. 2. 3 – Confeccção da primeira tela conversora	45
III. 2. 4 – Confeccção segunda tela conversora	46
III. 3 – Confeccção das telas conversoras por deposição jateada.	49
III. 4 – Metodologia para determinação da resolução espacial e MTF	50
III. 5 – Curvas características das telas conversoras nacionais de gadolínio.	50

## CAPÍTULO IV

### *DISCUSSÃO DE RESULTADOS*

IV. 1 – Análise das imagens neutronográficas com as telas conversoras nacionais confeccionadas pelo primeiro método: deposição por evaporação	52
IV. 2 – Análise das imagens neutronográficas das telas conversoras nacionais de gadolínio confeccionadas por jateamento.	54
IV. 3 – Resolução espacial e MTF das telas conversoras nacionais #3 e #4.	57
IV. 4 – Curvas característica das telas conversoras nacionais #3 e #4 e da tela conversora metálica e o tempo de exposição.	60
IV. 5 – Ensaio neutronográfico com as telas nacionais	62

CAPÍTULO V	
<i>CONCLUSÕES</i>	64
<i>REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA</i>	67
ANEXO I	



# CAPÍTULO I

## INTRODUÇÃO

### I.1 – Generalidades

Chama-se Neutronografia (NR) à técnica de obtenção de uma imagem radiográfica de um objeto, baseada na interação de nêutrons com os núcleos dos materiais que a constituem. Essas interações são expressas pelas seções de choque macroscópicas correspondentes aos mecanismos peculiares, por exemplo, de espalhamento e de absorção de nêutrons.

Apesar de ter surgido na década de 30, com os trabalhos dos alemães *Kallman e Kuhn* [1], somente nos últimos 44 anos, ela tem se firmado, com excelentes resultados, como uma técnica de Ensaio Não Destrutivo (END) mundialmente reconhecida, sendo utilizada em situações bem específicas, onde raios-X e raios gama não produzam resultados satisfatórios ou não possam ser aplicados. Outro grande passo foi o desenvolvimento da Neutronografia com nêutrons térmicos, pelo método de transferência, que ampliou consideravelmente o campo de atuação dos Testes Não Destrutivos, possibilitando a inspeção de objetos altamente radioativos que, até então, não podiam ser radiografados com raios-X ou raios gama, devido às intensidades de radiação eletromagnéticas inerentes às instabilidades nucleares, que interferem nas medidas.

As áreas de aplicação da NR, hoje em dia, são bastante diversificadas, podendo ser utilizada, por exemplo, na Arqueologia, para exame de materiais compostos; na Geologia, em pesquisas relacionadas à porosidade de rochas e camadas em solos sedimentares; na Biologia, no estudo do crescimento de raízes e da irrigação; na Arte, para investigação de pinturas, além da sua utilização nas indústrias química, petroquímica, automobilística, e outras. Destacamos, também, sua aplicação no campo de manutenção de aeronaves civis e militares, que é de grande importância.

Numa Neutronografia convencional é necessário que se use um conversor de nêutrons, material responsável pela produção de radiação secundária, que sensibiliza o filme, pois o nêutron, por ser eletricamente neutro, não interage diretamente com a matéria. O tipo de conversor a ser utilizado está relacionado com a energia dos nêutrons que incidem no material e com a técnica de exposição a ser aplicada. Com nêutrons térmicos e com o método direto de exposição, um dos conversores mais recomendados é o gadolínio, um elemento pesado de terras-raras, sendo o material esco-

lhido para a confecção da tela conversora nacional, segundo as metodologias que foram desenvolvidas neste trabalho.

As folhas conversoras são, geralmente, obtidas pela laminação do material conversor. As telas obtidas por depósito do material por evaporação são protegidas com uma cobertura de safira de 1  $\mu\text{m}$  de espessura [1]. O fato dessas folhas serem patenteadas introduz uma grande dificuldade na pesquisa de dados relacionados com a metodologia empregada em sua confecção. Dentre os países exportadores de telas conversoras metálicas de gadolínio estão os Estados Unidos, Inglaterra, Alemanha e China.

## I.2 – Motivação e objetivo

No Brasil, para pesquisas e Ensaio Não Destrutivo usando a técnica de Neutronografia, é necessária a importação de conversores, por um alto custo, cerca de US\$ 1011,00 para uma folha conversora metálica quadrada com 25 mm de lado e 5  $\mu\text{m}$  espessura e US\$ 372,00 para uma tela de mesmo tamanho com espessura de 25  $\mu\text{m}$ <sup>1</sup> e US\$ 288,00 para uma tela quadrada com 127mm de lado e 100  $\mu\text{m}$  de espessura<sup>2</sup>. Portanto, o alto custo de importação da tela conversora de gadolínio metálica, as reservas nacionais medidas de terras-raras no Brasil e o domínio da tecnologia para a produção de óxidos individuais de terras-raras, por pesquisadores brasileiros, motivaram a realização desse trabalho, cujo objetivo foi o desenvolvimento de uma metodologia para a confecção de uma tela conversora nacional de gadolínio com custo inferior ao das importadas. A relevância do trabalho está no domínio de uma nova tecnologia para a confecção da tela conversora de gadolínio e a independência do Brasil do monopólio estrangeiro.

Não se encontrou nenhuma publicação sobre a metodologia utilizada para a confecção das telas conversoras de gadolínio importadas, assim como, nenhum texto sobre o histórico do desenvolvimento da confecção dessa tela. Em geral, os textos mencionam somente os tipos de telas conversoras existentes e suas aplicabilidades.

Não se obteve também textos que mencionassem qual a reserva de gadolínio no Brasil, mas, somente, dos minérios que contém as terras-raras. Publicações sobre o mecanismo responsável pela aderência do gadolínio à folha de alumínio e pesquisas vinculadas ao desenvolvimento de películas protetoras para esses tipos de “screen”, também não foram achadas. Portanto, espera-se que esse trabalho seja a base inicial

---

<sup>1</sup> Cotação da Goodfellow Corporation (USA)

<sup>2</sup> Cotação da Metall Rare Earth Limited (China)

de futuros trabalhos para o desenvolvimento de telas conversoras comerciais no Brasil.

Um dos métodos adotados para a confecção da tela conversora nacional de gadolínio consistiu no depósito, por evaporação a baixa pressão, do cloreto de gadolínio sobre uma folha de alumínio com 12,7  $\mu\text{m}$  de espessura e 99,9% de pureza. O outro método se baseou no depósito do cloreto de gadolínio sobre uma folha de alumínio de 10,0  $\mu\text{m}$  de espessura e 98% de pureza, por jateamento. No segundo método, distribuiu-se os grãos de cloreto de gadolínio sobre o substrato coberto com uma fina camada de agregante; depois, optou-se por depositar sobre a folha de alumínio, uma mistura de cloreto de gadolínio com o agregante, diluídos em acetona, sobre a superfície de alumínio por meio de uma pistola a ar comprimido. Sobre o depósito jateou-se uma fina camada de material selante, para evitar que os grãos do sal de gadolínio se soltassem, assim como, impedir que o sal interagisse com a película protetora do filme. Para os dois métodos é preciso que se verifique se: 1) o composto adere à folha de alumínio; 2) ocorre a formação de imagem neutrográfica das peças utilizadas como objeto de teste; 3) há qualidade na imagem obtida.

Para tal, cabe, inicialmente, a obtenção do cloreto de gadolínio, a partir do óxido de gadolínio; o estudo das propriedades metalúrgicas dos elementos Gd e Al, de forma a se garantir que o gadolínio agregue à folha de alumínio; realização de análises que verifiquem a homogeneidade de deposição de Gd sobre a superfície. Para o estudo comparativo entre a qualidade da imagem neutrográfica obtida com a tela conversora fabricada e uma folha importada, alguns ensaios neutrográficos serão apresentados, com referência aos objetos de teste.

O trabalho apresenta a seguinte organização:

No capítulo II apresentou-se os fundamentos teóricos relacionados a Neutronografia.

O capítulo III foi dedicado a descrição das duas metodologias desenvolvidas para confecção da tela conversora nacional de gadolínio.

No capítulo IV fez-se a apresentação e a discussão dos resultados.

No capítulo V encontram-se as conclusões do trabalho e algumas sugestões de pesquisas com a finalidade de otimizar a resolução espacial da tela conversora nacional de gadolínio.

## CAPÍTULO II

### FUNDAMENTOS TEÓRICOS

#### II.1 – Telas conversoras de nêutrons

Como o nêutron é uma partícula que apresenta carga elétrica nula, ou seja, é uma radiação não ionizante, ele não é capaz de sensibilizar um filme radiográfico. Portanto, para que um feixe de nêutrons possa ser utilizado com esse propósito, é necessário o uso de materiais com alta seção de choque de absorção para nêutrons, denominados, conversores de nêutrons, cuja função é absorver eficientemente essas partículas incidentes, provenientes de uma determinada fonte e, em seguida, emitir uma radiação ionizante secundária, tais como partículas carregadas ou fótons, capazes de sensibilizar um material registrador. O mecanismo responsável pela geração da radiação ionizante secundária, é a reação nuclear que ocorre quando o nêutron interage com o núcleo do material conversor. As características desses decaimentos radioativos dão origem a dois métodos radiográficos, denominados método direto e método indireto, que serão descritos, mais detalhadamente, na seção II.5.4 [2].

Dentre os materiais mais utilizados, como conversores, destacam-se o gadolínio, disprosio, boro e o lítio. O boro-10 e o lítio-6 decaem emitindo partículas alfas como radiação secundária; o cádmio decai por emissão de radiação gama; o gadolínio-155 e o gadolínio-157 emitem elétrons de conversão interna; o disprosio, o índio e o ouro decaem por emissão de radiação beta. São fabricados com esses materiais, folhas ou telas conversoras de nêutrons, com dimensões variadas e espessuras da ordem de micrômetro. A metodologia mais utilizada para a confecção dessas telas é a laminação, pois esse formato de lamina facilita o seu manuseio, embora telas confeccionadas por deposição em fase de vapor também sejam viáveis.

Outro tipo de tela conversora de nêutrons desenvolvida é a cintiladora. Ela é constituída por um material conversor misturado a um fósforo fluorescente e sua principal função é transformar um feixe de nêutrons modulado pela amostra em um feixe de luz modulado. Dentre as telas cintiladoras mais utilizadas destacam-se: a) as constituídas com  $ZnS(Ag) + {}^6LiF$ , que são excitadas pelas partículas alfas originadas pela reação nuclear do nêutron com os núcleos de lítio e emitem fótons de luz; b) as de  ${}^{10}B_4C$ , que também são excitadas por partículas alfas oriundas da interação do nêutron

com núcleo de boro; c) as de  $Gd_2O_2S$  que são excitadas por elétrons de conversão interna com energia média de 70 keV [3 e 4].

## II. 2 – Minérios de Terras-Raras

Os elementos químicos de número atômico entre 57 e 71 são denominados terras-raras, lantanídeos ou lantânios e pertencem ao grupo III-B da tabela periódica. O nome “terra” deve-se ao seu aspecto terroso e o adjetivo “rara” porque essas terras foram consideradas, inicialmente, escassas na natureza. Hoje, se sabe que esses elementos se encontram distribuídos amplamente na crosta terrestre, porém, em pequenas concentrações. Esses minérios dividem-se em dois grupos denominados: 1) elementos leves das terras-raras ou grupo do cério, do qual fazem parte os elementos lantânio (La), cério (Ce), praseodímio (Pr), neodímio (Nd), promécio (Pm), samário (Sm) e európio (Eu); 2) elementos pesados de terras-raras ou grupo do ítrio, formado pelos elementos gadolínio (Gd), térbio (Tb), disprósio (Dy), hólmio (Ho), érbio (Er), túlio (Tm), itérbio (Yb) e lutécio (Lu). O critério para a classificação deve-se às diferentes propriedades químicas dos dois grupos. Os elementos ítrio (Y) com número atômico 39 e escândio (Sc) com número atômico 21 são incluídos no grupo de elementos pesados de terras-raras, por apresentarem propriedades químicas semelhantes às dos elementos desse grupo e por ocorrer naturalmente associado às terras-raras [5]. Uma das principais características das terras-raras, responsável pela maioria de suas propriedades físicas e químicas, é a presença de elétrons no orbital  $f$  no quarto nível de energia. A extraordinária similaridade das propriedades químicas dos elementos de terras-raras é atribuída ao preenchimento interno da camada  $4f$ . As mudanças incomuns nas propriedades dentro da família são devido à ordem de preenchimento das camadas eletrônicas quando vai de um elemento a outro. O preenchimento da camada  $4f$  é energeticamente mais vantajoso do que o preenchimento das camadas mais externas  $5d$  e  $6p$  [6 e 7].

Os elementos de terras-raras formam mais de 250 diferentes espécies minerais, das quais 56 são mais ou menos comuns e 194 muito escassos. Os minérios de terras-raras denominados: monazita, bastnaesita, xenotímio, gadolinita, allanita, loparita, euxenita e apatita são os de maior interesse econômico. Dos três primeiros são obtidos 95% dos Óxidos de Terras-Raras (OTR); sendo a monazita e a bastnaesita os principais portadores dos elementos leves das terras-raras e o xenotímio, a principal fonte de ítrio e de outros elementos pesados das terras-raras.

Segundo dados do Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM), referente ao ano de 2003, as reservas totais medidas e indicadas de minérios de terras-

raras foram estimadas em 150 milhões de toneladas. A maior reserva está localizada na China com cerca de 57,9% do total, seguida pela Comunidade dos Estados Independentes (C.E.I) com 13,7%; Estados Unidos da América com 9,2%; e Austrália com 3,8%. Os Estados Unidos e a China são os maiores produtores de OTR, produzindo cerca de 30.000 t/ano cada um. Na China, a principal fonte de terras-raras é a bastnaesita que ocorre como um subproduto do minério de ferro, em minas localizadas na Mongólia. Nos Estados Unidos, a principal reserva provém também da bastnaesita em minas localizadas na Califórnia. Na tabela II.1, apresenta-se as reservas mundiais de minérios de terras-raras, segundo dados do DNPM/2003, conforme publicado em [8].

Tabela II. 1 – Reservas mundiais de minérios de terras-raras.

Países	Reservas [10 <sup>3</sup> t]	% (da reserva total)
China	89.000	57,9
CEI	21.000	14,0
Estados Unidos	14.000	9,2
Austrália	5.800	3,2
Índia	1.300	0,8
Canadá	1.000	0,7
África do Sul	400	0,2
Brasil	109	0,1
Malásia	35	< 0,1
Sri-Lanka	13	< 0,1
Outros países	17.356	13,7
Total	150.000	100,0

As reservas medidas e indicadas no Brasil, de acordo com a tabela II.1, são da ordem de 109 mil toneladas. A empresa Indústrias Nucleares do Brasil S.A. (INB) detêm 39.000 toneladas em reservas medidas e indicadas de monazita, que é o mineral de terras-raras no Brasil, das quais, 24.570 toneladas estão localizadas no Rio de Janeiro, 4.136 toneladas no Espírito Santo e 10.186 toneladas na Bahia. A empresa Samitri S.A. Mineração da Trindade detêm 40.000 toneladas, sendo cerca de 24.396 toneladas localizadas principalmente em São Gonçalo do Sapucaí, em Minas Gerais, 11.372 toneladas em Linhares, no Espírito Santos e 3.481 toneladas em Belmonte na Bahia. O DNPM foi informado, pela empresa Mineração Terras Raras, da existência de um volume de reservas de terras-raras da ordem de 6 milhões de toneladas, com teor

médio de 0,5% de TR<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (óxidos de terras-raras), indicando o montante de 30.000 toneladas de metal contido em reserva indicada. [8]

Os elementos de terras-raras possuem inúmeras aplicações, principalmente nas indústrias metalúrgicas, cerâmicas, vidros, iluminação, eletrônica, química, fabricação de supermagnetos, dispositivos nucleares, indústria automotiva e produtos de alta tecnologia e outros. Além disso, vislumbra-se novas aplicações na agricultura, como nutrientes; na pecuária, como aditivo nas rações do gado ovino para melhorar a qualidade de lã; em ligas de alumínio/terras-raras, em ligas metálicas e aços, como inibidores de corrosão [5].

Atualmente, a produção de compostos químicos, dentre os quais os óxidos de terras-raras, encontra-se paralisada no Brasil devido, principalmente, à concorrência com a indústria chinesa, que oferece baixos preços, e assim, inibe a fabricação brasileira de diversos produtos. Conseqüentemente, esses compostos químicos são importados, principalmente, da China (90%), França (7%), EUA (2%) e Reino Unido e Áustria (ambos com 1%) para suprir o consumo interno. Porém, de acordo com a divulgação pela internet [8], a expectativa é de que "... segundo informações fornecidas pela INB está prevista a elaboração de estudo de viabilidade para verificação da conveniência da implantação de uma Unidade Industrial para a produção de óxidos individuais de terras raras em elevados graus de pureza" com tecnologia desenvolvida em parceria com o Instituto de Engenharia Nuclear (IEN).

Neste trabalho o elemento de terras-raras de interesse é o gadolínio (Gd), pertencente ao grupo do ítrio ou elementos pesados das terras-raras, que é encontrado nos minérios monazita, bastnaesita e no xenotímio, num percentual de 1,7%, 0,15% e 3,6%, respectivamente [5].

## II. 3 – O gadolínio

O gadolínio foi descoberto em 1880 por J. Marignac. O nome provém do metal gadolinita, assim denominado em homenagem ao químico finlandês Johan Gadolin. É macio, maleável, dúctil e ferromagnético. Por possuir alto momento magnético e temperatura de Curie de 16 °C, é empregado na fabricação de dispositivos magnéticos. Mantém-se relativamente estável em ar seco e perde o brilho no ar úmido. O metal reage lentamente com a água e se dissolve em ácidos diluídos. Apresenta sete isótopos naturais (listados na tabela II.2). O radioisótopo de maior meia-vida é o <sup>150</sup>Gd com 1,79 x 10<sup>6</sup> anos, e o de menor meia-vida é o <sup>139</sup>Gd com 4,9 segundos [9].

Em Neutronografia os isótopos naturais mais importantes são os  $^{155}\text{Gd}$  e  $^{157}\text{Gd}$ , pois, ao interagirem com nêutrons térmicos provenientes de uma fonte geram, como radiação secundária ionizante, elétrons de conversão interna.

Tabela II. 2 – Sete isótopos naturais estáveis

Isótopo	Abundância (%)
Gd-152	0,20
Gd-154	2,18
Gd-155	14,80
Gd-156	20,47
Gd-157	15,65
Gd-158	24,84
Gd-160	21,86

A principal característica que torna o gadolínio um importante elemento químico para uso em Neutronografia é a sua alta seção de choque microscópica de absorção para nêutrons térmicos – 255.000 barns para o  $^{157}\text{Gd}$  [10]. A figura II.1 ilustra a estrutura cristalina do gadolínio e a tabela II.3 apresenta algumas de suas propriedades.

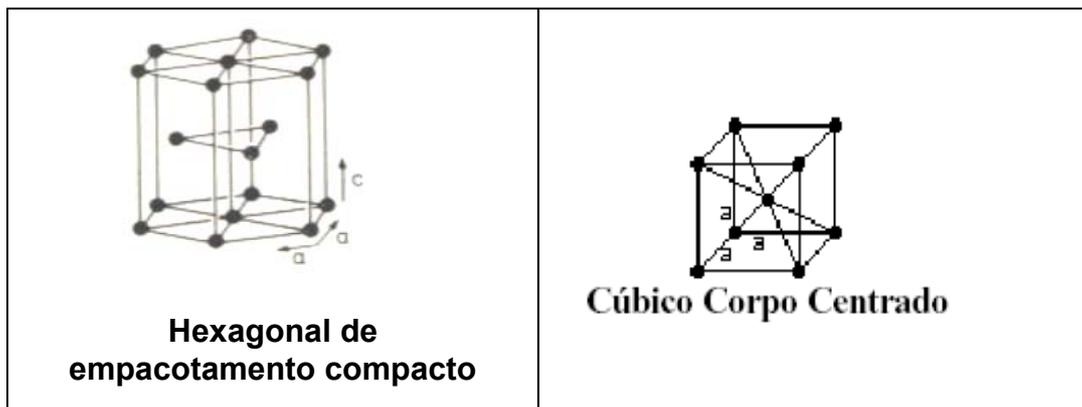


Figura II.1- Células unitárias da rede cristalina do Gadolínio. Hexagonal ( $a = b \neq c$ ); Cúbico ( $a = b = c$ ).<sup>3</sup>

<sup>3</sup> (a, b, c) são os parâmetros de rede que indicam o comprimento dos três eixos da célula.

