Universidade de São Paulo
Instituto de Física

Estudo do Comportamento de Sinais OSL de BeO e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ usando o Modelo OTOR Simplificado e Método dos Mínimos Quadrados

Leonardo dos Reis Leano Soares

Orientador(a):

Prof.(a) Dr.(a) Elisabeth Mateus Yoshimura

Dissertação de mestrado apresentada ao Instituto de Física da Universidade de São Paulo, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre(a) em Ciências.

Banca Examinadora:

Profa. Dra. Elisabeth M. Yoshimura (orientadora - IFUSP)

Prof. Dr. Neilo Marcos Trindade (IFSP)

Profa. Dra. Divanizia Souza (UFSE)

São Paulo
2018

FICHA CATALOGRÁFICA
Preparada pelo Serviço de Biblioteca e Informação
do Instituto de Física da Universidade de São Paulo

Soares, Leonardo dos Reis Leano

Estudo do comportamento de sinais OSL de BeO e Al₂O₃:C usando o modelo OTOR simplificado e método dos mínimos quadrados. São Paulo, 2018.

Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo. Instituto de Física. Depto. de Física Nuclear.

Orientador: Profa. Dra. Elisabeth Mateus Yoshimura.
Área de Concentração: Física.

Unitermos: 1. Física experimental; 2. Física da matéria condensada; 3. Física médica.

USP/IF/SBI-091/2018

University of São Paulo
Physics Institute

Study of the Behavior of OSL Signals of BeO and Al₂O₃:C using the Simplified OTOR Model and Least Square Method

Leonardo dos Reis Leano Soares

Supervisor: Prof. Dr. Elisabeth Mateus Yoshimura

Dissertation submitted to the Physics Institute of the
University of São Paulo in partial fulfillment of the
requirements for the degree of Master of Science.

Examining Committee:

Profa. Dra. Elisabeth M. Yoshimura (orientadora - IFUSP)

Prof. Dr. Neilo Marcos Trindade (IFSP)

Profa. Dra. Divanizia Souza (UFSE)

São Paulo
2018

Resumo

A dosimetria das radiações alfa, beta e gama é importante para diversas áreas aplicadas, sendo utilizada na proteção radiológica de pacientes e profissionais que se expõem a esses tipos de radiações. Com estudos dosimétricos pode-se obter melhores estimativas de dose absorvida, e ter mais precisão na estimativa de riscos populacionais. As técnicas de Termoluminescência (TL) e Luminescência Ópticamente Estimulada (OSL) são utilizadas para essas aplicações dosimétricas. Estudos recentes têm mostrado que alguns materiais dosimétricos conhecidos como óxido de alumínio dopado com carbono ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$) e óxido de berílio (BeO) sofrem mudanças no formato observado dos sinais OSL com relação as taxas de dose e tipos de radiação. O principal objetivo desse trabalho foi analisar os formatos dessas curvas e verificar quantitativamente, se existem ou não mudanças nos formatos dos sinais OSL dos dosímetros irradiados com diferentes tipos de radiação e taxas de dose. Sob o modelo de uma armadilha e um centro de recombinação (OTOR) foram estudados os sinais OSL com estímulo contínuo (CW-OSL). O modelo OTOR é simples, mas não possui solução analítica e as soluções computacionais são custosas pelo número grande de variáveis e parâmetros. Nesse trabalho, foi necessário realizar algumas simplificações para obtenção de um modelo ainda mais simples para ajuste nos dados. O modelo OTOR simples apresenta um comportamento de decaimento exponencial na descrição do sinal CW-OSL. Uma outra abordagem de extensão do modelo OTOR-simples foi a utilização do modelo com duas armadilhas independentes e um centro de recombinação, que resulta em dois decaimentos exponenciais. Para obtenção dos parâmetros que descrevem o sinal CW-OSL com esses modelos, foi utilizado o método dos mínimos quadrados (MMQ), com refinamento dos parâmetros pelo método de Gauss. O modelo de dois decaimentos exponenciais mostrou-se superior em qualidade com análise do parâmetro χ^2 e do comportamento dos resíduos em relação ao modelo de um decaimento exponencial para ambos os materiais utilizados. Com os ajustes, foi possível verificar diferenças nos comportamentos do sinal CW-OSL das amostras irradiadas em diferentes situações. As diferenças observadas nos comportamentos são apresentadas pelos parâmetros de decaimento ou de sinal inicial, ou pelas relações entre esses. Os parâmetros ajustados mostram que os sinais OSL provenientes do $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ e do BeO irradiados com alfa, beta e gama apresentam diferenças significativas nos comportamentos. As diferenças verificadas pelos ajustes dos sinais CW-OSL apresentados pelos dosímetros irradiados com beta e gama podem ter sido em parte causadas por efeito de *fading*, que afeta de maneira distinta os formatos das curvas e parâmetros ajustados. Nas irradiações com radiação gama com faixas de doses (de 22 a 122 mGy) e taxas doses absorvidas (de 0.024 a 1.66 Gy/s) não foram observados diferenças significativas nos sinais OSL.