Tabela II. 3 – Principais propriedades do gadolínio

Características	Valor
Símbolo	Gd
Classificação	Metal de transição, grupo III-B, Lantanídeos.
Número atômico	64
Massa atômica (média)	157,25
Número de nêutrons (Gd-157)	93
Estrutura eletrônica	[Xe] 4f <sup>7</sup> 5d <sup>1</sup> 6s <sup>2</sup>
Elétrons nos níveis de energia	2, 8, 18, 25, 9, 2
Número de oxidação	+2, +3
Eletronegatividade	1,20
Energia de ionização	592 kJ.mol <sup>-1</sup>
Afinidade eletrônica	< 50 kJ.mol <sup>-1</sup>
Raio atômico	180 pm
Raio iônico	97 pm (+3)
Entalpia de fusão	15,5 kJ.mol <sup>-1</sup>
Entalpia de vaporização	311,7 kJ.mol <sup>-1</sup>
Ponto de fusão	1313 °C
Ponto de ebulição	3273 °C
Densidade (25 °C)	7900 kg/m <sup>3</sup>
Volume atômico	19,91 cm <sup>3</sup> /mol
Estrutura cristalina	Hexagonal de empacotamento compacto - hcp (a temperatura ambiente)
	Cúbico corpo centrado - ccc (T > 1235° C)
Cor	Prateado com brilho metálico

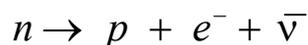
## II. 4 – O nêutron

### II. 4.1 – A descoberta do nêutron

A hipótese de que o próton não seria a única partícula presente no núcleo atômico surgiu das diferenças encontradas entre o peso atômico e a carga nuclear dos elementos químicos. Niels Bohr e Ernest Rutherford propõem à existência de uma

nova partícula no núcleo atômico cuja massa fosse muito próxima à massa do próton e cuja carga elétrica fosse nula [11].

Cabe observar aqui, que o nêutron só se mantém estável quando confinado no núcleo atômico. Como partícula livre, ele apresenta um tempo de vida de 12,8 minutos, decaindo, posteriormente, em um próton, com emissão de um elétron e um anti-neutrino. A equação do decaimento é:



Em meados da década de 20, o Laboratório Cavendish, na Inglaterra, iniciou uma verdadeira “caçada” ao nêutron presente no núcleo. Os resultados iniciais dessa busca não foram propícios e a pesquisa foi suspensa.

Em 1930, Walther Bothe observa a presença de uma radiação desconhecida e altamente penetrante, ao bombardear um alvo de berílio com partículas alfas.

A reação nuclear é:



O Laboratório Cavendish retornou a pesquisa em busca do nêutron, sob a dedicação do físico James Chadwick, que, em 1932, estudando a radiação observada por Bothe, provou que ela consistia na verdade um fluxo de partículas de massa muito próxima à do próton, sendo eletricamente neutra. A essa partícula foi cunhado o nome “nêutron”. [11]. Em 1934, Enrico Fermi foi o primeiro físico a usar nêutrons como projéteis nucleares. A tabela II.4 mostra algumas características do nêutron.

Tabela II. 4 – Características do nêutron [2].

Parâmetro	Valor	Observação
Massa	1,008664904(14) u.m.a.	-
Carga	$< 1,5 \times 10^{-20} e$	1) se existir carga líquida 2) $e \equiv$ carga do elétron
Spin	$\frac{1}{2}$	-
Momento magnético	$- 1,913 \mu_N$	$\mu_N \equiv$ magneton nuclear

## II. 4. 2 – Fontes de nêutrons

As principais fontes de nêutrons são as reações nucleares. Outras fontes são os reatores nucleares, os aceleradores de partículas e as fontes isotópicas, que serão mais detalhadas na seção II.5.1. Existe também as fontes fotoneutrônicas, que produzem nêutrons através de reações do tipo  $X(\gamma, n)Y$ , como, por exemplo, as reações  $\text{Be}^9(\gamma, n)\text{Be}^8$  e  $\text{H}^2(\gamma, n)\text{H}^1$ . As vantagens associadas a utilização das fontes fotoneutrônicas é a independência no uso de substâncias radioativas naturais e o fato delas produzirem feixes monoenergéticos. Entretanto, as fontes fotoneutrônicas não são apropriadas para Neutronografia com nêutrons térmicos.

## II. 4. 3 – Interação dos nêutrons com a matéria

A ausência de carga elétrica possibilita ao nêutron ignorar os campos eletrostáticos produzidos pela eletrosfera e pelo núcleo atômico e interagir, diretamente, com os núcleons dos núcleos, mediante forças nucleares, ou magnéticas, uma vez que o seu momento magnético é não-nulo. O mecanismo de interação e a conseqüente atenuação dessas partículas dependem de sua energia e da estrutura do núcleo em questão. Os dois principais mecanismos de interação do nêutron com a matéria são o espalhamento e a absorção [2].

1º) Espalhamento Elástico ( $n,n$ ) – neste processo, o núcleo com o qual o nêutron interagiu não tem sua estrutura alterada, ocorrendo apenas uma simples transferência de energia cinética e de momento linear. Um outro nêutron reaparece e o núcleo mantém o seu estado fundamental. Essa interação é análoga a uma colisão elástica entre duas esferas rígidas, conforme representa a figura II.2.

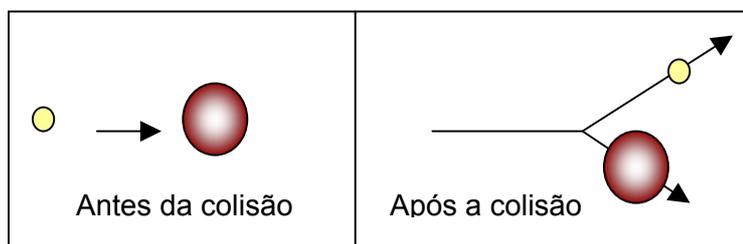


Figura II. 2 – Representação esquemática do espalhamento elástico decorrente da interação entre um nêutron incidente e um núcleo atômico.

2º) Absorção – neste processo, o núcleo captura o nêutron e sofre alteração. Não há conservação da energia cinética, sendo uma fração dela responsável pelo estado excitado do núcleo formado, denominado núcleo composto, que, ao retornar ao seu estado fundamental, proporciona a ocorrência de vários fenômenos, sendo os principais:

- a) Espalhamento inelástico  $(n,n')$ ,  $(n,n'\gamma)$ , – o núcleo composto emite um outro nêutron e retorna ao seu estado fundamental, geralmente emitindo raios gama conforme representa a figura II.3. Para que esse mecanismo ocorra é necessário que o nêutron incidente possua uma energia cinética superior a um limiar, cujo valor depende do núcleo com o qual o nêutron irá interagir.

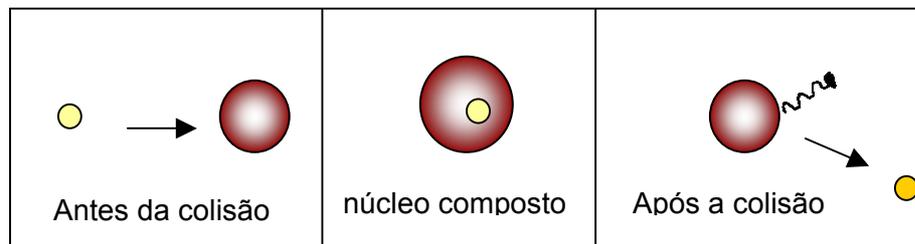


Figura II. 3 – Representação esquemática do espalhamento inelástico decorrente da interação entre um nêutron incidente e um núcleo atômico.

- b) Captura radioativa – o núcleo composto atinge a estabilidade, emitindo um ou mais fótons ou partículas. Reações do tipo  $(n,p)$ ,  $(n,2n)$ ,  $(n,\alpha)$  ou  $(n,\gamma)$  podem ocorrer;
- c) Fissão nuclear – o núcleo composto de um átomo pesado fragmenta-se em dois ou três núcleos mais leves, emitindo em geral dois ou três novos nêutrons, com energia média de 2 MeV.

A probabilidade de ocorrência de uma reação nuclear é medida pelas suas seções de choque. O conceito de seção de choque microscópica (símbolo  $\sigma$ ) é fundamental, podendo-se entendê-la, classicamente, como a medida da fração da área do núcleo atômico disponibilizado para ser atingido por uma partícula incidente e possibilitar que a reação nuclear ocorra.

Como o raio de um núcleo atômico é da ordem de  $10^{-13}$  cm, a área de sua seção transversal geométrica é da ordem de  $10^{-24}$  cm<sup>2</sup>. A seção transversal com tal medida é denominada *barn* (símbolo b), no qual 1 barn corresponde a  $10^{-24}$  cm<sup>2</sup>.

A probabilidade de interação nêutron-núcleo é extremamente pequena, entretanto, quando ela ocorre o nêutron pode ser espalhado ou absorvido. Usualmente, distingue-se a seção de choque microscópica de espalhamento ( $\sigma_s$ ) da seção de choque de absorção ( $\sigma_a$ ), sendo a seção de choque microscópica total a soma das duas parcelas, isto é:

$$\sigma_t = \sigma_s + \sigma_a \quad (1)$$

A seção de choque microscópica de absorção ( $\sigma_a$ ) é a soma das parcelas da seção de choque microscópica inelástica ( $\sigma_{in}$ ), seção de choque microscópica de captura radioativa ( $\sigma_{cr}$ ), seção de choque microscópica de fissão ( $\sigma_f$ ).

$$\sigma_a = \sigma_{in} + \sigma_{cr} + \sigma_f \quad (2)$$

Os processos interativos competem entre si. Assim, a fração de colisões que resulta numa reação particular dependerá da seção de choque relativa para a reação envolvida. No entanto, para certas energias, algumas das interações não ocorrem ou são desprezíveis, não colaborando para a seção de choque total [12].

O produto da seção de choque microscópica,  $\sigma$ , pelo número de núcleos atômicos idênticos contidos em um volume de  $1\text{cm}^3$  de um material,  $\mathbf{N}$ , é denominada seção de choque macroscópica,  $\Sigma$

$$\Sigma = \sigma N \quad (3)$$

Analogamente, à seção de choque microscópica total, a seção de choque macroscópica total será dada por:

$$\Sigma_t = \Sigma_s + \Sigma_a \quad (4)$$

Fisicamente, interpreta-se  $\Sigma_t$  como a probabilidade, por unidade de caminho percorrido, de que algum tipo de interação ocorra, quando um nêutron, com velocidade  $v$ , interage com o material.

#### II. 4. 4 – Energia dos Nêutrons

A energia do nêutron é um fator preponderante no processo de interação dos nêutrons com a matéria, uma vez que, a probabilidade de ocorrer um certo tipo de interação, depende dela. Nêutrons lentos (de baixa energia) interagem com a matéria, principalmente, por espalhamento elástico. Como a energia cinética desses nêutrons é muito pequena, pouca energia é transferida ao núcleo do material em questão. Para nêutrons rápidos com energia suficientemente alta, espalhamento inelástico com o núcleo do material pode ocorrer [10]. Como essas interações apresentam caráter muito específico, os nêutrons foram classificados de acordo com a sua energia, como mostra a tabela II. 5.

Tabela II. 5 – Classificação dos nêutrons quanto à energia [13].

Classe	Energia (eV)	Subclasse	Energia (eV)	Observação
Lentos	$0 < E < 10^3$	frios	$0 < E < 2 \times 10^{-3}$	Pode atingir a rede cristalina dos materiais
		térmicos	$E \approx 0,025$	Distribuição maxwelliana.
		epitérmicos	$0,1 < E < 10^3$	Ocorre muito espalhamento. Fase de ressonância.
Intermediários	$10^2 < E < 5 \times 10^5$			
Rápidos	$10^5 < E < 5 \times 10^7$			
Muito rápidos	$10^7 < E < 2 \times 10^7$			
Relativístico	$E > 10^7$			

#### II. 4. 5 - Atenuação dos nêutrons

Um feixe de nêutrons pode ser atenuado, por mecanismos de absorção ou de espalhamento, cujo efeito resultante é caracterizado pela seção de choque total. O valor da seção de choque depende da energia do nêutron incidente e da estrutura nuclear do núcleo alvo. Para muitos núcleos, a seção de choque de absorção é inversamente proporcional a velocidade  $v$  do nêutron (lei  $1/v$ ), para baixas energias. Em cer-

tos valores de energias, aparecem picos de absorção, causados por ressonâncias que ocorrem quando a energia do nêutron incidente é igual a um nível particular de energia do núcleo-alvo.

Observa-se experimentalmente, para feixes estreitos e bem colimados, que a intensidade  $I_0$  de nêutrons incidentes com energia  $E$ , ao penetrar num meio com espessura  $t$ , decai exponencialmente [10] para  $I(t)$ , intensidade de nêutrons transmitidos pelo material, conforme mostra a figura II.4, segundo a relação:

$$\frac{I(t)}{I_0} = e^{-\Sigma_{total} t} \quad (5)$$

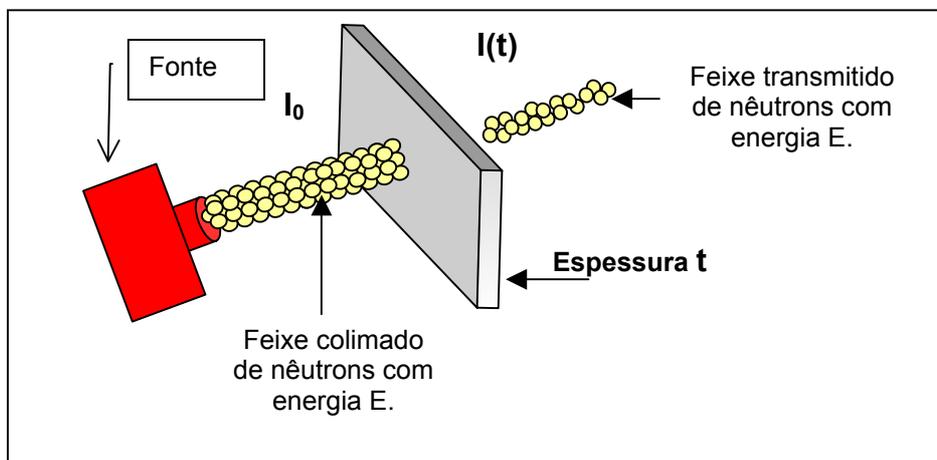


Figura II. 4 – Feixe de nêutrons penetrando um material de espessura  $t$ .  $I_0$  é a intensidade do feixe incidente e  $I(t)$  a intensidade do feixe transmitido.

Pode-se medir a probabilidade de atenuação dos raios-X e dos nêutrons térmicos, quando essas radiações interagem com a matéria, pelos coeficientes de atenuação em massa correspondentes, expressos em  $\text{cm}^2/\text{g}$ . Os nêutrons podem ser atenuados por materiais leves, penetrar materiais pesados, além de distinguir isótopos de um mesmo elemento, enquanto a atenuação dos raios-X aumenta continuamente com o número atômico do material, conforme ilustra a figura II.5. A relação de atenuação de nêutrons em termos do conceito de fluxo de nêutrons pode ser encontrada encontrado em vários livros sobre Física Nuclear, dentre os quais as referências [14 e 15].

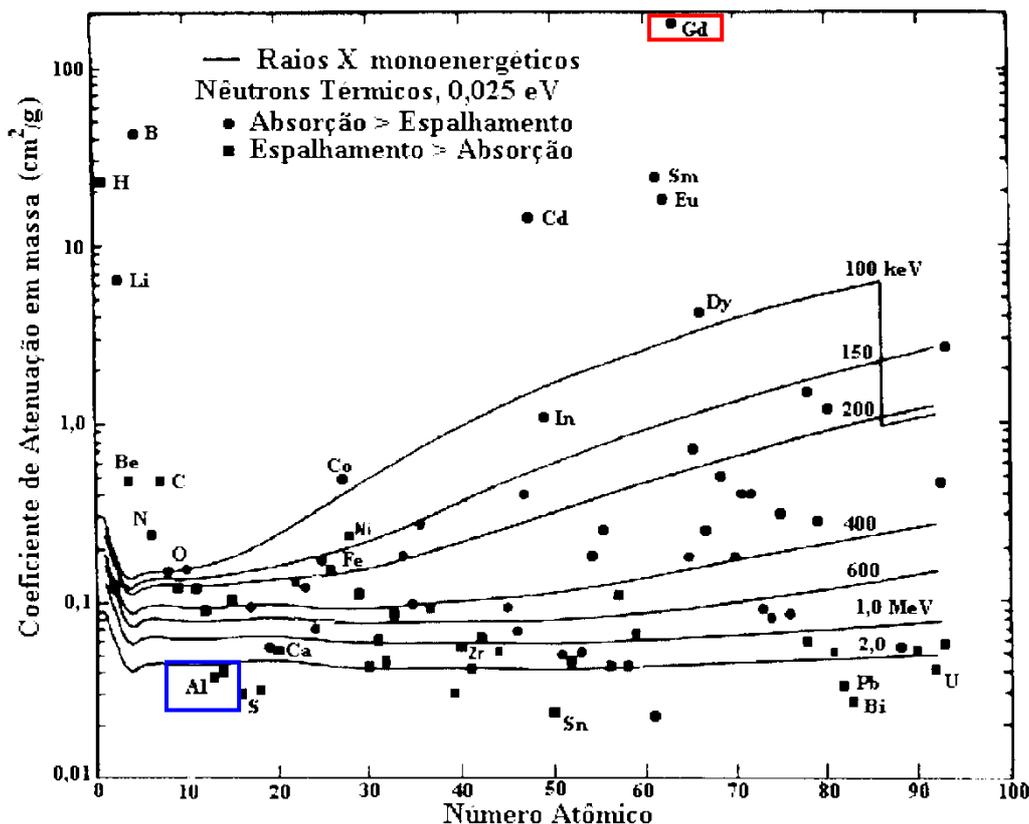


Figura II. 5 – Coeficiente de atenuação de massa de alguns elementos para nêutrons térmicos e raios-X [1].

#### II. 4. 6 – Nêutrons Moderados e Nêutrons Térmicos

Nêutrons rápidos podem perder quantidades apreciáveis de energia cinética por difusão, ocasionada por colisões de espalhamento elástico e inelástico, resultando em nêutrons de menor energia, chamados nêutrons moderados. A quantidade de energia perdida pelo nêutron por colisão é função da massa do núcleo que constitui o meio e do ângulo de espalhamento. A substância que apresenta a propriedade de retardar nêutrons é denominada moderador. Nêutrons que atingem velocidades próximas àquelas do movimento térmico dos átomos ou moléculas do material moderador com quem interagiram são chamados nêutrons térmicos [14]. Os moderadores de nêutrons devem ter como característica fundamental a capacidade de reduzir a energia dos nêutrons, evitando absorvê-los, ou seja, apresentar uma baixa seção de choque macroscópica de absorção, assim como, alta seção de choque macroscópica de espalhamento, característica dos elementos com baixo número atômico. Como a cada interação do nêutron com o moderador, existe a probabilidade de que ele seja absorvido, quanto menor for o número de colisões necessárias para torná-los térmicos, melhor o moderador. Isso significa, que a perda de energia por colisão deve ser a maior possí-

vel. A água pesada, a água leve, a parafina e a grafita, são exemplos de bons moderadores [1].

## II. 5 – Neutronografia

A História da Neutronografia se inicia em 1935, com os alemães *Kallman* e *Khun*, que utilizando nêutrons provenientes de um acelerador, obtiveram as primeiras imagens neutrográficas. A qualidade das imagens obtidas não resultou boa, pois o feixe neutrônico utilizado era fraco e mal definido, e, conseqüentemente, exigia horas de exposição. Na mesma época *Peter*, também alemão, produziu neutrografias de melhor qualidade, com poucos minutos de exposição, utilizando aceleradores mais potente [1].

Com o desenvolvimento dos reatores nucleares, a intensidade dos fluxos neutrônicos de interesse aumentaram em muitas ordens de grandeza, sendo atribuído a *Thewlis* e *Derbyshire* a primeira utilização de um feixe de nêutrons proveniente de um reator, para produzir uma Neutronografia. Entretanto, somente a partir de 1960, surgiu, efetivamente, um feixe apropriado de nêutrons. Ele resultou do desenvolvimento de um extenso programa mundial para a construção de reatores de pesquisa com alto fluxo neutrônico, propiciando a construção de novas unidades neutrográficas em todo mundo. Em 1962, foi desenvolvido, no *Argonne Nacional Laboratory* (ANL), um método para inspeção não destrutiva de elementos combustíveis irradiados de reatores nucleares; em 1963, *Berger* determinou, experimentalmente a capacidade de diversos métodos de formação de *imagens* neutrográficas. Em 1970, tanto nos Estados Unidos, como em alguns países europeus, a maioria dos Centros de pesquisa em reatores possuía unidades e indivíduos capacitados para realizar e interpretar Neutronografias. Para facilitar o progresso da técnica, tornaram-se claramente necessárias uma coordenação e uma padronização. Revisões do assunto ocorreram em *Birmingham*, Inglaterra, em 1973, e em *Gaithersburg*, Estados Unidos, em 1975. Nesse mesmo ano, *Tyuyakov* e *Shtan* publicaram um trabalho sobre os princípios básicos da Neutronografia. Em 1979, deu-se a formação do Grupo de Trabalho sobre Neutronografias, com a tutela da Comissão das Comunidades Européias. Em 1981, o Grupo publicou um Manual da Radiografia de Nêutrons e, em 1984, um atlas sobre os defeitos no combustível de reatores nucleares. *Harms* e *Wyman* publicaram, em 1986, um livro sobre os fundamentos matemáticos e físicos da Neutronografia e *Domanus* [1] publicou dois: um sobre colimadores para Neutronografias Térmicas (1987) e o outro (1992) sobre os fundamentos da neutronografia.

Na década de 90 foram realizadas três Conferências Mundiais sobre Neutronografia: a quarta, nos Estados Unidos (1992); a quinta, na Alemanha (1996) e a sexta, em Osaka, no Japão (1999). Nessas conferências foram apresentados, entre outros, trabalhos relacionados às áreas de reatores e instalações nucleares, fontes de nêutrons de pequeno porte, detectores de nêutrons, métodos com filmes fotográficos, processamento de imagens, aplicações em tempo real, aplicações nucleares, aplicações industriais, aplicações biológicas e ciências médicas, aplicações aeroespaciais, tomografia, medições dimensionais e padronização.

## II. 5. 1 – Fontes de nêutrons para Neutronografia

As fontes de nêutrons mais utilizadas em Neutronografia são os reatores nucleares, os aceleradores e as fontes radioisotópicas. A intensidade da fonte e o espectro de energia dos nêutrons afetam diretamente o tempo de exposição e a eficiência de formação da imagem; as fontes estão, também, indiretamente relacionadas com a colimação do feixe, que afeta a definição da imagem. Assim, para uma determinada aplicação neutronográfica, a escolha ótima da fonte vai depender principalmente das características desejadas do feixe neutrônico. Todavia, fatores como, custo, complexidade, portabilidade, problemas de blindagens devem também ser considerados [13].

Os reatores nucleares, os aceleradores e os radioisótopos dão origem a nêutrons de alta energia (entre 2 MeV, nos reatores, e 14 MeV, nos aceleradores tipo cíclotron, porém, a Neutronografia requer nêutrons com energia de 0,03 eV até 10 eV. Para alcançar esse patamar, os nêutrons que emergem dessas fontes devem ser moderados.

Quando radioisótopos ou aceleradores de partículas são escolhidos como fontes de nêutrons térmicos para Neutronografia, deve-se fazer um estudo da moderação dos nêutrons visando-se localizar a região onde o fluxo de nêutrons térmicos, a ser colimado, é máximo. Um parâmetro muito importante nesse caso é o *fator de termalização*, definido em [1], como:

$$FT(cm^2) = \frac{\text{fluxo de nêutrons rápidos emitido pela fonte } (n.cm^{-2}s^{-1})}{\text{pico do fluxo de nêutrons térmicos no moderador } (n.cm^{-2}s^{-1})} \quad (6)$$

A tabela II.6 compara fontes utilizadas para Neutronografias com nêutrons térmicos, em função de suas características.

Tabela II. 6 – Características das fontes de nêutrons térmicos

	Fluxo Típico [n.cm <sup>-2</sup> . s <sup>-1</sup> ]	Resolução Radiográfica	Tempo de Exposição	
Reator Nuclear	10 <sup>5</sup> a 10 <sup>8</sup>	Excelente	Curto	Operação complexa e estável, investimento entre médio e alto, não portátil.
Acelerador de partículas	10 <sup>3</sup> a 10 <sup>6</sup>	Média	Médio	Operação liga-desliga, custo de investimento médio, portabilidade possível.
Radioisótopo	10 <sup>1</sup> a 10 <sup>4</sup>	Baixa a Média	Longo	Operação fácil e estável, investimento médio, portátil.

Fonte: [1]

## II. 5. 2 – Principais componentes de uma Neutronografia

Os três principais componentes envolvidos em uma neutronografia são: a) um feixe de nêutrons apropriado; b) o objeto a ser neutronografado; c) um dispositivo para registrar, prontamente ou lentamente, a informação trazida pela radiação gerada em função do fluxo neutrônico transmitido através do objeto, conforme mostra a figura II.7.

Neste trabalho o feixe neutrônico foi proveniente do canal de irradiação J-9 do reator nuclear Argonauta/IEN/CNEN. O objeto a ser neutronografado foi o indicador de resolução visual (IRV) de cádmio e o indicador de pureza do feixe (IPF) e o registrador foi composto de uma chapa com filme radiográfico acoplada a uma tela conversora nacional de gadolínio.

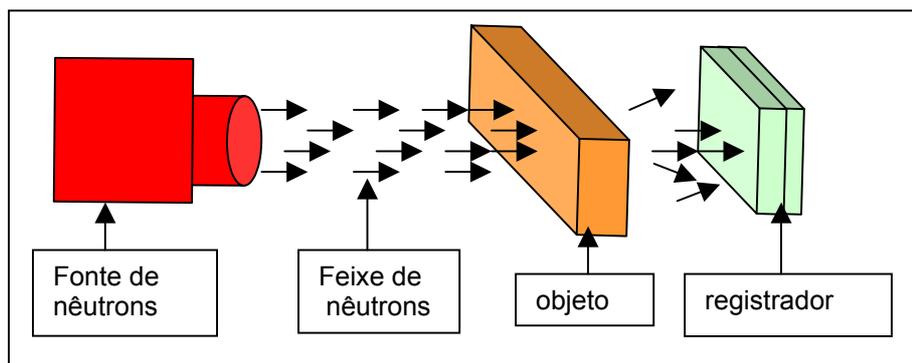


Figura II. 6 – Principais componentes de uma NR para objeto não radioativo.

### II. 5. 3 – Colimação dos feixes neutrônicos

A colimação desempenha um papel fundamental num sistema neutrongráfico, uma vez que o colimador é um dos principais responsáveis pela intensidade de nêutrons térmicos no plano da imagem e pela resolução geométrica de uma neutrongrafia. Ele tem como função extrair o feixe de nêutrons térmicos do interior do volume moderador e direcioná-lo ao objeto a ser radiografado. Nos primórdios da Neutrongrafia, os colimadores paralelos eram os dispositivos preferidos como extratores de nêutrons; atualmente, a escolha recai sobre os colimadores divergentes, pois além de permitir a obtenção de imagens radiográficas de alta resolução (DOMANUS, 1992), propicia a inspeção de uma maior área radiográfica. A figura II.7 mostra o esquema simplificado de um colimador divergente. Nela,  $\Phi_0$  é o fluxo que incide no colimador,  $\Phi$  é o fluxo que emerge do colimador e incide no objeto a ser radiografado,  $D$  é o diâmetro da abertura do colimador junto à fonte,  $D_0$  é o diâmetro da abertura do colimador junto ao plano da imagem,  $L$  é o comprimento do colimador e  $\Theta$  é a divergência angular do feixe, dada por:

$$\Theta = \arctan\left(\frac{D_0}{2L}\right) \quad (7)$$

Deve-se observar que a base do colimador (diâmetro menor) deve ser posicionada na região do fluxo máximo de nêutrons térmicos.

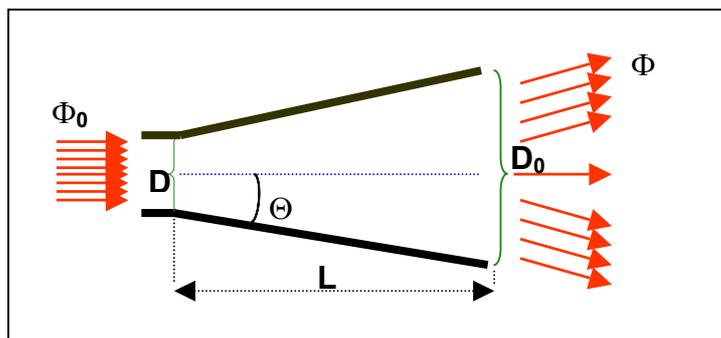


Figura II. 7 – Colimador divergente

O material que reveste as paredes laterais internas do colimador deve ter a propriedade de reduzir a um nível mínimo aceitável a contribuição de nêutrons que penetrem pelas paredes laterais do colimador ou que dali sejam espalhadas para o plano da imagem. A escolha do material de revestimento é muito importante, e, obvi-

amente, ele deve possuir uma alta seção de choque de absorção térmica. Destaca-se nesse sentido: Boro, cádmio, disprósio, európio, gadolínio e índio [1]. A escolha desse material depende, sobretudo do espectro de energia do feixe de nêutrons resultante, uma vez que as propriedades de absorção desses elementos são dependentes das energias dos nêutrons. A eficiência do material absorvedor varia com esse espectro. A escolha também deve ser feita objetivando minimizar os raios gamas secundários e a emissão de partículas alfa pelo material do revestimento que contaminam o feixe de nêutrons e levam a uma imagem ruidosa.

A seção de choque microscópica total para vários materiais conversores em função da energia dos nêutrons e a razão das seções de choque microscópica de absorção e espalhamento para nêutrons térmicos ( $\sigma_a/\sigma_s$ ) é apresentada no gráfico abaixo (figura II.8).

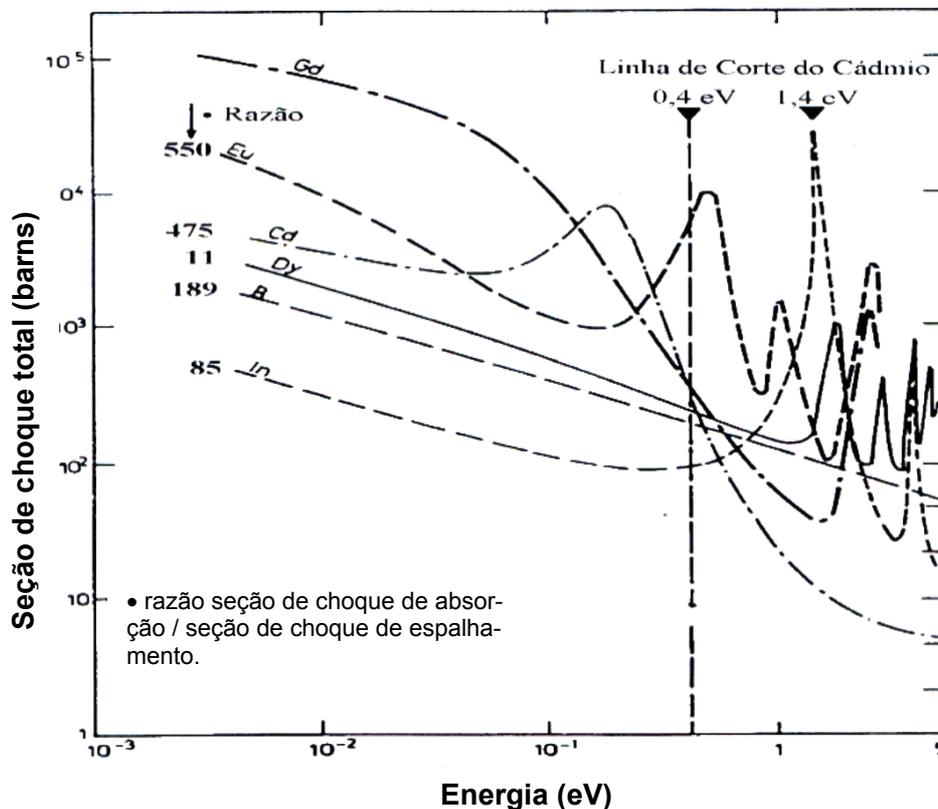


Figura II. 8 – Seção de choque microscópica total em função da energia para vários materiais conversores utilizados em neutrongrafia [1]

Pode-se observar que quando há um predomínio de nêutrons térmicos no feixe de nêutrons, à esquerda da linha de corte do cádmio ( $E < 0,4$  eV), o európio, o gadolínio e o cádmio aparecem como os materiais mais eficientes, por possuírem alta razão

$\sigma_a / \sigma_s$ , cujos valores se encontram indicados na figura II.8. Isto implica numa alta probabilidade de um nêutron ser absorvido no material de revestimento ao invés de ser espalhado em direção ao feixe. Para feixes de nêutrons com energia superior a 0,4 eV, o elemento mais eficiente é o índio.

#### II. 5. 4 – Razão de Colimação

Um colimador divergente pode ter a forma de um tronco de pirâmide com bases quadradas ou retangulares ou de um tronco de cone. Porém, do ponto de vista geométrico, seja qual for a forma do colimador a razão  $L/D$ , chamado razão de colimação, é o parâmetro que melhor descreve as características do colimador. Segundo Domanus [1], o fluxo de nêutrons emergentes  $\Phi$ , figura II.7, pode ser estimado por uma relação aproximada como se segue:

$$\Phi = \frac{\Phi_0 A}{4\pi L^2} \quad (8)$$

onde:

$\Phi_0$ , é o fluxo de nêutrons na base de entrada do colimador (isotrópico);

$A$ , é a área da base ou de abertura do colimador junto à fonte;

$L$ , é a distancia da base de entrada do colimador ao plano de imagem.

Considerando-se um colimador de abertura circular, a área da base junto a fonte é dada por  $A = \pi D^2/4$  e a equação (II.8) torna-se:

$$\Phi = \frac{\Phi_0}{16} \left( \frac{D}{L} \right)^2 \quad (9)$$

e a razão entre o fluxo de entrada e saída do colimador é dada por:

$$\frac{\Phi_0}{\Phi} = 16 \left( \frac{L}{D} \right)^2 \quad (10)$$

Como a razão  $L/D$  é maior que um, o fluxo de saída é menor que o de entrada. Este fato indica que ocorre uma perda significativa de nêutrons devido à colimação, pois a intensidade do feixe no plano de imagem decresce à medida que  $L$  cresce (lei

$1/L^2$ ). Logo, minimizar a razão  $L/D$  significa minimizar também o tempo de exposição, e para isso, é essencial que o fluxo de nêutrons que chega ao objeto seja o mais alto possível. Obviamente, o melhor caminho para se obter a razão  $L/D$  e o tempo de exposição, minimizados, é reduzindo o comprimento do colimador. Por outro lado, o efeito de penumbra sobre a resolução espacial da imagem, usualmente conhecido como indefinição geométrica (unsharpness geometric), também depende da razão de colimação  $L/D$ , como pode ser visto na figura II.9 e demonstra a necessidade de se maximizar a razão  $L/D$ .

A indefinição geométrica é o “borrão” que envolve a imagem real do objeto a ser inspecionado. Ela ocasiona uma perda significativa na nitidez (definição) da imagem. O tamanho da região de penumbra geométrica ( $U_g$ ) é dado por [16]:

$$U_g = \frac{D}{L_s} L_f \quad (11)$$

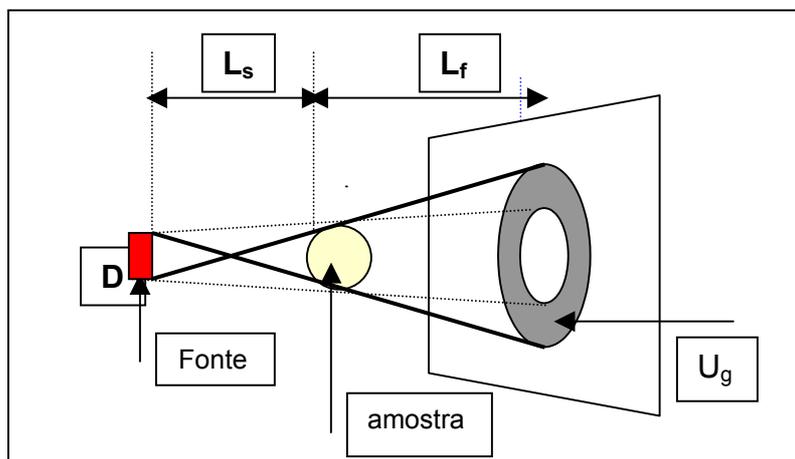


Figura II. 9 – Efeito da penumbra devido a divergência do feixe e a disposição fonte-objeto-detector.

Sempre que possível, a amostra é posicionada sobre o cassete radiográfico e, neste caso  $L_f \ll L_s$  e  $L_s = L$ , e a relação anterior torna-se:

$$U_g = \frac{D}{L} L_f \quad (12)$$

## II. 5. 5 – Conversores de nêutrons e técnicas de exposição

Conversores de nêutrons são materiais com alta seção de choque de absorção para nêutrons, colocados entre o objeto a ser radiografado e o registrador de imagem com o objetivo de absorver eficientemente nêutrons incidentes, e, em seguida, emitir uma radiação ionizante secundária, tais como partículas carregadas ou fótons, capazes de sensibilizar um material registrador. Existem dois tipos de materiais conversores:

1. Pronta emissão – possuem pequena probabilidade de se tornarem radioativos e a radiação secundária é emitida imediatamente após a absorção dos nêutrons. Estão incluídos nessa categoria os elementos lítio, o boro, o cádmio e o gadolínio. Em Neutronografias com nêutrons térmicos, o conversor metálico de gadolínio é o mais usado.
2. Potencialmente radioativos – tornam-se radioativos ao serem irradiados e permanecem ativos, após a irradiação. Desse grupo, os elementos mais usados, devido ao alto potencial de ativação são o Dy, Rh, In e Au.

O mecanismo pela qual uma tela conversora transforma os nêutrons em um tipo de radiação capaz de sensibilizar o filme baseia-se na produção de reações nucleares, cujas características de decaimento, associam-se a dois métodos radiográficos distintos, chamados método direto e método indireto [2].

Com os conversores de pronta emissão o método de exposição usado para formar a imagem latente no filme radiográfico é o direto, ilustrado na figura II. 8, que consiste em expor o filme, o conversor e o objeto, simultaneamente, ao feixe neutrônico, possibilitando que o filme registre imediatamente a pronta emissão do conversor. A radiação secundária ( $\beta$  ou  $\gamma$ ), resultante da interação do nêutron com o conversor, atua sobre o filme provocando sua exposição. Tanto a radiação gama sempre presente no feixe de nêutrons como aquela originada da interação dos nêutrons com materiais existentes nas proximidades, interferem na qualidade da imagem podendo tornar o método direto desvantajoso, se a razão entre as intensidades do feixe de nêutrons e de radiação gama, conhecida como a razão  $n/\gamma$ , não for maximizada. A intensidade da radiação gama pode ser reduzida, utilizando-se filtros adequados que não atenuem o feixe de nêutrons.

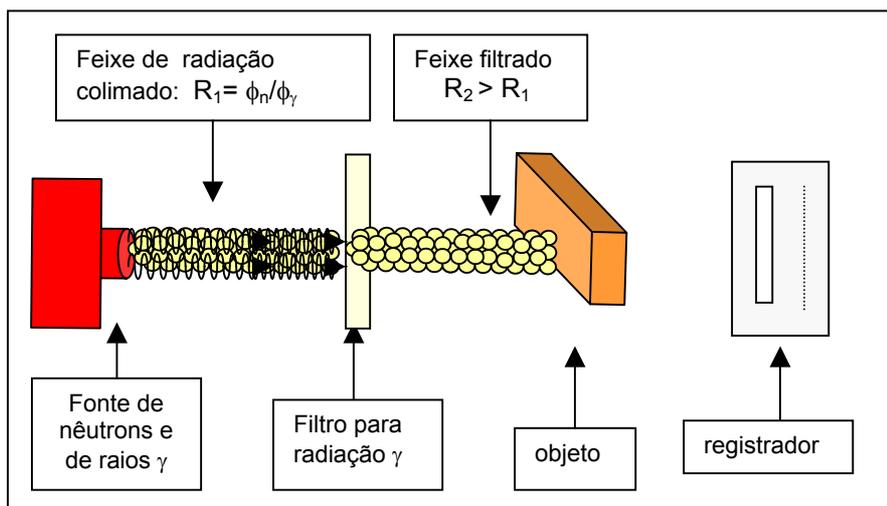


Figura II. 10 – Representação esquemática do método direto de exposição com filme radiográfico.

Nos conversores de gadolínio, o processo físico que resulta na emissão da radiação ionizante é descrito como se segue: o nêutron ao ser capturado por um núcleo de gadolínio [ $^{155}\text{Gd}$ ] (ou [ $^{157}\text{Gd}$ ]) forma um núcleo composto [ $^{156}\text{Gd}$ ]\* (ou [ $^{158}\text{Gd}$ ]\*). Para se tornarem estáveis, esses núcleos convertem<sup>4</sup> suas energias de excitação nuclear em energias cinéticas através das interações eletromagnéticas diretas entre os elétrons e os nucleons. Alguns desses elétrons, denominados elétrons de conversão interna (EC), podem adquirir energia suficiente e deixar o átomo. Os elétrons da camada K são os que possuem maior probabilidade de conversão [17]. No gadolínio 156 (ou 157), os EC possuem energias entre 40 a 180 keV, com um pico dominante em 70 keV e são os principais responsáveis pela exposição do filme radiográfico (figura II.11). A equação da reação nuclear do  $^{155}\text{Gd}$  com o nêutron é dada abaixo:



O pequeno alcance dos elétrons de conversão interna na folha de gadolínio, cerca de 15  $\mu\text{m}$ , em função de sua energia máxima, limita a espessura efetiva da folha a ser utilizada em 25  $\mu\text{m}$  [2]. Ainda por conta do pequeno alcance desses elétrons, o arranjo tela conversora de gadolínio-filme radiográfico deve ser montado, relativamente ao feixe neutrônico, com o filme na frente do conversor, ambos em contato íntimo.