palavras chaves: Luminescência oticamente estimulada, óxido de berílio, óxido de alumínio dopado com carbono, modelo OTOR, ajustes de funções, MMQ.

Abstract

The dosimetry of alpha, beta and gamma radiation is important in various applied areas, it is used in radiation protection of patients and professionals who are exposed at this kind of radiation. With dosimetric studies, it is possible to better estimate the absorbed dose, and population risks. Thermoluminescence (TL) and Optically Stimulated Luminescence (OSL) techniques are used for these dosimetric applications. Recent studies have shown that some known dosimetric materials as carbon doped aluminum oxide ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$) and berilium oxide (BeO) undergo changes in OSL signal behavior related to dose rates and types of radiation. The main objective of this work was to analyse the formats of these curves and quantitatively verify whether or not there are changes in OSL signal of the dosimeters irradiated with different types of radiation and dose rates. Under the model of one trap one recombination center (OTOR) the continuous wave – OSL (CW-OSL) signals were studied. The OTOR model is the simplest model, but has no analytical solution and the computational solutions are costly by the large number of variables and parameters. In this work, it was necessary to make some simplifications in order to obtain a simple model that could be fitted to the data. The simple-OTOR model shows an exponential decay behavior in the CW-OSL signal description. Another extension approach to the simple-OTOR model was the model with two independent traps and one recombination center, that results in two exponential decays. To obtain the parameters that describe the CW-OSL signal with these models, the least square method (LSM) was used, with parameter refinement by Gauss method. For both the materials the two exponential decay model proved to be superior in quality to the one exponential decay by the analysis of the parameter χ^2 and the behavior of the residuals. With the fittings, it was possible to verify differences in the behavior of the CW-OSL signal of the samples irradiated in different situations. These differences observed are presented in the decay or initial signal parameters, or in their ratios. Fitted parameters show that OSL signals from $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ and BeO irradiated with alpha, beta and gamma exhibit significant differences in behavior. The differences verified by the fittings of the CW-OSL signals presented by beta and gamma irradiated dosimeters may in part have been caused by fading effect, which affects in a different way the shapes of the curves and fitted parameters. Gamma irradiation with dose and absorbed dose rate ranges from 22 to 122 mGy and from 0.024 to 1.66Gy/s respectively did not produce significant differences in OSL signals.

Keywords: optically stimulated luminescence, berilium oxide, aluminum oxide carbon doped, OTOR model, LSM.

Agradecimentos

Agradeço a minha orientadora pela compreensão, paciência e suporte, mesmo eu reclamando, e agradeço também por todas as conversas que tivemos e experiências trocadas levarei isso sempre em minha vida.

Agradeço ao grupo pelas trocas valorosas de informação, e agradeço em especial a técnica Nancy pelos apoios prestados nos laboratórios.