<sup>4</sup> A energia dos nêutrons incidente é menor que a energia necessária para que o núcleo composto emita algum núcleon ou partícula.

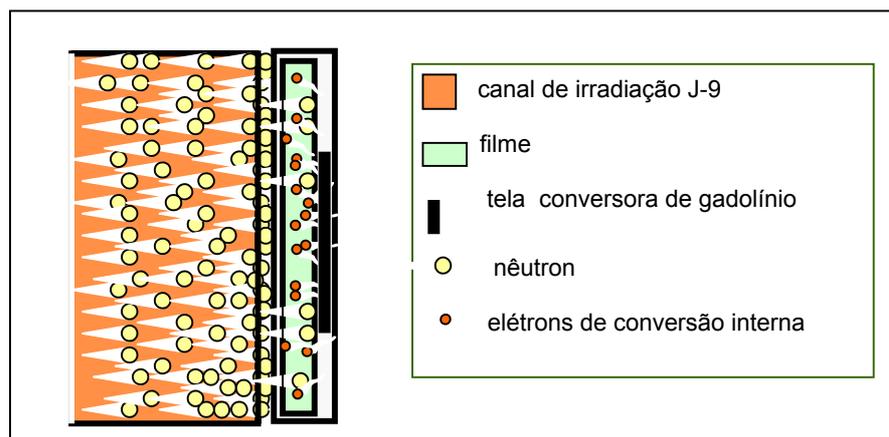


Figura II. 11 – Esquema da irradiação no canal J-9 pelo método direto e a conversão do nêutron incidente em elétron de conversão interna.

Utilizando-se o método de exposição direto com uma tela de conversão de gadolínio e um filme radiográfico conveniente, pode-se obter uma neutrongrafia de boa resolução espacial. Para se acelerar o processo de obtenção de uma neutrongrafia pode-se empregar duas folhas conversoras, com o filme radiográfico colocado entre elas. Quando somente uma folha conversora é necessária, pode-se usar dois arranjos: conversor-filme ou filme-conversor, em relação ao feixe neutrônico. O arranjo conveniente vai depender dos materiais utilizados como folha conversora, da espessura dela, da resolução que se queira obter, da velocidade de obtenção da imagem e de outros fatores.

Com materiais conversores potencialmente ativos o método de exposição empregado é o indireto, também chamado de método de exposição por transferência. Nesse caso, primeiramente, o objeto e o conversor são expostos ao feixe neutrônico. Após ser irradiado, o conversor é posto em contato íntimo com o filme que sofre exposição devido à radiação proveniente do decaimento do conversor. Nesse método, a imagem produzida pela ativação neutrônica é formada na folha conversora e é transferida, logo em seguida, numa câmara escura para um filme radiográfico, dentro de um chassi. O tempo necessário para o contato íntimo conversor-filme vai depender da meia vida do conversor, não ultrapassando três meias-vidas.

Devido o grande valor da seção de choque do gadolínio a grande maioria das reações nucleares ocorrerão próximo à superfície de incidência, e, portanto, o alcance dos elétrons de conversão interna gerados, formadores da imagem latente, é importante na escolha da disposição do filme com o conversor. Se o alcance do elétron de conversão interna for menor que a espessura da folha conversora deve-se optar pela disposição filme-conversor [2].

A tabela II. 7 apresenta as características dos conversores de gadolínio 155 e 157 usados no método direto para realização de uma NR.

Tabela II. 7 – Características dos conversores de gadolínio 155 e 157.

Itens	$^{155}\text{Gd}$	$^{157}\text{Gd}$
Abundância isotópica (%)	14,7	15,7
Reação	$^{155}\text{Gd}(n,\gamma)^{156}\text{Gd}$	$^{157}\text{Gd}(n,\gamma)^{158}\text{Gd}$
$\sigma_{\text{absorção}}$ (barns)	61.000	240.000
Partícula ionizante	$e^-$	$e^-$

## II. 6 – Filme Radiográfico

Um componente muito usado para registrar imagens é o filme radiográfico. Ele é composto basicamente por cinco camadas: Base ou suporte, feita de triacetato de celulose ou polímero; emulsão, que é uma fina camada de gelatina constituída de pequeníssimos (0,1 a 3  $\mu\text{m}$ ) cristais de sal de prata; uma camada com substância agregante que tem por função otimizar a adesão da emulsão à base do filme; uma película gelatinosa para proteção contra marcas provocadas por ações mecânicas e, finalmente, uma proteção para prevenir ondulações [1]. A figura II.12 mostra a disposição dessas camadas. A emulsão e as demais camadas na mesma seqüência são colocadas nos dois lados da base do filme.

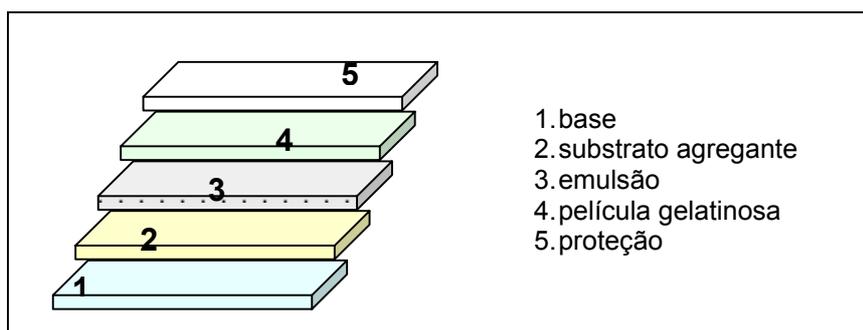


Figura II.12 – Disposição das camadas na montagem de um filme radiográfico de emulsão simples.

## II. 6. 1 – Formação da imagem no filme exposto à radiação

Sempre que um filme é exposto a radiação ocorre à absorção de energia pelos grãos do sal de prata, que, conseqüentemente, sofrem uma mudança física complexa. Essa energia absorvida pelos grãos produz a quebra da ligação iônica do sal de prata, dando origem a cátions de prata ( $\text{Ag}^+$ ), chamados de centros de revelação. O conjunto desses grãos, que contém os cátions, forma a imagem latente. Quando o filme é revelado, os cátions  $\text{Ag}^+$  presentes nos grãos atingidos pela radiação são reduzidos a prata metálica ( $\text{Ag}^0$ ), que dá origem ao escurecimento de partes do filme. Após a revelação, a imagem é fixada, por remoção química dos grãos de sal que não contém íons de prata. Como os grãos de prata precipitada são muito opacos a luz visível, uma imagem em tons de cinza é obtida [13].

## II. 6. 2 – Definição de alguns parâmetros relevantes:

### 1 – Granulação

Chama-se granulação à impressão criada pelo agrupamento das pequeninas partículas de sais de prata que formam massas relativamente grandes visíveis pelo olho humano ou com ajuda de equipamentos óticos. Como a constituição dos filmes dependem da distribuição dessas partículas (grãos), o efeito de granulação pode ser entendido como um parâmetro característico de cada filme. Como a sensibilidade de um filme depende do tamanho dos grãos da emulsão, eles podem ser classificados, como rápidos e lentos. Os filmes rápidos possuem grãos de maiores dimensões e, conseqüentemente, apresentam uma maior granulação; quando se deseja observar com maior detalhe o objeto a ser radiografado, o filme lento deve ser escolhido, obviamente, porque possui menor granulação.

### 2 – Densidade Óptica

A densidade óptica é definida como uma medida do grau de enegrecimento da imagem formada no filme radiográfico, evidenciada pela presença de áreas claras e escuras (figura II.13). Ela é expressa matematicamente como o quociente entre o logaritmo da intensidade do feixe incidente e a intensidade do feixe transmitido em uma área particular do filme processado. Assim,

$$D = \log \frac{I_0}{I} \quad (13)$$

onde:

D é a densidade óptica;

$I_0$  é a intensidade do feixe de luz incidente;

I é a intensidade do feixe de luz transmitido.

Conclui-se, pela equação (13), que, quanto maior a densidade, mais enegrecido ficará o filme. Podemos observar também que a quantidade  $(I_0/I)$  é o inverso de  $(I/I_0)$ , a fração de feixe incidente transmitido pelo filme processado, ou a transmitância do filme [1].

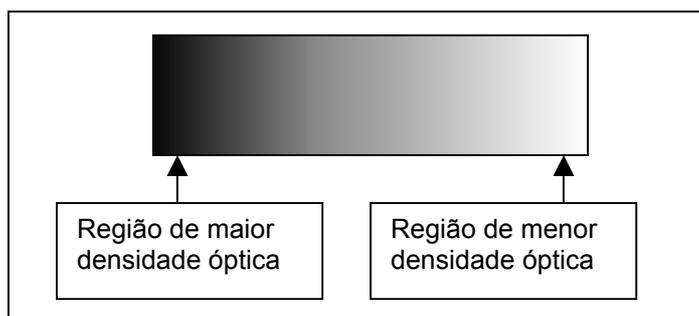


Figura II. 13 – Densidade óptica e grau de enegrecimento.

### 3 – Contraste

As variações de densidade de uma região para outra (área clara e áreas escuras) ao longo do filme são as responsáveis pela formação da imagem. A diferença na densidade entre essas regiões é denominada contraste radiográfico. Qualquer sombra ou detalhe na imagem é visível em razão do contraste entre elas e o plano de fundo das estruturas que a cerca. Dentro dos limites apropriados, quanto maior o contraste ou diferença de densidade na radiografia, mais definitivamente vários detalhes sobressairão. Outra maneira de se definir o contraste é: a capacidade do filme detectar intensidades e energias diferentes de radiação [18;19].

#### 4 – Exposição

Este parâmetro é definido como a medida da quantidade de radiação que atinge um filme e é dada pelo produto da intensidade da radiação pelo tempo que o filme fica exposto. Assim, quanto maior o tempo de exposição, maior será a quantidade de radiação que atinge o filme, e, portanto, maior a densidade que esse filme atinge [13].

$$E = I \cdot t \quad (14)$$

#### 5 – Velocidade do filme

Se dois filmes diferentes forem submetidos a uma mesma exposição, eles apresentaram diferentes densidades. Isto significa que um filme é mais veloz em atingir um determinado valor de densidade do que o outro. A velocidade é uma característica própria de cada filme. Ela determina a quantidade de radiação necessária para produzir uma certa quantidade de prata na revelação. A velocidade depende, principalmente, do tamanho dos cristais de prata presentes na emulsão. Quanto maior o tamanho dos cristais, mais rápido é o filme e menos tempo de exposição é necessário para ele registrar uma dada densidade na imagem. Esses filmes são indicados para inspeção de peças bastante espessas, pois reduz o tempo de exposição [18].

#### 7 – Curva Característica do filme de raios-X

A curva característica é o método mais comum, mais conveniente e mais instrutivo de representar a resposta de um filme a um feixe ou a um conversor de radiação. Ela é também conhecida como curva sensitométrica ou curva H x D, iniciais de *Hurter* e *Driffield* (os primeiros a usá-las em 1890) [1]. A curva característica mostra como a densidade óptica resultante do filme varia com o logaritmo da exposição **E**. Elas são construídas submetendo-se o mesmo tipo de filme a uma série de irradiações com um fluxo de nêutrons térmicos conhecido e tempo de exposição crescente, e plotando-se em seguida a densidade em função do logaritmo da exposição relativa ou a fluência do nêutron [1;16].

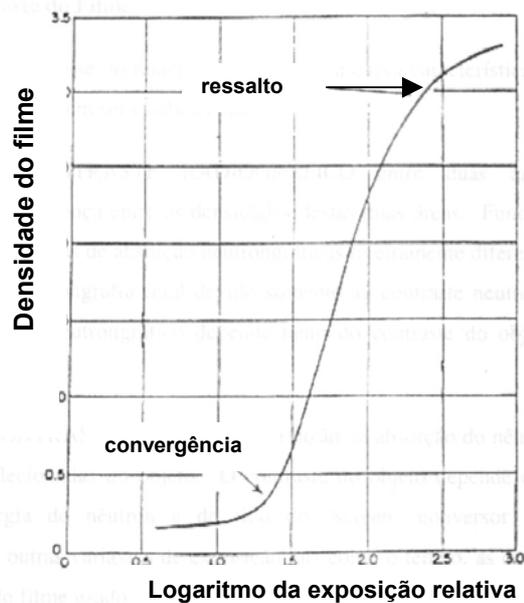


Figura II.14 – Curva característica de um típico filme de raios-X. [1]

Como mostrado pela figura II.14, inicialmente a inclinação da curva característica aumenta com o crescimento da densidade (convergência); na região mais central do gráfico a relação entre os dois parâmetros é aproximadamente linear e para valores mais altos de densidade a inclinação da curva decresce com o aumento da densidade (ressalto).

Como já visto, o contraste radiográfico entre duas áreas de uma neutrongrafia é dado pela diferença de densidade entre essas regiões. Portanto, pode-se estudar o relacionamento entre a curva característica e o contraste.

Primeiramente, se distingue dois tipos de contraste: o contraste do objeto e o contraste do filme, que conjuntamente, contribuem de forma igualitária para o contraste neutrongráfico. Numa Neutrongrafia final, duas imagens de regiões de absorção neutrongráfica ligeiramente diferentes podem ser distinguidas devido somente ao contraste neutrongráfico entre elas.

O contraste do objeto é a razão da absorção dos nêutrons através de duas regiões selecionadas do objeto. Ele depende da natureza do objeto, da energia do nêutron e do tipo de tela conversora usada, mas independe de outras variáveis de exposição tais como o tempo, as características do processamento do filme usado e outras.

O contraste do filme refere-se a inclinação da curva característica do filme. Ele depende do tipo de filme, do processamento que ele é submetido e da densidade do filme. Uma vez que o formato da curva característica independe da maioria das variáveis neutrongráficas, o contraste do filme pode ser considerado quase independente

do contraste do objeto, embora, como mencionou-se anteriormente, ambos contribuam de uma forma igualitária para o contraste neutrongráfico permitindo que uma área seja diferenciada de outra quando a neutrongrafia for visualizado por um negatoscópio (aparelho que facilita o exame de negativos e chapas radiográficas) [13].

Mudanças na inclinação da curva característica e a visibilidade dos detalhes na neutrongrafia estão intimamente relacionadas. Considere-se, por exemplo, que um objeto a ser inspecionado apresente duas espessuras ligeiramente diferentes que transmitirão exposições ligeiramente diferentes ao filme. Essas exposições terão, portanto, uma certa diferença no logaritmo relativo da exposição entre eles. A diferença das densidades correspondentes a essas duas exposições dependerá de onde caírem na curva característica, isto é, quanto mais íngreme a curva, maior será a diferença de densidade. Isto significa que um certo intervalo do logaritmo relativo à exposição no meio da curva da figura II.15 corresponderá a uma maior diferença de densidade do que o mesmo intervalo em qualquer uma das pontas.

A inclinação de uma curva em um ponto particular é dada pela inclinação de uma linha reta tangente a curva naquele ponto. Quando aplicada à curva característica de um material fotográfico ou radiográfico, a inclinação de tal linha reta é chamada gradiente do material do filme a uma densidade particular [1].

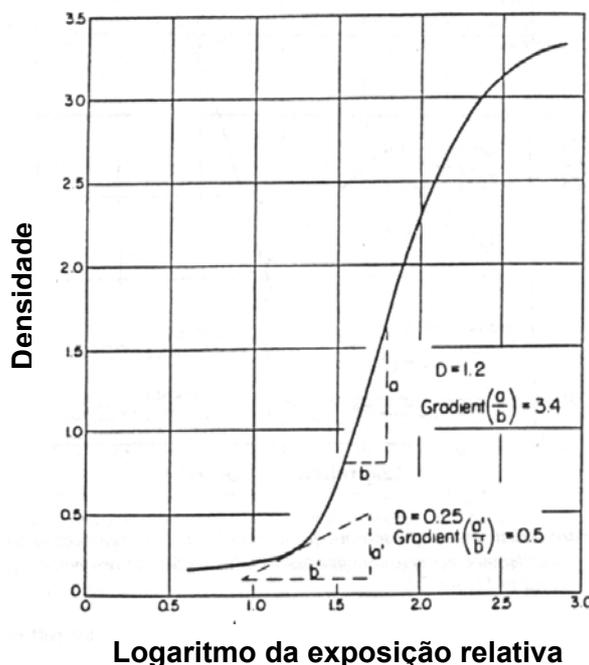


Figura II. 15 – Curva característica de um sistema tela-filme radiográfico. O gradiente foi avaliado em dois pontos da curva.[1]

Em densidades para as quais o gradiente é maior que um, o filme atua como um amplificador de contraste e naquelas em que o gradiente é menor que um, os contrastes do objeto são menos aparentes na reprodução radiográfica [1].

O contraste do filme é, também, normalmente expresso por uma outra quantidade, denominada Gama ( $\gamma$ ), definida como o coeficiente angular da parte linear da curva característica.

### II. 6. 3 – Processamento dos Filmes Radiográficos

O processo de revelação do filme radiográfico é um dos fatores de maior importância para a obtenção de neutrongrafias de boa qualidade e reprodutibilidade. A velocidade relativa (definida como a razão entre a velocidade de um filme X e um filme Y, obtidas das suas curvas características, desde que obedecidos em condições idênticas de exposição e revelação) e o contraste do filme crescem com o aumento do tempo de revelação, propiciando o deslocamento da curva da característica para a esquerda e aumentando a sua curvatura. Assim, dois filmes que possuem as mesmas velocidades ou os mesmos contrastes para um mesmo tempo de revelação, podem apresentar valores diferentes em outro tempo.

O processo básico para a obtenção da imagem, é o processo químico. Ele transforma a imagem latente invisível, formada durante a exposição do filme à radiação, em imagem visível de prata metálica, de forma que esta imagem represente, da maneira mais fiel possível, as estruturas do objeto inspecionado. O processo é composto de quatro etapas principais [13 e 18]:

- a) Revelação – é a fase na qual se dá a formação da imagem propriamente dita;
- b) Fixação – nesta fase os cristais que não foram fotoestimulados são dissolvidos e eliminados da camada de emulsão
- c) Lavagem – os subprodutos de fixação e outras substâncias solúveis indesejáveis são retirados da camada de emulsão por meio de lavagem em água corrente
- d) Secagem – finalizando o processo de revelação, o filme é submetido a secagem para a retirada da água remanescente. Ao findar todas as etapas, resta no filme apenas a imagem de prata.

Outro fator muito importante, para a qualidade da imagem neutrongráfica é a temperatura da água no tanque de lavagem. Segundo tabela fornecida pela Kodak, a temperatura no entorno de 20 graus centígrados proporciona os melhores resultados.

Altos valores de temperatura podem produzir efeitos danosos ao filme, enquanto baixos valores podem reduzir a eficiência.

## II. 7 – Resolução Espacial

A resolução da imagem pode ser entendida como o parâmetro que nos dá a qualidade da imagem. Em Neutronografia, a resolução espacial de objetos estacionários, depende principalmente de dois fatores: um geométrico e um devido ao conversor. O fator geométrico, devido à divergência do feixe de nêutrons, é o (*geometric unsharpness*) ( $U_g$ ); aquele devido a separação objeto-conversor, usualmente chamado *unsharpness* inerente ( $U_i$ ) ou *unsharpness* do filme é devido ao alcance e ao espalhamento da radiação pelo conversor. O fator devido ao conversor, conhecido *unsharpness* do conversor,  $U_d$  é devido à natureza isotrópica da radiação emitida, pois algumas partículas atingirão a emulsão do filme em um ângulo oblíquo e, portanto, sensibilizarão o filme a uma pequena distância lateral do lugar de origem no conversor. Este efeito é minimizado usando-se conversores finos.

Normalmente para o cálculo do *unsharpness* total utiliza-se a equação abaixo sugerida por Klasens, em Santos, [16].

$$U = \left( U_g^3 + U_d^3 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (15)$$

## II.8 – Indicadores de qualidade de imagem (IQI)

A avaliação da qualidade da imagem pode ser feita segundo aspectos qualitativos ou quantitativos. Para avaliar qualitativamente uma imagem obtida com feixes de raios-X ou raios-gama é recomendado o uso de Indicadores de Qualidade de Imagem (IQI) construídos com material similar ao material a ser inspecionado segundo normas técnicas estabelecidas por associações de padronização, como por exemplo, a *American Society for Testing and Material* (ASTM).

Evidentemente, na avaliação da qualidade de uma imagem neutronográfica, os IQI's também são necessários e durante vários anos, pesquisas foram efetuadas para obtê-los, pois aqueles usados em raios-X ou raios- $\gamma$  não podem, geralmente, ser usados em neutronografias. Em 1975 a ASTM E545 publicou o primeiro padrão, que foi revisado em 1981 e 1986.

A Norma ASTM E545-91 [20] propôs um método para determinação da qualidade relativa da qualidade produzida por radiografia com nêutrons térmicos pelo método direto. Segundo esta Norma, a avaliação do nível da qualidade de uma imagem neutrongrafia pode se basear tanto na análise das imagens de um indicador de resolução visual (IRV) ou penetrâmetro, em se tratando de um exame visual, assim como por indicadores de qualidade de imagem (IQI) que incluem um indicador de pureza de feixe (IPF) e Indicador de Sensibilidade (IS) [20], também chamado escalonado. O IPF determina quantitativamente a qualidade da neutrongrafia e os I.S. fornecem qualitativamente a sensibilidade do sistema em visualizar detalhes presentes na amostra. Logo, o julgamento da qualidade de uma neutrongrafia tem por base a análise das imagens desses indicadores, que devem ser posicionados no mesmo plano da peça inspecionada.

A Norma ASTM E545-91 determina que o IPF seja projetado para fornecer informações referentes ao feixe de nêutrons e parâmetros do sistema de detecção de imagem que contribuem para exposição do registrador, e desse modo, afetam a qualidade global da imagem.

Em Neutrongrafia a resolução espacial é definida como sendo o menor espaço visível entre furos de diâmetro feitos em um objeto de teste de resolução (figura II.16b).

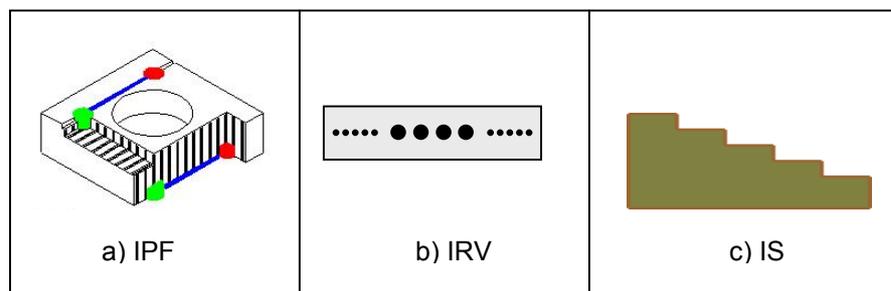


Figura II. 16. Indicador de Qualidade de Imagem (IQI): IPF, IRV e IS.

## II.9 – Função de borda difusa (Edge Spread Function ESF)

A avaliação da resolução total do sistema de imageamento pode ser realizada pelo ajuste de uma função de distribuição de níveis de cinza na região de interface entre a imagem de um material altamente absorvedor e a do feixe direto. Uma função que, geralmente, fornece um bom ajuste é a função de borda difusa “Edge Spread Function”, que é expressa por:

$$ESF = A + B \arctan(Cx - D) \quad (16)$$

onde:

A, B,C e D são parâmetros livres no ajuste, e x é a coordenada da varredura de níveis de cinza.

A resolução é dada pela largura total a meia altura (FWHM) da função ESF diferenciada, ajustada a uma distribuição de Lorentz a equação (16), onde:

$$U_T = \frac{2}{C} \quad (17)$$

Na prática, a resolução do sistema de imageamento é obtida através da imagem do penetrâmetro. Após o processamento da imagem, obtêm-se a distribuição dos níveis de cinza ao longo da região de borda entre o penetrâmetro e o feixe direto. A distribuição resultante deve ser ajustada, pelo método dos mínimos quadrados, à função ESF [21], equação 16.

## II.10 – Função de transferência de modulação (MTF)

O emprego de Indicadores de Qualidade de Imagem e Indicadores de Pureza do Feixe como instrumentos de avaliação da capacidade de imageamento de uma neutrongrafia apresenta algumas limitações, uma vez que essas informações podem ser altamente dependentes do feixe constituinte e/ ou apresentar uma natureza discreta. Um método mais adequado de medir a capacidade de resolução dos sistemas de imageamento é através da determinação da função de transferência de modulação (MTF). Esta função é definida como a razão entre o contraste registrado e o contraste ideal que deveria ser produzido em função da frequência de varredura espacial do objeto radiografado [4]. A MTF é uma reprodução gráfica da habilidade do sistema para reproduzir a frequência de varredura espacial presente na imagem e possui duas importantes características:

- 1) o julgamento do observador não interfere no resultado obtido;
- 2) em um sistema de múltiplos componente, a MTF total pode ser obtida pelo produto das MTF's dos componentes individuais, desde que eles sejam lineares e que suas MTF's possam ser determinadas independentemente.

Contrariamente a resolução, que representa uma função discreta de frequência espacial, a MTF é uma função contínua, onde são obtidas maiores quantidades de informações em relação ao desempenho e as limitações do sistema [22].

A modulação do sinal de resposta de um sistema de imageamento é um fator de fundamental importância na determinação da sua resolução espacial. Quando é possível se observar numa imagem a existência de um excelente contraste entre regiões opacas, produzidas por materiais absorvedores de radiação, e regiões transparentes devidas a materiais não-absorvedores de radiação ou o background do filme, a amplitude do sinal de resposta do sistema é pouco modulada. Em caso contrário, a frequência espacial aumenta e a amplitude do sinal resposta do sistema de detecção sofre uma maior modulação. A modulação pode ser definida, em termos de nível de cinza por:

$$\text{Modulação} = \frac{(NC)_{\text{máx}} - (NC)_{\text{médio}}}{(NC)_{\text{máximo}}} \quad (18)$$

onde, NC é o nível de cinza.

## CAPÍTULO III

### *METODOLOGIA*

Como já se mencionou na seção II. 5.4 a tela conversora é um elemento fundamental num arranjo neutrongráfico, sendo a responsável pela geração da radiação secundária ionizante que sensibiliza o filme radiográfico e possibilita a formação da imagem latente. Assim sendo, a escolha de um material para ser utilizado na fabricação de tais telas requer que ele tenha, como característica principal uma alta seção de choque de absorção para nêutrons, e nesse caso, gadolínio é o elemento que apresenta a maior seção de choque de absorção para nêutrons térmicos.

A escolha do cloreto de gadolínio como material conversor na fabricação da tela conversora se deve aos seguintes aspectos: 1) o Laboratório de Pesquisa de Processos do Ciclo de Combustível Nuclear do IEN, detêm a tecnologia de separação dos elementos químicos das Terras-Raras e produção de óxidos de gadolínio, não sendo necessário a sua importação por um alto preço (50 g por \$140,00); 2) o  $GdCl_3$  ser facilmente obtido do óxido de gadolínio; 3) não é conveniente o uso do óxido de gadolínio como material conversor, uma vez que o oxigênio é um elemento que possui uma alta seção de choque de espalhamento para nêutrons térmicos.

Na metodologia adotada para a confecção da tela conversora nacional de gadolínio foram utilizados dois processos que consistiram em: depositar o cloreto de gadolínio por evaporação física, a baixa pressão, e depositar por jateamento com pistolas a ar comprimido.

No primeiro processo, o material a ser depositado foi evaporado e o seu vapor percorreu uma certa distância em direção a um substrato, após cruzar uma região de baixa pressão, para, então, se condensar, formando um depósito. No presente caso, o material a ser depositado foi o cloreto de gadolínio e o substrato, uma folha de alumínio importada de 12,5  $\mu\text{m}$  de espessura com 99% de pureza. O cloreto de gadolínio foi fisicamente evaporado sobre a superfície fosca da folha de alumínio, resultando na formação de uma fina camada de depósito.

No segundo processo procedeu-se de forma semelhante à preparação de um filme radiográfico, executado de duas maneiras diferentes: a) na primeira, o cloreto de gadolínio (a emulsão) foi depositado diretamente sobre a folha de alumínio (a base) coberta com um material colante (agregante); em seguida, jateou-se um produto selador (protetor) para evitar que os grãos depositados se soltassem; b) na segunda, uma

mistura de cloreto de gadolínio com um agregante diluído em acetona; foi jateada sobre uma base de alumínio nacional com 10 µm de espessura e 98% de pureza (segundo especificação do fabricante), com a finalidade de reduzir o custo de fabricação, uma vez que a folha de alumínio com grau de pureza mais elevado é importada e, obviamente, mais cara; em seguida procedeu-se a aplicação do material selante.

### III. 1 – Obtenção do GdCl<sub>3</sub>, a partir do Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

#### III. 1.1 – Determinação das massas dos reagentes.

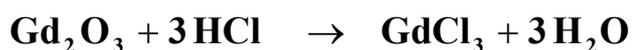
O cloreto de gadolínio (GdCl<sub>3</sub>) foi obtido do óxido de gadolínio (Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) reagindo esse óxido com ácido clorídrico (HCl) P.A. a 37%. Os produtos resultantes da reação foram o cloreto de gadolínio e água. Em seguida, a mistura foi aquecida a 150 °C para se evaporar a água. No processo, foram utilizados uma balança de precisão SARTORIUS-WERXE AG, uma chapa aquecedora CORNING, filtros e um bastão magnético para homogeneizar a reação.

A massa de Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> utilizada foi de 56,7586 g. As massas de gadolínio presente no óxido de gadolínio e a de ácido clorídrico necessárias para a reação foram determinadas por cálculos estequiométricos. O resultado foi: m<sub>Gd</sub> = 49,24g e m<sub>HCl</sub> = 34,29g.

O volume de HCl correspondente a massa de ácido clorídrico (calculado com a equação  $m = d \times V$ , onde **d** é a densidade do HCl, especificada pelo fabricante como sendo 1,19 g/ml) foi de 28,81 ml. Este volume corresponde a uma concentração de 100%. Para uma concentração a 37% o volume de HCl a ser usado na reação foi de 77,86 ml.

#### III. 1. 2 – Procedimento para produção do cloreto de gadolínio

A reação química usada para produção do cloreto de gadolínio, a partir do óxido foi a seguinte:



Um béquer contendo HCl foi colocado sobre uma chapa aquecedora. Adicionou-se metade do óxido de gadolínio e iniciou-se o aquecimento da chapa até 300° C. Em seguida colocou-se, paulatinamente, o Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> restante. O produto da reação foi o (GdCl<sub>3</sub> + 3H<sub>2</sub>O) líquido. Logo após, filtrou-se essa mistura (GdCl<sub>3</sub> + 3H<sub>2</sub>O) para retirar

resíduo de solvente que pudesse estar contaminando a amostra. Colocou-se a amostra em outro béquer maior, que foi posto à chapa aquecedora para evaporar as moléculas de H<sub>2</sub>O e possíveis resíduos de HCl. A chapa deve ser aquecida somente até a temperatura de 300°C, pois, em temperaturas mais elevadas, o cloreto de gadolínio forma óxido de gadolínio novamente. Em seguida, retirou-se o béquer com GdCl<sub>3</sub> resultante (ainda úmido) da chapa aquecedora e procedeu-se a secagem final com uma lâmpada de UV. Após a secagem, o cloreto de gadolínio obtido foi imediatamente acondicionado num frasco e colocado em um desumificador com sílica gel. Esse procedimento é necessário para se evitar o contato do GdCl<sub>3</sub> com o ar ambiente, uma vez que esse sal, além de umidificar em contato com o ar, se dilui nele.

Durante a reação observou-se a presença de contaminação por ferro, devido a cor rósea do cloreto de gadolínio, ao invés de branco. Para se verificar de qual reagente essa contaminação foi proveniente, realizou-se os seguintes testes:

- 1) Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: uma varredura com raios-X (SRX). O espectro obtido ( anexo I), não identificou a presença de Fe.
- 2) HCl: através de uma substância que revela a presença de Fe no ácido quando ocorre a cor vermelha. A intensidade da cor vermelha indica o grau de concentração de Fe no ácido clorídrico. A amostra ficou com uma tonalidade levemente rósea, indicando que essa concentração era bem inferior à 5 ppm, posto que, nesta concentração, o ácido clorídrico apresenta uma tonalidade de vermelho bem escura. Assim, a contaminação do ácido clorídrico por ferro é proveniente do processo industrial de obtenção deste ácido, mas é insignificante para o presente ensaio.

A figura III.1 mostra um protótipo da estrutura do estado sólido do cloreto de gadolínio: (*tricapped trigonal prismátic.*) [23].

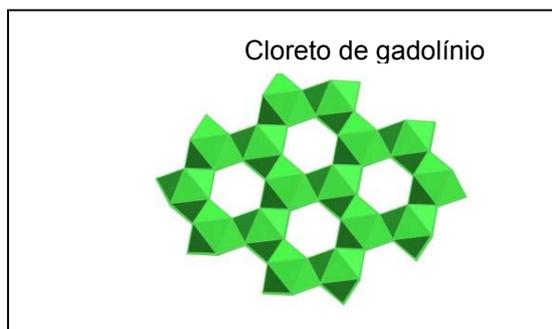


Figura III.1 – Estrutura do estado sólido do GdCl<sub>3</sub> encontrado na referencia [23].

Na tabela III.1 apresenta-se algumas propriedades do óxido de gadolínio e do cloreto de gadolínio.

Tabela III.1 – Propriedades do óxido de gadolínio e do cloreto de gadolínio.

	Cloreto de gadolínio	Óxido de gadolínio
Outras denominações	triclureto de gadolínio ou cloreto de gadolínio III	trióxido de digadolínio ou óxido de gadolínio III
Coloração	branco	branco
Aspecto	Cristalino	-
Densidade	4500 kg m <sup>-3</sup>	7100 kg m <sup>-3</sup>
Ponto de fusão	609 °C	2420 °C
Ponto de evaporação	1580 °C	-

### III. 2 – Tela conversora confeccionada por evaporação a baixa pressão.

Para confeccionar as telas conversoras usando a primeira metodologia foi utilizado o evaporador *Edward E306A*, do tipo resistivo, pertencente ao Laboratório de Colisões Atômica e Molecular (LACAM) do Instituto de Física da UFRJ, ilustrado na figura III.2.



Figura III. 2 – Evaporador Resistivo Edward E306A (LACAM/ IF/ UFRJ)

Num cadinho de molibdênio com resistividade elétrica de  $5 \times 10^{-8} \Omega \text{m}$  cujas temperaturas de fusão e evaporação do material são  $2623 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $4639 \text{ }^\circ\text{C}$ , respectivamente, foi depositado uma massa de cloreto de gadolínio. A baixa pressão na câmara de vácuo foi obtida pela ação de duas bombas: uma mecânica, que gerou um pré-vácuo, e uma difusora que gerou pressões da ordem de  $10^{-5}$  Torr. Após a estabilização da pressão, a fonte de tensão foi ligada. A corrente gerada no circuito elétrico do sistema dissipou calor por efeito Joule, aquecendo os suportes de aço e o cadinho, o que permitiu a evaporação do cloreto de gadolínio. A intensidade de corrente necessária para a evaporação da massa de cloreto de gadolínio contido no cadinho, na primeira evaporação foi de  $(60 \pm 2)$  A. Essas correntes variaram entre 58 e 70 A, nas demais evaporações.

### III. 2.1 – Montagem e Procedimento Experimental

O cadinho e a folha de alumínio foram posicionados nos suportes de aço do evaporador, mantendo-se uma distância de 2 a 3 cm entre eles. Em seguida, uma certa massa de cloreto de gadolínio (entre 0,17 g e 0,30 g, nas várias evaporações) foi colocada no cadinho. O esquema da montagem experimental se encontra na figura III.3.

Foi feito vácuo no evaporador, com as bombas mecânica e difusora até que a pressão atingisse  $10^{-5}$  Torr.

Aplicou-se tensão no cadinho, que foi aquecido pela passagem de corrente até aproximadamente 40 A, quando o cloreto de gadolínio começou a fundir. O vácuo foi mantido no interior da campânula durante todo o processo. Quando necessário diminuía-se a corrente para restabelecer a pressão.

A corrente foi elevada até aproximadamente 60 A quando o gadolínio evaporou e o processo foi mantido até que toda a massa de gadolínio presente no cadinho tivesse evaporado.

Após a confecção a tela conversora nacional de gadolínio foi colocada num desumificador com sílica gel para evitar que depósito se oxidasse.



Figura III. 3 – Montagem experimental da evaporação: 1) cadinho, 2) suportes de aço, 3) suporte onde a folha de gadolínio é posicionada, 4) prato do evaporador, 5) distância cadinho-folha de alumínio.

### III. 2. 2 – Neutronografia

Para a realização das neutronografias com a tela conversora nacional de gadolínio o método de exposição adotado foi o método direto, ou seja, a peça de prova, o filme e a tela conversora foram irradiados simultaneamente. O arranjo filme-conversor foi montado no interior de um cassete de alumínio de pressão por mola da marca Kodak onde o filme radiográfico Kodak Industrex AA400 e a tela conversora de gadolínio confeccionada ficaram em contacto íntimo na posição mostrada pela figura III.4, em função da direção do feixe neutrônico. O contato íntimo, entre o filme e tela conversora aumenta a probabilidade de um maior número de elétrons de conversão interna alcançar o filme, existindo, inclusive, cassetes a vácuo que possibilitam o aumento da qualidade das imagens nêutronográficas.

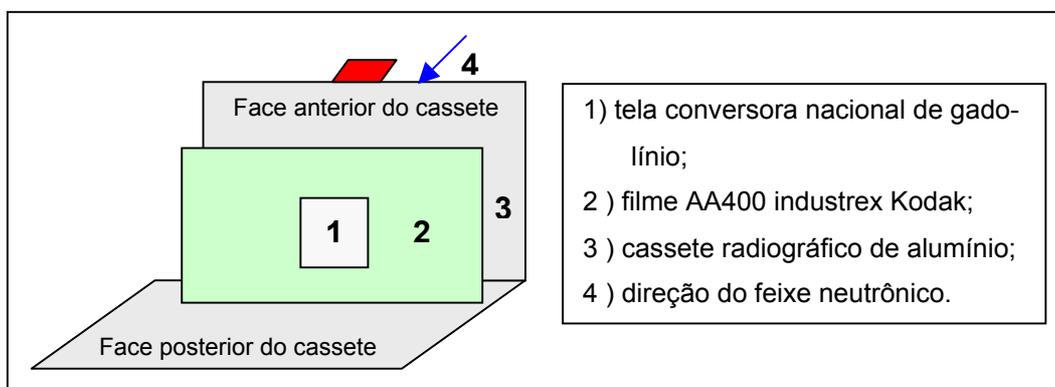


Figura III. 4 – Esquema da montagem do cassete.

As peças a serem neutrografadas foram fixadas diretamente no cassete, na face que fica frontalmente direcionada ao fluxo de nêutrons do reator. Este conjunto foi colocado no canal de irradiação J-9 do Reator Argonauta, como mostra a figura III.5, e exposto por 20 minutos.

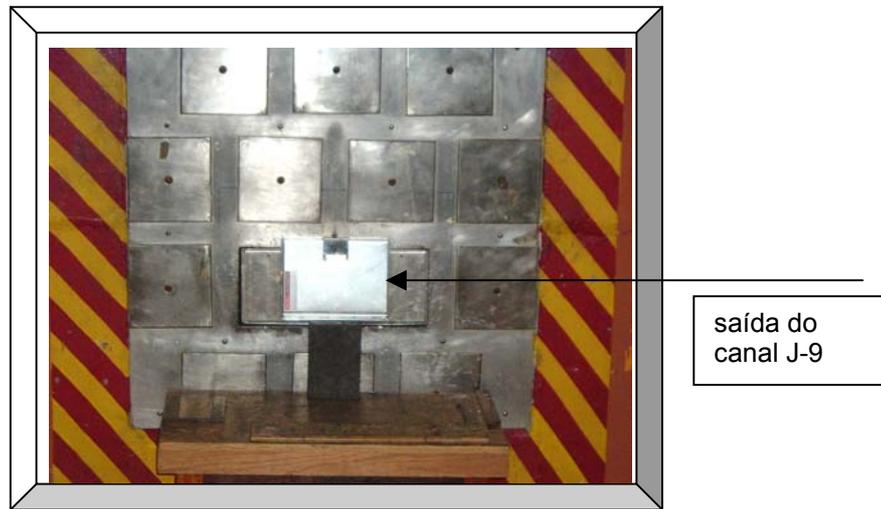


Figura III. 5– Posicionamento do cassete no canal J-9 do reator Argonauta/IEN/CNEN.

O reator Argonauta/IEN/CNEN foi operado a uma potência nominal de 340 watts, proporcionando um feixe de nêutrons térmicos no canal de irradiação J-9 no plano da imagem, com as seguintes características: fluxo de nêutrons térmicos de  $4,46 \times 10^5 \text{ n.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$ , razão de colimação, L/D, igual a 70, razão  $n/\gamma$  de  $3 \times 10^6 \text{ n.cm}^{-2}.\text{mrem}^{-1}$  e energia média de 30 meV. O arranjo instalado no canal de irradiação J-9, mostrado na figura III.6, encontra-se na coluna térmica externa do reator Argonauta.