A galera do café Shock (Raphael Henrique), LM (Leandro Mariano), Felisberto Gomes pelas trocas de ideias e ajudas prestadas com relação as pesquisa.

Aos alunos de IC Luan, Marcela, Patricias que me acompanharam e fizeram medidas junto a mim.

Agradeço a minha família, em especial a minha mãe pela compreensão e suporte que me foi dado mesmo com as dores de cabeça que dei a ela, ao meu irmão Hugo por ter me ajudado com recursos informacionais, ao meu irmão Vitor pelas risadas que me proporcionou, e a minha sobrinha Juliane por ter me dar motivação para continuar a terminar o que havia começado.

Agradeço a minha tia e primos Tia Cristina, Clóvis, Felipe (oh menino!) pelo boost e suporte final que precisei.

Agradeço muito a minha mãe (avó) Janelita dos Reis Leano por ter me dado apoio emocional, suporte, acolhimento e motivação para continuar mesmo eu não acreditando mais em meu trabalho.

Agradeço a galera da Rep69 Renato (*"hours of exposition"*), Felipe (vacilão), Kuki (estressadão), Lucas (Vampirão), Thomas (Frânces), Julio (*Acharya*), Piero (*Jah Praier*), Karine (vizinha), Caio (agregado) e as plantinhas, pelas rizadas, experiências trocadas, companhia que todos me deram, guardarei essas lembranças com carinho.

Aos Meus amigos Escudeiro (Rafael), Ivanildo, Marcus Vinicius Saad (Dona Jake-line), Maria Lucia Gubolin e Kah (Katia Izawa), pelo suporte emocional, companhia, pelos memes, e empatia nos momentos de fraqueza e desamparo devidas as diversas intemperes sofridas nesse processo, agradeço a essas pessoas do fundo do meu coração por terem tentado me fazer rir mesmo em situações em que preferia chorar.

Agradeço a Comissão Nacional de Energia Nuclear (CNEN) pela bolsa.

Leonardo Leano
2018

Sumário

Resumo	vii
Abstract	ix
1 Introdução	1
1.1 Luminescência Oticamente Estimulada-OSL	2
1.2 Modelo de uma armadilha e um centro de recombinação - OTOR [4] . . .	3
1.2.1 Modelo OTOR - simplificado	6
1.3 Termoluminescência - TL	7
1.4 Radiações ionizantes, aplicações e fontes	7
1.4.1 Radiação alfa [33]	7
1.4.2 Radiação beta [33]	8
1.4.3 Radiação gama [33]	8
1.5 Óxido de Berílio	8
1.6 $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$	15
1.6.1 Monocristais	15
1.6.2 <i>Luxel</i>	17
2 Metodologia	19
2.1 Amostras utilizadas	19
2.1.1 Óxido de Berílio (BeO)	19
2.1.2 <i>Luxel</i> ($\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$)	19
2.1.3 Monocristais de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$	19
2.2 Equipamento de Aquisição Risø	21
2.2.1 Luminescência oticamente estimulada - OSL	21
2.2.2 Termoluminescência - TL	21
2.2.3 Estudo e caracterização de incertezas	22
2.3 Irradiadores	23
2.3.1 Amerício - 241, alfa	23
2.3.2 Estrôncio-90/Ítrio-90 ($^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$), beta	23
2.3.3 Cobalto-60, gama	24
2.4 Metodologias de análise	25
2.4.1 Método dos Mínimos Quadrados	25
2.4.2 Avaliação da taxa de dose no sistema Risø	30