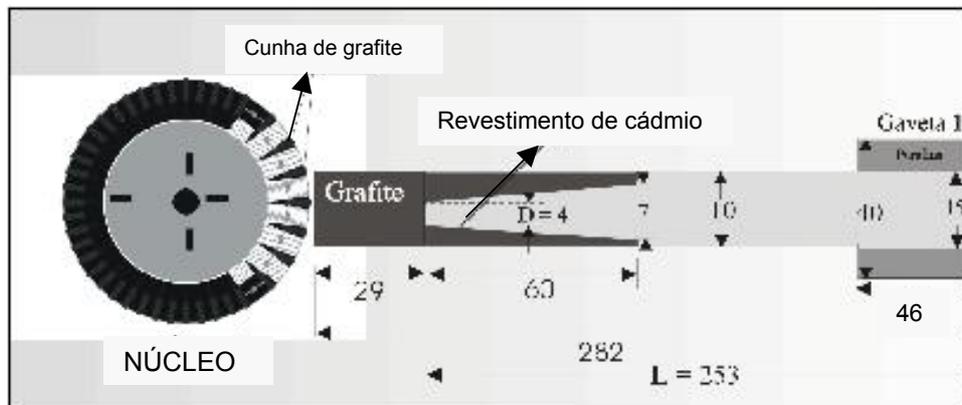


Figura III. 6 – Arranjo neutrográfico do IEN. (medidas em cm) [3].

O canal de irradiação J-9 da coluna térmica externa se situa a meia altura dos elementos combustíveis. Os componentes necessários à extração de um feixe de nêutrons térmicos que forneça neutrografias de boa qualidade neste canal de irradiação são: a) o moderador, um bloco de grafita com 25 cm de espessura e b) um colimador divergente, em forma de tronco de pirâmide, com 60 cm de comprimento, bases quadradas de entrada de 16 cm<sup>2</sup> e saída de 49 cm<sup>2</sup> e uma divergência angular muito pequena, tendo em suas bordas externas um forro com placas de cádmio. Na saída do canal J-9, foi instalado uma gaveta moldada com parafina borada, sob estrutura de alumínio, com a finalidade de melhorar o alinhamento do feixe neutrônico, no plano de imageamento.

### III. 2. 3 – Confeção da primeira tela conversora

O principal objetivo da primeira tela foi observar se o gadolínio iria aderir sobre a folha de alumínio com a deposição por evaporação a baixa pressão. Para tal, utilizou-se como objeto teste sobre a região conversor, uma pequena peça de cádmio, para se confirmar se ocorreria ou não a deposição do gadolínio, pela imagem neutrográfica obtida. Como o cádmio possui um alta seção de choque de absorção para nêutrons térmicos (2.450 barns) [16], a probabilidade dos nêutrons incidentes atravessarem o filme conversor é muito pequena e, conseqüentemente, nessa área da tela conversora a reação nuclear  $Gd^A(n,\gamma)Gd^{A+1}$  é muito pouco provável. Após a irradiação do conjunto, o filme radiográfico foi processado na câmara de revelação do Laboratório de Neutrografia em Tempo Real (LNRTR/ PEN/COPPE/UFRJ) tendo sido revelado por 5 minutos, com o revelador Kodak mantido a uma temperatura de 20 °C; fixado por 8 minutos, lavado durante 30 minutos, e colocado a secar naturalmente. Fez-se a captura da imagem neutrográfica com uma câmara PIXERA.

Segundo tabelas de informe técnico da Kodak (2004) o filme AA400 Industrex é de alta velocidade, alto contraste, grãos finos.

As tabelas III.2 e III. 3 contém, respectivamente, as condições experimentais usadas na evaporação e na irradiação da primeira tela conversora nacional de gadolínio obtida. Neste trabalho essa folha encontra-se identificada como tela # 1.

Tabela III. 2 – Condições experimentais usadas na primeira evaporação de  $GdCl_3$ .

Grandezas	Medidas
Distância cadinho-folha de Al	$(2,0 \pm 0,05)$ cm
Massa de cloreto de gadolínio	$(0,17 \pm 0,01)$ g
Pressão interna no evaporador	$(1,0 \pm 0,1) \times 10^{-5}$ Torr

Tabela III. 3 – Condições usadas para a Neutronografia com a primeira tela conversora nacional.

Fluxo dos nêutrons térmicos do canal J-9	$4,46 \times 10^5$ n.cm <sup>-2</sup> . s <sup>-1</sup>
Potência do Reator	340 W
Tempo de irradiação	20 min

### III. 2. 4 – Confecção da segunda tela conversora

Para se conseguir a segunda tela conversora com uma área de agregação maior que a primeira, a folha de alumínio foi posicionada a 3,0 cm de distância do cadinho de molibdênio. Na tabela III.4 dispõem-se os dados referentes a essa evaporação. Os procedimentos experimentais relativos a evaporação, a Neutronografia e a revelação do filme foram semelhantes as usadas com a primeira a tela. Para se avaliar a imagem obtida, foram expostos o IPF e o penetrâmetro, representados nas figuras III.7 e III.8, respectivamente, como objetos de teste.

Tabela III. 4 – Condições experimentais usadas na segunda evaporação de  $GdCl_3$ .

Grandezas	Medidas
Distância cadinho-folha de Al	$(3,0 \pm 0,05)$ cm
Massa de cloreto de gadolínio	$(0,20 \pm 0,01)$ g
Pressão de evaporação	$(1,0 \pm 0,1) \times 10^{-5}$ Torr

O Indicador de Pureza de Feixe, IPF, utilizado foi feito com um bloco de teflon (politetrafluoretileno) de 645,16 mm<sup>2</sup> de seção quadrada, 8,0 mm de espessura e furo centralizado de 15,9 mm de diâmetro, contendo dois discos de nitreto de boro (BN), com 2,0 mm de diâmetro, dois discos de chumbo, com 99,999% de pureza, também com 2,0 mm de diâmetro e duas barras de cádmio, com 99,999% de pureza, 0,64 mm

de diâmetro e 12,0 mm de comprimento. O teflon indica o espalhamento dos nêutrons; o nitreto de boro, o conteúdo de nêutrons térmicos do feixe; o chumbo, o conteúdo de raios gama; e as barras de cádmio indicam a condição de alinhamento do feixe. A região do vazio (circular), que é a região mais exposta, dá a densidade total. A figura III.7 mostra o desenho do IPF e suas dimensões.

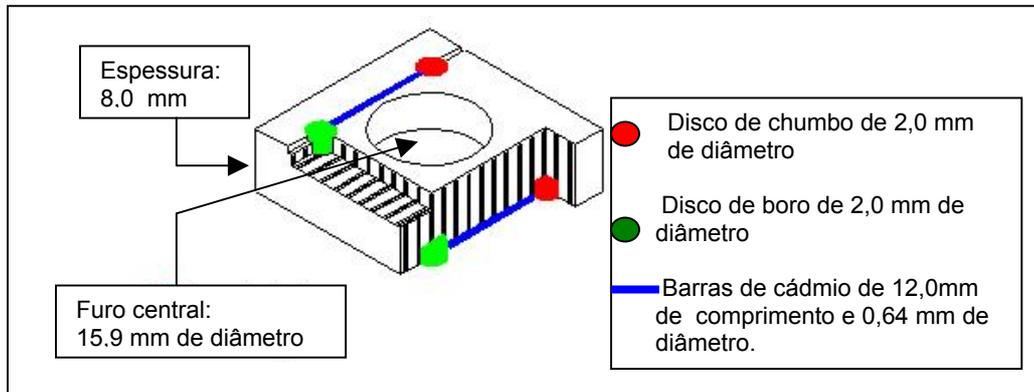


Figura III. 7 – Esquema do Indicador de Pureza de Feixe (IPF).

Com base nas medidas densiométricas da imagem do IPF, pode-se estimar os conteúdos percentuais dos parâmetros que influenciam na qualidade do feixe neutrônico. Essas medidas densiométricas permitem determinar, quantitativamente, o contraste radiográfico, a contribuição de raios gama inerente ao processo de produção de pares, e subseqüentemente, a produção de fótons gama de 511 keV, a nitidez da imagem e a informação sobre o filme e a qualidade de revelação.

Segundo a norma ASTM E545-91, os conteúdos de nêutrons térmicos, nêutrons rápidos, raios gama de baixa energia e aqueles inerentes ao processo de produção de pares devem ser determinados por análise densiométrica da imagem do IPF, através de cálculos, em separado, dados, respectivamente, por:

1) Conteúdo efetivo percentual de nêutrons térmicos, C, ou contraste neutrongráfico, decorrente da exposição de fundo do filme devido aos nêutrons térmicos não espalhados:

$$C = \frac{D\phi - [\text{maior } D_{BN} + \Delta D_{Pb}]}{D\phi} \times 100 \quad (19)$$

onde:

$D_\phi$  é a densidade ótica média do filme medida no centro vazio existente no IPF;

*maior* $D_{BN}$  é a maior densidade ótica média do filme medida nas imagens dos discos de nitreto de boro;

$\Delta D_{Pb}$  é a diferença entre as densidades  $D_{Pb1}$  e  $D_{Pb2}$  dos discos de chumbo.

2) Conteúdo efetivo de nêutrons espalhados,  $S$ , que é a percentagem de escurecimento de fundo do filme causado pelos nêutrons espalhados:

$$S = \frac{\Delta D_{BN}}{D\phi} \times 100 \quad (20)$$

onde:

$\Delta D_{BN}$  é a diferença entre as densidades  $D_{BN1}$  e  $D_{BN2}$  dos discos de boro;

3) Conteúdo efetivo de radiação  $\gamma$ , que é a percentagem de escurecimento de fundo do filme causado por radiação  $\gamma$  de baixa energia (absorvida por 2 mm de chumbo):

$$\gamma = \frac{D_T - \text{menor}D_{Pb}}{D\phi} \times 100 \quad (21)$$

onde:

$D_T$  é a densidade ótica média do filme medida na imagem do teflon;

*menor* $D_{Pb}$  são as densidades óticas médias do filme medidas nas imagens dos discos de chumbo;

4) Conteúdo efetivo de radiação  $\gamma$  de alta energia,  $P$ , que é a percentagem de exposição de fundo pelos raios  $\gamma$  originados no processo de produção de pares absorvidos por 2,0 mm de chumbo:

$$P = \frac{\Delta D_{Pb}}{D\phi} \times 100 \quad (22)$$

O Indicador de Resolução Visual (IRV), usado para a qualificação da imagem radiográfica, foi construído segundo os critérios estabelecidos pela ASTM E545-91. Ele foi confeccionado em uma chapa de cádmio de 0,5 mm de espessura, com orifícios de 0,25, 0,50 e 1,00 mm de diâmetros, espaçados com distâncias iguais ao seu diâmetro, dispostos conforme ilustrado na figura III. 8 . Com a imagem do IRV presen-

te na Neutronografia e utilizando-se um programa de digitalização de imagem obtêm-se os parâmetros necessários para se determinar a MTF e a resolução espacial do sistema filme-folha conversora.

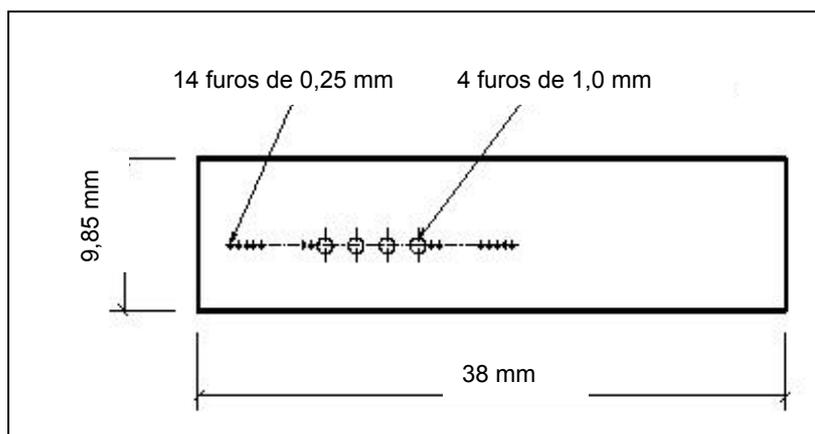


Figura III. 8 – Esquema dos furos do Indicador de resolução visual (IRV).

### III. 3 – Confeção das telas conversoras por deposição jateada.

Esse método consiste em depositar o cloreto de gadolínio, diretamente, sobre a folha de alumínio, sem evaporação e a temperatura ambiente por jateamento com pistola de ar comprimido. A metodologia é semelhante àquela utilizada na montagem de um filme radiográfico (ou fotográfico), conforme ilustra a figura III.9. Na montagem da tela conversora nacional, a base ou suporte da tela conversora foi a folha de alumínio nacional de 10,00  $\mu\text{m}$  de espessura e 98% de pureza; entre a base e o depósito de cloreto de gadolínio foi espalhado um agregante, responsável pela adesão do sal de gadolínio ao suporte. Por fim, jateou-se um selante com o objetivo de se impedir que os grãos do sal se soltassem. Esses grãos foram triturados até alcançar o tamanho de 125  $\mu\text{m}$  e depois 75  $\mu\text{m}$ .

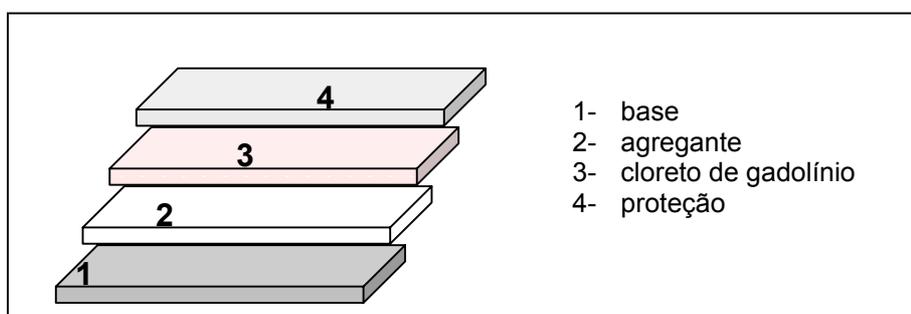


Figura III. 9 – Disposição das camadas na montagem da tela conversora nacional.

Na deposição por jateamento com pistola de ar comprimido, a diferença em relação à primeira maneira foi que, em vez de se fazer à montagem da folha conversora colocando-se o agregante e o sal de gadolínio individualmente sobre a base, preparou-se primeiro uma “emulsão” misturando o agregante com o cloreto de gadolínio e em seguida diluiu-se-o com acetona. Vários testes foram realizados com a finalidade de se determinar quais as quantidades (massa e volume) das referidas substâncias, a serem usadas, de forma que a “emulsão” pudesse ser aplicada com uma pistola de ar comprimido e a “pintura” da tela resultasse numa boa homogeneidade de depósito. O melhor resultado obtido com a solução foi 2,5 g de  $\text{AgCl}_3$  e 3 ml de agregante, diluídos em 3 ml de acetona. As duas melhores telas conversoras nacionais de nêutrons obtidas encontram-se identificadas neste trabalho como tela conversora nacional de gadolínio #3 e tela conversora nacional de gadolínio #4.

### III. 4 – Metodologia para determinação da resolução espacial e MTF.

As resoluções espaciais das imagens neutrongráficas obtidas com as telas conversoras nacionais de nêutrons foram determinadas através das imagens do penetrâmetro de cádmio, descritos no item III.2.4. Inicialmente, fez-se o processamento dessas imagens; em seguida, obteve-se a distribuição dos níveis de cinza, ao longo da região de borda entre a chapa absorvedora de nêutrons (penetrâmetro) e o feixe direto. A distribuição resultante foi ajustada à função ESF (Edge Spread Function)  $\text{ESF} = A + B \arctg(Cx - D)$ , sendo a resolução do sistema de imageamento expressa no espaço de varredura dado por  $R=2/C$ .

A modulação do sinal foi determinada para três frequências espaciais presentes nas imagens neutrongráficas do penetrâmetro, em pares de linha/mm, a saber: 4; 2 e 1, correspondendo respectivamente aos furos de 0,25; 0,50 e 1,00 mm de diâmetro respectivamente. Para se calcular os valores da MTF relativas as frequências espaciais citadas, determinou-se as densidades de níveis de cinza máximas e médias das imagens neutrongráficas digitalizadas e substituiu-se esses valores na equação 18.

### III. 5 – Curvas características das telas conversoras nacionais de gadolínio.

Para construir as curvas características das duas telas conversoras confeccionadas com base na metodologia, descrita da seção III.3, foram realizadas nove irradiações, no canal de irradiação J-9 do Reator Argonauta, com os seguintes tempos de exposições: 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 e 45 minutos, para cada uma delas. Após a captura do negativo com a câmara NIKON COOLPIX 995 e utilizando-se o programa

computacional de digitalização de imagem, *Image-Pro Plus*, determinou-se a densidade média de níveis de cinza em relação aos respectivos tempos de exposições. Conforme a equação 14, os valores das Exposições (E) foram calculados considerando-se o fluxo do feixe de nêutrons térmicos, no plano da imagem do canal de irradiação J-9 dado pela tabela III.3, como  $4,46 \times 10^5 \text{ n. cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ . Traçou-se o gráfico das densidades de níveis de cinza versus logaritmo da exposição, obtendo-se, então, a curva característica dos sistemas telas conversoras nacionais de gadolínio-filme AA400 Industrex da Kodak. Para se encontrar o tempo de exposição adequado, relativo a cada tela, escolheu-se o ponto central da região linear da curva característica, determinando-se, então, a abscissa correspondente. Tais curvas encontram-se na seção IV.4.

## CAPÍTULO IV

### RESULTADOS

Neste capítulo serão apresentados os resultados relativos à confecção das telas conversoras nacionais de gadolínio, conforme as metodologias descritas nas seções III.2 e III.3 em termos de: a) análise das imagens neutrongráficas do penetrâmetro; b) resolução espacial do sistema tela conversora nacional de gadolínio-filme AA400 Industrex; c) curvas características das telas #3 e #4; d) tempo de exposição adequado para os sistemas em estudo; e) análise das imagens neutrongráficas de objetos testes obtidas com as telas conversoras nacionais.

#### IV.1 – Análise das imagens neutrongráficas com as telas conversoras nacionais confeccionadas pelo primeiro método: deposição por evaporação

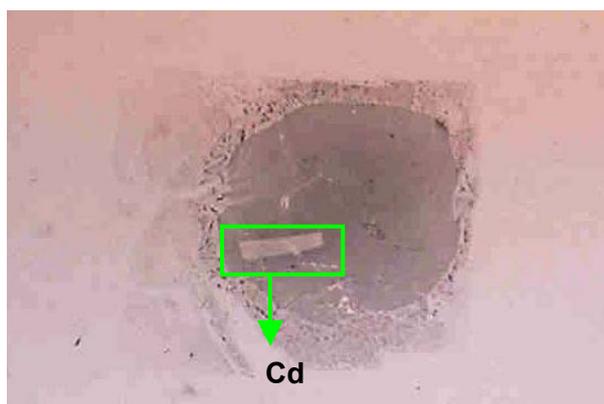


Figura IV.1 – Imagem neutrongráfica com a tela conversora #1.

A Neutronografia realizada com a primeira tela conversora nacional (tela #1) confeccionada pelo método da deposição por evaporação, a baixa pressão, mostrada na figura IV.1 garante que a deposição do gadolínio sobre folha de alumínio ocorreu, pois observa-se, nitidamente, a imagem da barra de cádmio utilizada como peça de teste (retângulo mais claro contornado pela linha verde) ressaltada sobre a região do depósito, (área mais enegrecida), decorrente dos elétrons de conversão interna gerados das interações dos nêutrons térmicos com os núcleos de gadolínio [24].

A figura IV.2 ilustra a imagem obtida com a segunda tela conversora nacional (tela #2) utilizando-se o método da evaporação. Observa-se que na imagem do IPF, os

discos de boro e a barra de cádmio aparecessem como regiões bastante enegrecidas, assim como a imagem do penetrâmetro. Sendo esses elementos, altamente absorvedores de nêutrons térmicos, a imagem esperada deveria assemelhar-se imagem da peça de cádmio na figura IV.1.

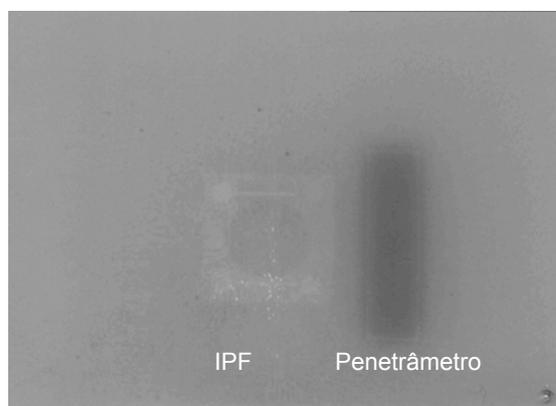


Figura IV.2 – Imagem radiográfica obtida com tela conversoras # 2.

Pela imagem radiográfica mostrada na figura IV.2, conclui-se que esse resultado se deve a três fatores: 1) à distância de 3,0 cm entre a folha de alumínio e o cadinho no evaporador resistivo ocasionou uma dispersão significativa do vapor de cloreto de gadolínio, e, conseqüentemente, uma quantidade muito pequena de núcleos de gadolínio foi depositado na tela conversora nacional. Portanto, poucos elétrons de conversão interna foram emitidos devido a interação do nêutron com esses núcleos, tendo sido, a imagem registrada por radiação gama; 2) somada à pouca espessura da camada do depósito, o tempo de irradiação de 20 minutos para esse sistema filme-tela conversora nacional poderia ter sido insuficiente; 3) nesse período, as cunhas de grafite do reator Argonauta ficaram umedecidas, aumentando a contribuição de radiação gama no feixe de nêutrons térmicos provenientes do canal de irradiação J-9.

Na figura IV.3, vê-se a imagem radiográfica fornecida por outra tela conversora confeccionada pelo método de evaporação, a baixa pressão, e retornado-se à distância de 2,0 cm entre o cadinho e a folha de alumínio. Nessa ocasião, a umidade relativa do ar estava bastante elevada e ocasionou o umedecimento do depósito. Ao se colocar a tela conversora e o filme em contato íntimo, dentro do cassete radiográfico, uma reação química entre o depósito e o filme ocorreu. Após a irradiação do conjunto, ao se separar a tela conversora e o filme, uma parte do depósito ficou colada neste, e durante o processo de revelação e lavagem, ela se soltou do filme, e nessa região, a exposição foi perdida (mancha mais clara no centro da imagem). A região mais ene-

grecida, semelhante a uma coroa circular, é a imagem do depósito que não reagiu com a película do filme. Esses fatos alertaram para a necessidade do uso do selante. Observa-se que a imagem de uma barra de cádmio, o retângulo na parte central da figura IV.3, aparece enegrecida, resultado contrário ao esperado em uma Neutronografia, evidenciando que a imagem se deve, então, a uma Gamagrafia da barra de cádmio.

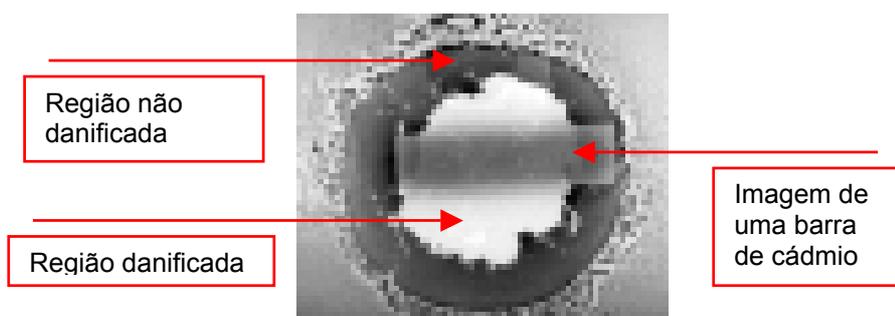


Figura IV.3 – Imagem radiográfica ilustrando a área do filme danificada devido a contaminação do depósito por umidade.

As pesquisas para confecção de telas conversoras nacionais de gadolínio com a metodologia de deposição por evaporação, a baixa pressão, foram encerrado, devido à problemas de funcionamento do Evaporador Resistivo.

#### IV.2 – Análise das imagens neutronográficas das telas conversoras nacionais de gadolínio confeccionadas por jateamento.

A figura IV.4 mostra duas Neutronografias obtidas com telas conversoras confeccionadas mediante uso da segunda metodologia. Nessas telas conversoras, o substrato foi a folha de alumínio nacional; o cloreto de gadolínio foi jateado sobre o agregante e, em seguida, coberto com uma fina camada de selante, para impedir que os grãos se soltassem e, principalmente, que nos dias mais úmidos, ocorresse a contaminação do sal de gadolínio por umidade. Nessas figuras, observa-se que as imagens das barras de cádmio e dos discos de boro do IPF estão bem nítidos; a ausência dos discos de chumbo no IPF revela que o fluxo dos nêutrons térmicos provindos do canal de irradiação J-9 do reator Argonauta continha um baixo percentual de radiação gama. Na imagem do penetrâmetro, os furos de 1 mm de diâmetro são bastante visíveis, enquanto os de 0,5 mm e os de 0,25 mm tiveram nitidez comprometida. Nas telas conversoras nacionais de gadolínio usadas nas Neutronografias mostradas nas figuras

IV.a e IV.4b, os grãos do cloreto diâmetros tinham diâmetros de  $125\ \mu\text{m}$  e  $75\ \mu\text{m}$ , respectivamente. Quanto maior os grãos, mais perceptível é o aspecto granular das imagens neutrongráficas e menor e a resolução espacial do sistema tela conversora-filme.

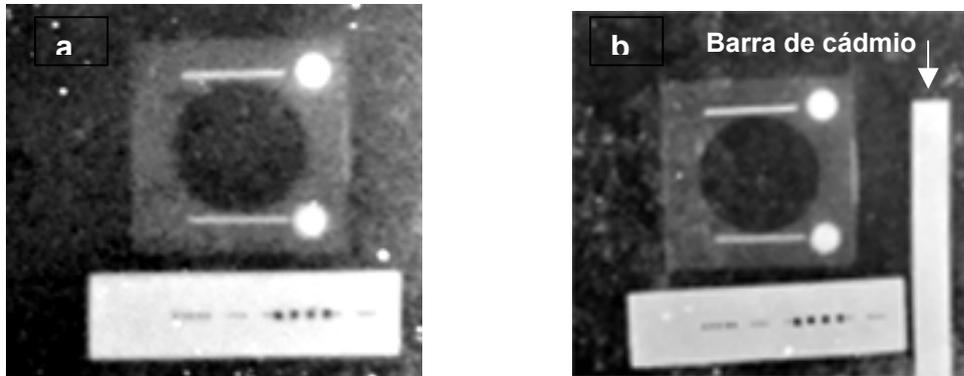


Figura IV.4 – Imagens neutrongráficas do IPF e do penetrâmetro obtidas com telas conversoras confeccionadas pelo segundo método de deposição. Na figura IV.a os grãos do cloreto de gadolínio tem  $125\ \mu\text{m}$  de diâmetros e na figura IV.b tem  $75\ \mu\text{m}$ .

A Neutronografia da figura IV.5 foi realizada com uma tela conversora pulverizada com várias camadas de cloreto de gadolínio, para se aumentar a espessura de depósito do conversor. Os grãos do depósito tinham  $75\ \mu\text{m}$  de diâmetro e a base utilizada foi uma folha de alumínio com  $10\ \mu\text{m}$  de espessura e 98% de pureza.

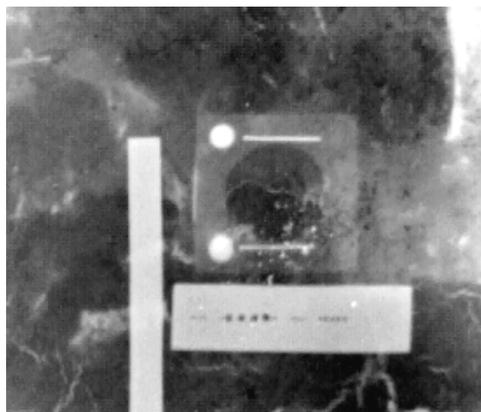


Figura IV.5 – Neutronografia realizada com uma tela conversora confeccionada com várias camadas de depósito e os grãos do cloreto com  $75\ \mu\text{m}$  de diâmetro.

Observa-se na Neutronografia da figura IV.5 que ocorreram fissuras na tela, que danificou, não somente a imagem, como a própria tela para reutilização. Optou-se, então, por misturar primeiro o cloreto de gadolínio com o agregante e, em seguida,

diluí-los com acetona, obtendo-se uma “emulsão”, para, depois, jateá-la com uma pistola a ar comprimido, sobre a folha de alumínio. A figura IV.6, ilustra a imagem neutrongráfica obtida com a tela conversora preparada utilizando-se esse procedimento, identificada como tela conversora de gadolínio # 3, na seção III.3. Observa-se que a imagem do IRV apresenta resolução suficiente para a visualização dos orifícios de 1mm; 0,5 mm e 0,25 mm de diâmetro.

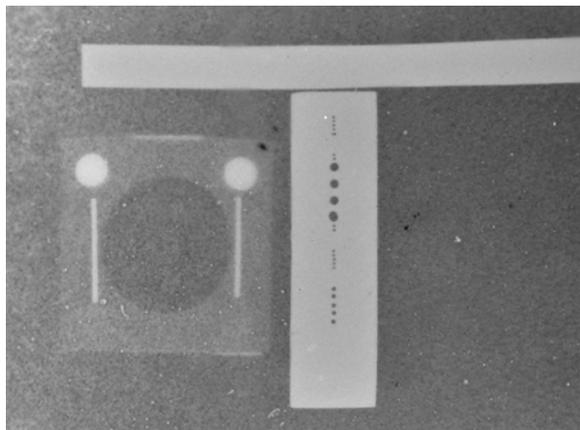


Figura IV. 6 – Imagem neutrongráfica obtida com a tela # 3.

Na figura IV.6 percebe-se um aspecto ainda levemente granular na imagem neutrongráfica, porém a distribuição é mais uniforme, em comparação com aquelas obtidas sem a “emulsão” (figuras IV.4 e IV.5). Para se conseguir uma tela conversora com uma distribuição bem mais homogênea dos grãos jateou-se, várias vezes, a folha de alumínio com a “emulsão”. Essa tela foi identificada como tela conversora nacional de gadolínio #4, na seção III.3. O resultado obtido é ilustrado na figura IV.7. Nela, se observa, também, que a resolução do sistema permite a visualização dos orifícios de 1mm; 0,5mm e 0,25 mm de diâmetro.

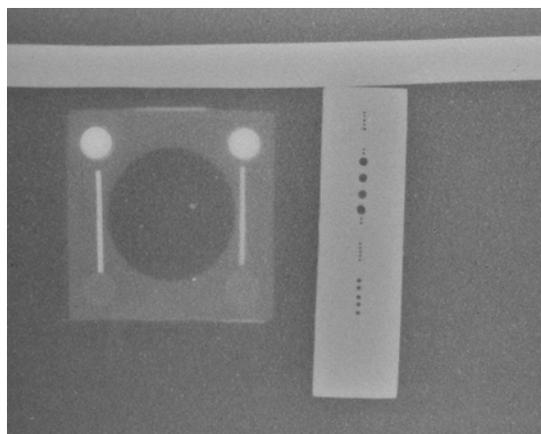


Figura IV. 7 – Neutronografia obtida com a tela conversora # 4.

A título de comparação, ilustrou-se, na figura IV.8, a Neutronografia dos objetos de testes (IPF e penetrâmetro) realizada com o filme AA400 Industrex e uma tela conversora de gadolínio metálica importada, com 50  $\mu\text{m}$  de espessura. O tempo de exposição do sistema foi de 20 minutos. Esta Neutronografia foi submetida às mesmas condições de revelação usadas para as neutronografias com as telas conversoras nacionais de gadolínio. Obviamente, a tela importada não apresenta o efeito de granulação presente nas telas conversoras nacionais confeccionadas por jateamento, e portanto, o sistema tela conversora metálica-filme radiográfico resulta em imagens neutronográficas com melhor contraste, uma vez que a presença de granulação propicia o espalhamento da radiação secundária que gera a imagem latente no filme.

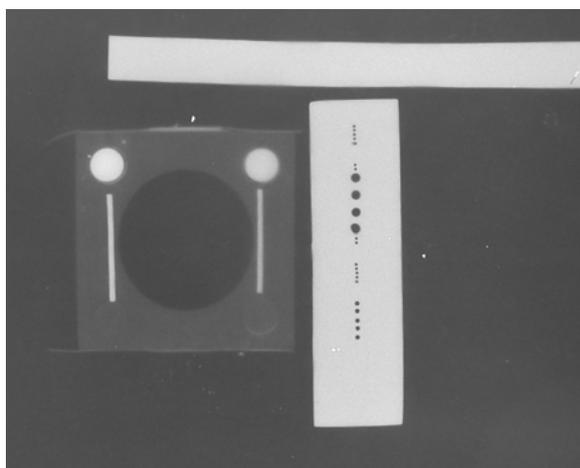


Figura IV.8 – Neutronografia obtida com a tela conversora metálica importada.

#### IV.3 – Resolução espacial e MTF das telas conversoras nacionais #3 e #4.

As curvas de ajuste da distribuição da densidade de níveis de cinza, ESF, em função da coordenada de varredura, na região de interface do penetrâmetro, para os sistemas, tela conversora #3-filme, tela #4-filme e tela conversora metálica-filme, segundo a metodologia descrita na seção III.4, são apresentadas nas figuras IV.9, IV.10 e IV.11, respectivamente. Observa-se que a ESF da tela #3, apresenta o menor valor para o parâmetro de livre ajuste C, dado pela equação 16, que está associado ao cálculo da resolução espacial do sistema, segundo a equação 17, enquanto a ESF da tela conversora metálica apresenta o maior valor de C.

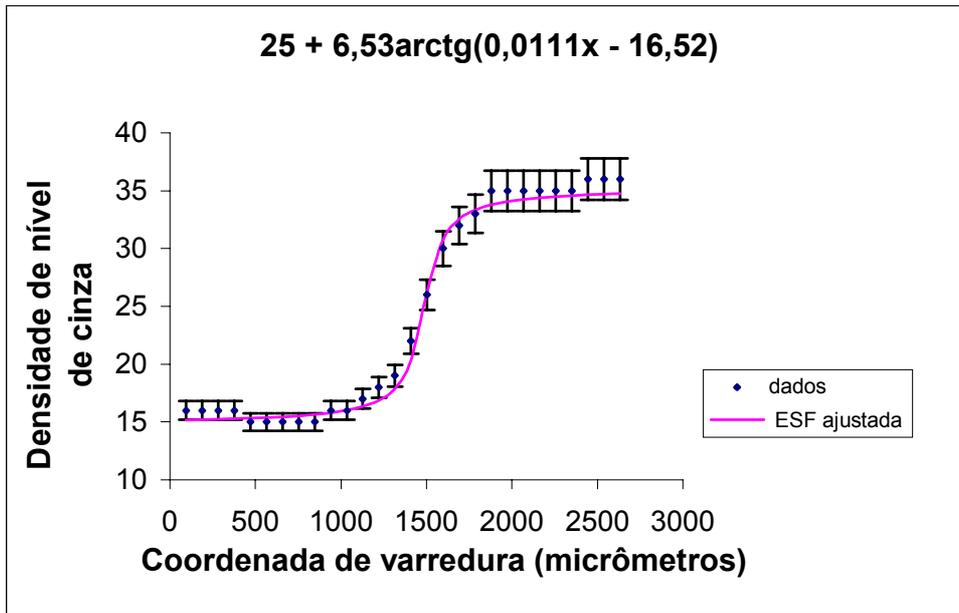


Figura IV. 9 – Distribuição da densidade do nível de cinza em função da varredura na região de interface do penetrômetro de cádmio, obtida com a tela conversora nacional # 3

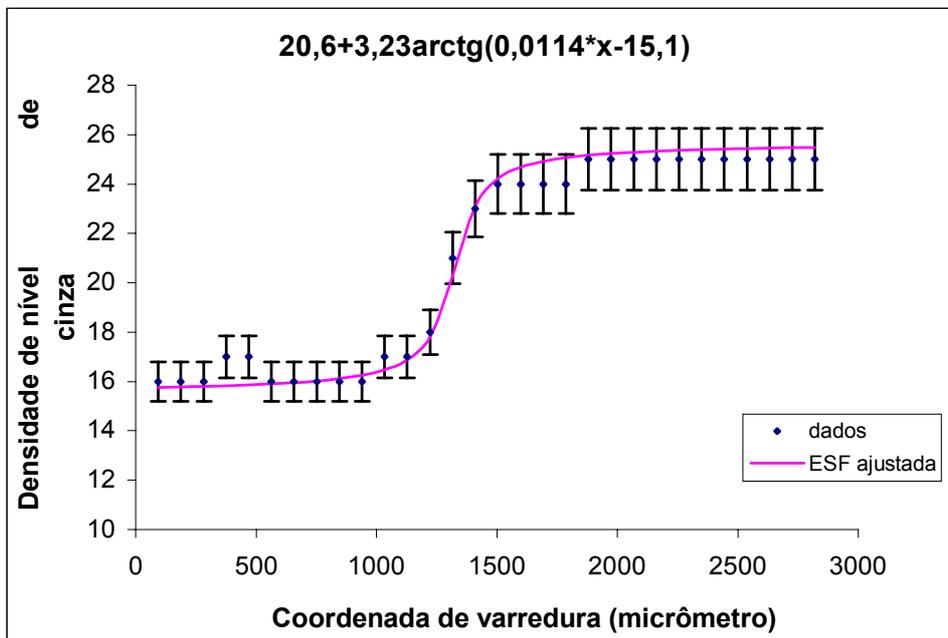


Figura IV.10 – Distribuição da densidade do nível de cinza em função da varredura na região de interface do penetrômetro de cádmio, obtida com a tela conversora nacional #4-

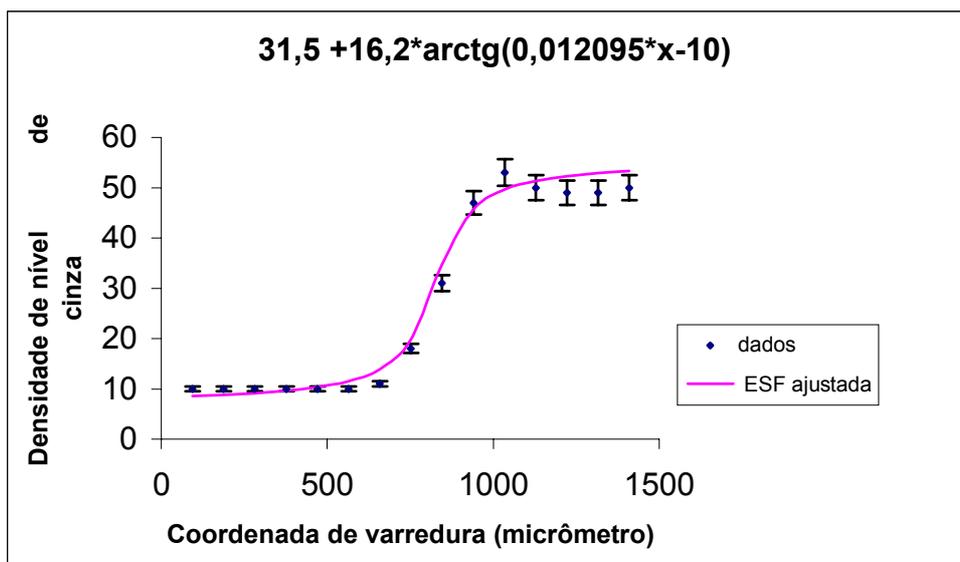


Figura IV.11 – Distribuição da densidade do nível de cinza em função da varredura na região de interface do penetrâmetro de cádmio, obtida com a tela conversora metálica importada.

A tabela IV.1 expressa os valores da resolução espacial do sistemas telas conversoras nacionais com filme AA400 e tela conversora metálica com filme AA400, seguindo a metodologia descrita na seção III.4. O erro relativo percentual ( $\delta R$ ) foi determinado, considerando-se o valor da resolução espacial da tela conversora metálica, como referência. Observa-se que a resolução espacial dos sistemas telas conversoras nacionais-filme AA400 e tela conversora metálica-filme AA400 estão cerca de 90% em acordo.

Tabela IV.1 – Resolução espacial das telas conversoras nacionais e da tela metálica importada, obtida pelo ajuste da função de borda-difusa (ESF).

Tela conversora	Resolução ( $\mu\text{m}$ )	$\delta R$ (%)
Nacional #3	180	10,0
Naconal #4	175	6,1
Metálica	165	--

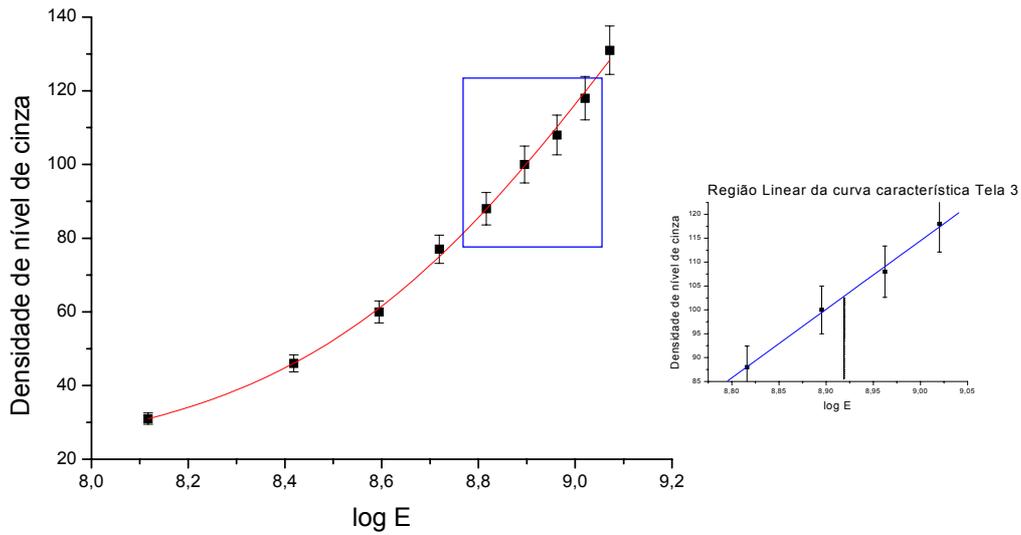
A tabela IV.2 ilustra os dados referentes aos valores máximos e médios da densidade de níveis de cinza das imagens do penetrâmetro, nas figuras IV.6, IV.7 e IV.8 e os valores correspondentes de modulação do sinal calculados em função da frequência espacial obtidos com as telas conversoras nacionais #3, #4 e com a tela conversora metálica, para os ensaios neutrongráficos realizados no reator Argonauta.