3	Análise e Resultados	31
3.1	Estudo e caracterização de incertezas	31
3.2	Taxa de dose em função da distância da fonte de Co-60	36
3.3	Validação das rotinas de análise de curvas - OSL	39
3.4	Avaliação da taxa de dose no sistema Risø	42
3.4.1	Calibração das irradiações com BeO	42
3.4.2	Calibração das irradiações com <i>Luxel</i>	44
3.4.3	Conversão de doses absorvidas no Risø	46
3.5	Amostras de Óxido de Berílio	47
3.5.1	Ajustes de um decaimento exponencial	51
3.5.2	Ajustes de dois decaimentos exponenciais	54
3.5.3	Influência de <i>fading</i> nos sinais CW-OSL do BeO	58
3.5.4	Variação das taxas de dose	63
3.6	Amostras de Luxel	65
3.6.1	Ajustes de um decaimento exponencial	67
3.6.2	Ajustes de dois decaimentos exponenciais	68
3.6.3	Variação das taxas de dose	70
3.7	Amostras monocristalinas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$	73
3.7.1	Irradiadas com beta	73
3.7.2	Irradiadas com alfa	75
3.7.3	Comparação entre alfa e beta	76
3.7.4	Ajustes de um decaimento exponencial	77
3.7.5	Ajustes de dois decaimentos exponenciais	80
3.7.6	Comparação com TL	81
4	Discussões	83
4.1	Instrumentação	83
4.2	Avaliação da taxa de dose no sistema Risø	84
4.3	MMQ	84
4.4	BeO	84
4.5	<i>Luxel</i>	85
4.6	monocristais $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$	86
5	Conclusões	89
	Referências	91
	Apêndice A - Biblioteca em Python	95

Capítulo 1

Introdução

As radiações ionizantes possuem diversas aplicações na indústria para produção de energia, para medida e controle de espessuras de filmes, para detecção de fumaça dentre outros, e também na medicina em radiofármacos, radiodiagnóstico e radioterapia. Como a radiação ionizante oferece riscos a saúde é importante ter estimativas das doses absorvidas, e para tal finalidade são utilizados materiais dosimétricos que conseguem armazenar esse tipo de informação. Para quantificação e qualificação das doses são utilizadas atualmente duas técnicas, a luminescência opticamente estimulada (OSL) e a termoluminescência (TL).

Estudos recentes mostram que diversas condições de irradiação e leitura alteram os comportamentos dos sinais OSL de diversos materiais dosimétricos, e isso dificulta a avaliação das doses absorvidas.

Foi observado por Flint et al(2006)[1] e Sawakuchi et al (2008)[2] que em $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$, para doses altas, o comportamento das curvas de dose reposta com sinal OSL integrado se altera com a dose. Flint et al(2006) [1] observam que o formato dos sinais OSL muda com a transferência linear de energia (LET) da radiação para doses altas. Em outro estudo de Barnerjee et al(2002)[3], foram realizadas simulações do modelo de Bailey [4] para amostras de quartzo natural para taxas de dose 0.001 e 0.1 Gy/s, e foram verificadas mudanças nos sinais OSL. Sawakuchi et al(2008)[2] realizaram irradiações com partículas carregadas pesadas em $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$, e verificaram que, para partículas com baixa energia, a curva de eficiência em função do LET começa a depender do tipo de partícula para energias baixas. Os estudos apresentados sugerem que os comportamentos dos sinais OSL dependem da dose, das taxas de dose e tipos de partículas.

Flint et al(2006) [1] fizeram experimentos e leituras de amostras de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ com dois tipos diferentes de filtros U-340(transmissão em 200-400nm) e Kopp5113(transmissão em 390-430nm). Majgier et al(2017)[5] irradiaram amostras de cloreto de potássio com 0.62Gy e 0.32Gy com raios-X e armazenaram com tempos diversos, e verificaram que isso tinha influência no sinal OSL integrado. Umisedo et al(2010) [6] fizeram uma comparação com estímulos azul e verde nos sinais OSL obtidos das amostras de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ irradiadas com fonte de radiação beta. Os estudos apresentados mostram que as condições de leitura afetam o comportamento observados dos sinais OSL.

Para os dosímetros OSL, que apresentam reposta proporcional a dose absorvida, essa proporcionalidade pode depender do tipo de feixe de radiação e da taxa de dose. Portanto

conhecer tipo de partícula ou taxa de dose pode ajudar a melhorar a determinação das doses absorvidas.