Tabela IV.2 – Valores de modulação do sinal calculado para os ensaios neutrongráficos do penetrâmetro com os sistemas tela conversora #3, #4, tela conversora metálica e filme AA400, no reator Argonauta.

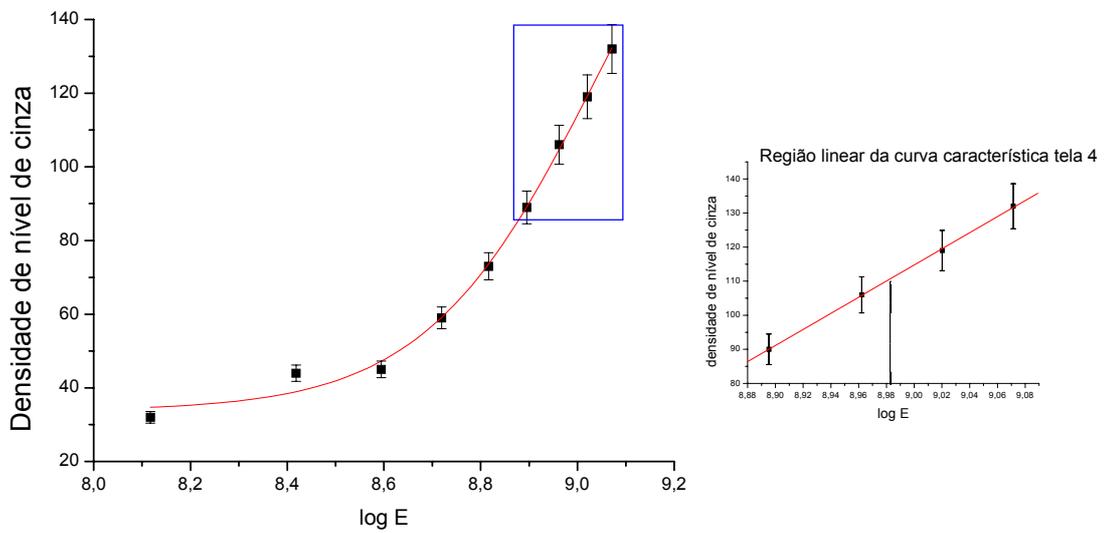
Telas	Frequência espacial (linhas/mm)	(NC) <sub>méd</sub>	(NC) <sub>Máx</sub>	M <sub>cal</sub>
Tela #3	4	24	39	0,38
	2	24	39	0,38
	1	27	41	0,34
Tela #4	4	20	28	0,29
	2	21	30	0,30
	1	22	31	0,29
Tela metálica	4	22	55	0,96
	2	27	56	0,52
	1	28	50	0,44

#### IV.4 – Curvas características das telas conversoras nacionais #3 e #4 e da tela conversora metálica e o tempo de exposição.

As curvas características das telas conversoras nacionais #3 e #4 determinadas segundo a metodologia descrita na seção III.5 estão ilustradas nas figuras IV.12 e IV.13 para os respectivos tempos de exposições fornecidos na tabela IV.5. Cada tempo de exposição foi obtido a partir do valor do log E, no ponto da abscissa correspondente ao ponto médio da reta de ajuste na região linear da curva característica e do valor do fluxo dos nêutrons térmicos no canal J-9.



Figuras IV.12- Curva característica da tela #3, destacando a região linear. A linha pontilhada no gráfico menor demarca a abscissa correspondente ao ponto médio da reta de ajuste.



Figuras IV.13 – Idem, para a Curva característica da tela #4.

Tabela IV.5 – Tempo de exposição para as telas conversoras nacionais de gadolínio.

Tela conversora nacional	Tempo de exposição (min)
Tela # 3	30
Tela # 4	35

#### IV.5 – Ensaios neutrongráfico com as telas nacionais

Realizou-se dois conjuntos de ensaios neutrongráficos no canal de irradiação J-9, do Reator Argonauta, com o sistema telas conversoras nacionais-filme para se verificar a viabilidade do uso delas em Ensaios Não Destrutivos. Os tempos de exposições utilizados nas irradiações foram os indicados na tabela IV.5. As condições para a irradiação foram as mesmas utilizadas ao longo de todo o trabalho.

No dois primeiros ensaios, os objetos inspecionados foram dois rolimãs de aço, com 30 mm e 18 mm de diâmetros, respectivamente. A finalidade do ensaio foi observar se as esferas no interior dos rolimãs estavam igualmente espaçadas. As imagens neutrongráficas, apresentadas nas figuras IV.14 e IV.15, mostraram que os rolimãs não estavam defeituosos, porque nenhuma esfera foi deslocada de seu lugar, mantendo o mesmo espaçamento entre elas.

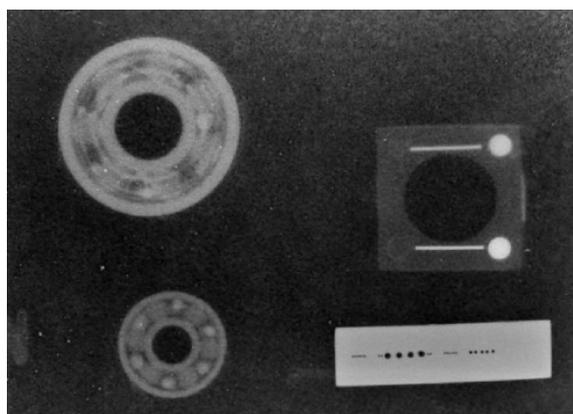


Figura IV.14 – Neutronografia realizada com a tela conversora #3, mostrando ausência de defeito na região interna do rolimã.

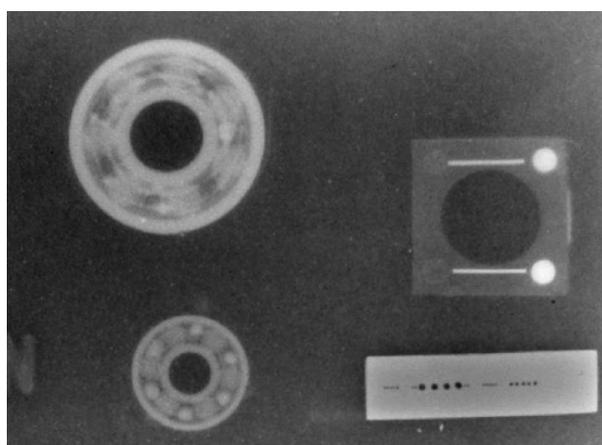


Figura IV.15 – Neutronografia realizada com a tela conversora #4, mostrando ausência de defeito na região interna do rolimã.

O objetivo dos três últimos ensaios neutrongráficos foi verificar o nível de água no interior de um recipiente de alumínio hermeticamente fechado. As imagens neutrongráficas desses ensaios estão ilustradas nas figuras IV.16, IV.17 e IV.18.

Percebe-se, que as Neutronografia obtidas com as telas conversoras nacionais mostraram a altura do nível da água, o Oring (borracha) e os contornos internos e externos do recipiente com a mesma definição que a tela conversora metálica.

Observa-se que a imagem neutrongráfica obtida com a tela #3, que foi confeccionada com apenas uma camada de depósito, apresentou melhor contraste que aquela obtida com a tela #4, fabricada com várias camadas de depósito. Esse resultado se deve ao uso do selante na tela #4, pois as substâncias que compõe esse material possuem alta seção de choque de espalhamento para nêutrons térmicos.

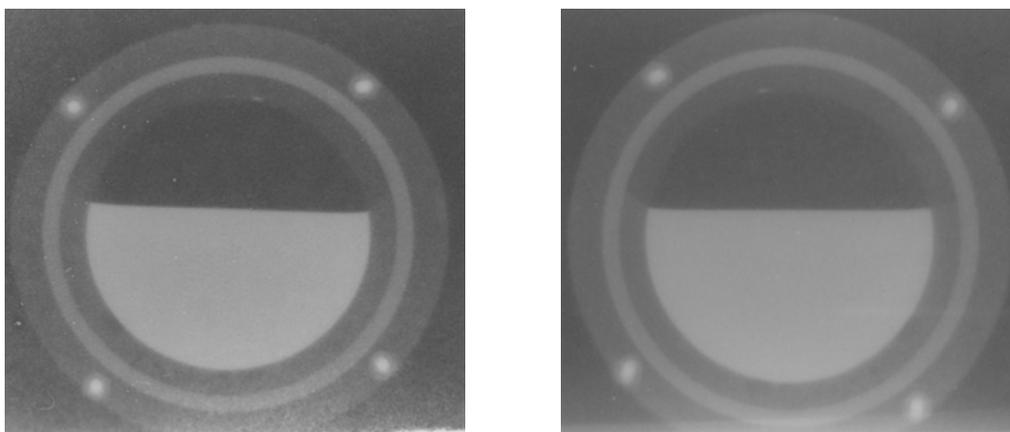


Figura IV.16 – Neutronografia realizada com as telas conversoras nacionais #3 e #4, respectivamente, mostrando o nível de água no interior de um recipiente de alumínio.

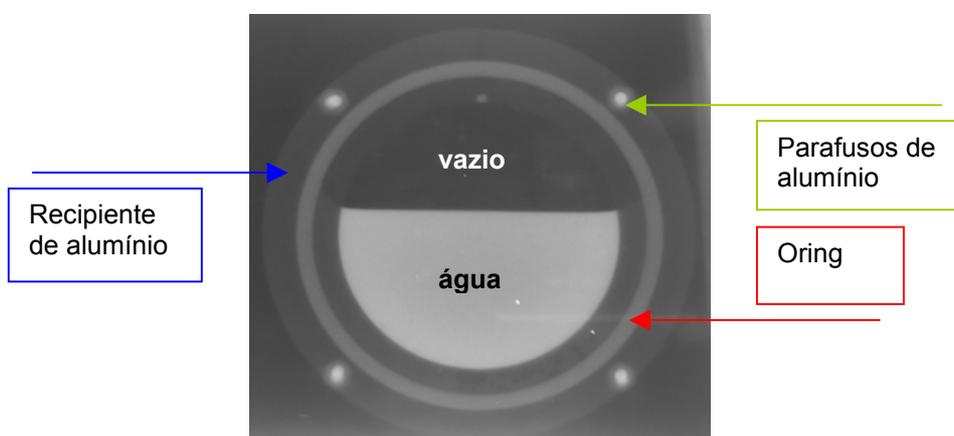


Figura IV.17 – Neutronografia realizada com a tela conversora metálica.

## CAPÍTULO V

### CONCLUSÕES

Nesse capítulo, apresentam-se as conclusões relativas à escolha do alumínio como base da folha conversora nacional de gadolínio, a viabilidade da confecção de uma tela conversora nacional pelos dois métodos propostos, evaporação e jateamento, e sugerem-se pesquisas futuras envolvendo as áreas de Engenharia Metalúrgica e Química, objetivando a otimização dos processos.

A escolha do alumínio, como substrato para a confecção da tela conversora nacional de gadolínio, foi relacionada a sua pequena seção de choque microscópica para nêutrons térmicos, ( $\sigma_a = 0,231$  b), o que o torna um material praticamente transparente, para nêutrons dessa energia.

O uso do cloreto de gadolínio como substância para o depósito deveu-se ao fato do cloro possuir uma pequena seção de choque de espalhamento e por emitir, também, elétrons de conversão interna, ao interagir com nêutrons térmicos, apesar dele emitir radiação gama, de baixa energia, no decaimento do núcleo composto.

O método de deposição por evaporação a baixa pressão foi a metodologia escolhida para se iniciar a pesquisa da confecção da folha conversora nacional de gadolínio, por ser um método amplamente utilizado em várias linhas de pesquisas científicas que envolvem deposição de um material sobre um substrato, como por exemplo, na produção de filmes finos para aplicação na área metalúrgica; nas junções em detectores semicondutores; na produção de alvos sólidos para fins de colisões e reações nucleares com aceleradores de partículas.

Apesar da impossibilidade de se desenvolver uma folha conversora de gadolínio pelo método de evaporação, devido a quebra da válvula de entrada de ar das bombas mecânica e difusora do Evaporador Resistivo, a imagem obtida com primeira tela confeccionada mostrou que a metodologia é factível de ser utilizada, e, relativamente à deposição jateada com pistola a ar comprimido, a por evaporação poderia resultar em depósitos de cloreto de gadolínio mais homogêneos.

A segunda metodologia utilizada, deposição por jateamento, é também, uma metodologia bastante utilizada na indústria, incluindo a confecção de filmes radiográficos e espelhos.

Observou-se que a tela conversora nacional de gadolínio confeccionada com deposição por jateamento, utilizando à pistola a ar comprimido, não requer o uso do

selante, posto que o agregante, além de possibilitar a adesão do sal de gadolínio sobre a folha de alumínio, atua também como um impermeabilizante, impedindo que esse sal reaja com o excesso de moléculas de água presentes na atmosfera, nos dias mais úmidos. Tal fato é uma vantagem, porque o selante possui em sua composição químicos elementos espalhadores de nêutrons.

Embora os ensaios preliminares tenham sido realizados num tempo de exposição de 20 minutos, verificou-se que esse tempo está na faixa linear de resposta do sistema tela conversora-filme, ou seja, um pouco abaixo do ponto de operação, referenciado normalmente em 50% dessa faixa, que foi encontrado como sendo de 30 minutos e 35 minutos, para as folhas # 3 e # 4, respectivamente. As Neutronografias preliminares realizadas com essas folhas encontram-se, de certa forma, sub-expostas.

Segundo FERREIRA [3] a resolução espacial da Neutronografia realizada com o sistema tela conversora metálica de gadolínio (100  $\mu\text{m}$  de espessura) e filme Kodak Industrex AA400, foi de  $(57\pm 1)$   $\mu\text{m}$ , enquanto que a encontrada, com a tela cintiladora que compõe o Sistema Eletrônico de Imageamento em Tempo Real instalado junto ao reator Argonauta, foi 444  $\mu\text{m}$ . Comparando-se esses resultados, com aqueles listados na tabela IV.1, conclui-se que as Neutronografias realizadas com a tela conversora metálica de gadolínio (50  $\mu\text{m}$  de espessura) e com as telas conversoras nacionais de gadolínio #3 e #4 apresentaram resoluções superiores à obtida com a tela conversora metálica de gadolínio de 100  $\mu\text{m}$  de espessura, porém, ainda inferiores à fornecida com a tela cintiladora. As resoluções neutrongráficas determinadas com a tela conversora metálica de gadolínio com 50  $\mu\text{m}$  de espessura e com as telas conversoras nacionais de gadolínio # 3 e # 4 resultaram as mesmas, apesar do aspecto granular do depósito nas telas conversoras nacionais.

As Neutronografias dos objetos de teste, mostradas nas figuras IV.6, IV.7, IV.14 IV.15 e IV.16 apresentaram boa nitidez, demonstrando ser economicamente vantajoso o uso das telas conversoras nacionais de gadolínio confeccionadas pelo segundo método. Apesar de nada se poder concluir ainda quanto a sua durabilidade, ressalte-se, entretanto, a facilidade de fabricá-la.

A duas metodologias desenvolvidas na tese para a confecção da tela conversora nacional de gadolínio para Neutronografia mostraram-se viáveis. Essa afirmativa se baseia nas imagens neutrongráficas obtidas dos indicadores de qualidade de imagem e dos objetos utilizados nos Ensaios Não Destrutivos com a tela conversora nacional.

Dentre algumas pesquisas que podem ser desenvolvidas para a otimização da tela, citam-se:

- a) obtenção de grãos com dimensões menores que aqueles utilizados neste trabalho;
- b) pesquisas voltadas para a obtenção de outros agregantes e selantes que minimizem a influência desses produtos na qualidade da imagem neutrongráfica, em termos do espalhamento da radiação ;
- c) a possibilidade do uso do substrato na forma de um colóide;
- d) um estudo sobre um agente passivante que facilite a aderência do cloreto de gadolínio à base de alumínio, após a evaporação;
- e) confecção de pastilhas de cloreto de gadolínio para que a evaporação por *electron beam* seja possível, entre outros.

Por apresentar um menor custo de fabricação, a tela conversora nacional pode ser utilizada em ensaios didáticos de Neutronografia. Outra possibilidade de seu uso refere-se à realização de ensaios neutrongráficos de peças, que visem averiguar a existência ou não de defeitos com dimensões superiores a 175  $\mu\text{m}$ .

Este trabalho serviu de base inicial para o desenvolvimento de uma metodologia visando a fabricação de uma tela conversora inteiramente produzida no Brasil com as mesmas características da tela importada.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] DOMANUS, J. C., *Practical Neutron Radiography*, Commission of the European Communities, Kluwer Academic Publishers, 1<sup>a</sup> ed, 1992.
- [2] ANDRADE, M. L. G., *Caracterização de Sistemas Filme-Convertor para Radiografia com Nêutrons*, Tese de Mestrado, IPEN/USP, São Paulo, 2002.
- [3] FERREIRA, F. J. O., *Estudo para Implantação de um Sistema Eletrônico para Aquisição de Imagens Neutronográficas no Reator Argonauta do I-EN/CNEN*, Tese de Mestrado, PEN/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2003
- [4] MENEZES, M. O., *Radiografia com Neutrons em Tempo-Real*, Tese de Doutorado, IPEN-CNEN/SP, USP, São Paulo, 2000
- [5] VEIRA, E. V., LINS, F. A. F., “Concentração de Minérios de Terras-raras: Uma Revisão” In: *Série Tecnológica Mineral*, Nº 73, CETEM, 1997.
- [6] RYABCHIKOV, D. I., RYABUKHIN, V. A., *Analytical Chemistry of Yttrium and the Lanthanide Elements*, Halsted Press, 1<sup>a</sup> ed, 1966.
- [7] SPEDDING, F. H., DAANE, A. H., *The rare Earths*, John Wiley and Sons, Inc, 1961.
- [8] [www.dnpp.gov.br](http://www.dnpp.gov.br)
- [9] <http://nautilus.fis.uc.pt/st2.5/scenes-p/elem/e06493.html>
- [10] KNOLL, G. F., *Radiation Detection and Measurement*, John Wiley & Sons, Inc., 3<sup>a</sup> ed, 1999.
- [11] GAMOW, G., *Biografia da Física*, Zahar Editores, 1963.

- [12] BECKURTS, K.H., WIRTZ, K., *Neutron Physics*, Springer-Verlag, 1964.
- [13] CRISPIM, V.R., *Desenvolvimento de Ensaaios Não-Destrutivos com Neutronografias*, Tese de Doutorado, PEN/COPPE/UFRJ, RJ,1992.
- [14] KAPLAN, I., *Física Nuclear*, Editora Guanabara Dois S.A. ,2ª ed, 1978
- [15] LAMARSH, John R., *Introduction to Nuclear Engineering*, Addison-Wesley Publishing, Company Inc, 1975.
- [16] SANTOS, J. E. S. C., *Neutronografia com Nêutrons Térmicos*, Tese de Mestrado, PEN/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 1977.
- [17] PRESTON, M.A., *Physics of the Nucleus*, Addison-Wesley Publishing Company, Inc, 1962.
- [18] ANDREUCCI, R., *A Radiologia Industrial*, Abende, 6ª ed, 2003.
- [19] KODAK CIA, E., *Radiography in Modern Industry*, Kodak, 4ª ed, 1980.
- [20] ASTM E545-91, *Standard Method for Determining Image Quality in Direct Thermal Neutron Radiography Examination*, pp. 511-516, USA, 1991.
- [21] HARMS A. A, GARSIDE, B. K., CHAN, P. S. W., Edge Spread Function to Neutron Radiography, *Journal of Applied Physics*, (43)9:3863-67,1972.
- [22] LINDSAY, J. T. The MTF Method for Neutron Radioscopy Imaging System Characterization. In *Proceedings of Sixth World Conference on Neutron Radiography*, Osaka, Japan, May, 17-21 1999.
- [23] <http://www.webelements.com>

- [24] LIMA, C.T.S., CRISPIM, V. R., SANTOS, W.M.S, “Tela Conversora Nacional Neutronografia”, In: *Ata do XXVII Reunião de Trabalho de Física Nuclear no Brasil*, vol I, pp. 34, Santos, Set. 2004.

## ANEXO I

Espectro por fluorescência de raios-x do cloreto de gadolínio, realizada no Laboratório de Espectrometria por Fluorescência de Raios-X, do IEN/CNEN, evidenciando que o teor de contaminação da substância pelo elemento ferro é insignificante.