Nesse trabalho são estudados, com o auxílio de modelos de populações de armadilhas, os comportamentos OSL de três tipos de materiais dosimétricos: o óxido de berílio na forma de cerâmica, monocristais de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ e pó de cristal de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ entre filmes plásticos (*Luxel*). Esses são os materiais OSL mais utilizados no mundo para finalidade de monitoração individual [7].

O estudo do comportamento das curvas de emissão OSL tem a finalidade de obtenção de informações que possam melhorar compreensão das componentes dos sinais OSL, e possível aplicação em protocolos de avaliação de dose repostas.

Nessa dissertação são abordados os processos da OSL, modelo utilizado para entendimento dos comportamentos dos sinais OSL, apresentação da técnica TL como técnica complementar, as fontes e radiações empregadas e informações sobre os dosímetros utilizados nesse trabalho.

1.1 Luminescência Oticamente Estimulada-OSL

Com o desenvolvimento mais recente da técnica de OSL, dadas as suas vantagens intrínsecas, por exemplo rapidez de resposta, alta sensibilidade, possibilidade de obtenção de resultados praticamente no local da irradiação, por ser totalmente ótico [7], tem-se buscado materiais que também possam ser empregados na radiologia diagnóstica. O material mais empregado no momento para dosimetria OSL é $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$, que tem número atômico efetivo elevado ($Z_{eff} = 11.8$), o que faz com que sua sensibilidade seja muito dependente da energia dos fótons, reduzindo a precisão da avaliação das doses absorvidas. A possibilidade do emprego de BeO ($Z_{eff} = 7.2$) vem sendo estudada, com alguns resultados promissores [8]. Por outro lado, diversos autores têm verificado que alguns materiais OSL tem o formato de curva de emissão (luz emitida em função do tempo de iluminação, para OSL adquirida em com estimulação contínua, conhecida como CW-OSL) modificado pelo tipo da radiação que depositou a dose [1], ou pela dose ou pela taxa dose absorvida no material [9], ou ainda pelo tratamento anterior que se submeteu o detector [10]. O estudo das mudanças nos comportamentos dos sinais OSL obtidos dos dosímetros por luminescência oticamente estimulável D-OSL podem ser explorados para, por exemplo, qualificar o tipo de radiação que depositou a dose.

Os DOSL são materiais isolantes que possuem propriedades interessantes para obtenção de informações que podem quantificar riscos populacionais. Esses, ao receberem radiação ionizante, armazenam a informação sobre a dose absorvida e essa informação pode ser obtida por meio de técnicas como a OSL [7].

Na obtenção das informações sobre D-OSL, esses, em suma, passam por três processos:

- **Excitação:** irradiação do dosímetro com radiação ionizante.
- **Relaxação:** acomodação das cargas.

- **Estimulação:** Estimulação do dosímetro, no caso com luz, e realização da leitura do sinal gerado.

A Figura 1.1 ilustra os processos de excitação, relaxação e estimulação.

Figura 1.1: Diferentes estágios que um dosímetro-OSL está sujeito [7]. em (a) é apresentado o período de excitação, em (b) o período de relaxação e em (c) estimulação com luz.

Sob a luz de modelos de armadilhas discretas de elétrons e buracos são estudados os comportamentos das curvas OSL dos materiais irradiados com radiação ionizante. O modelo mais simples para esse processo é o modelo de uma armadilha e um centro de recombinação (*one-trap and one-recombination center*, OTOR).

1.2 Modelo de uma armadilha e um centro de recombinação - OTOR [4]

Esse modelo contempla os três processos (excitação, relaxação, estimulação) fornecendo dois sistemas de quatro equações não lineares e um sistema de três equações:

Excitação:

$$dn_v/dt = X - B(M - m)n_v \quad (1.1)$$

$$dm/dt = -A_m m n_c + B(M - m)n_v \quad (1.2)$$

$$dn/dt = A_n(N - n)n_c \quad (1.3)$$

$$dn_c/dt = dm/dt + dn_v/dt - dn/dt \quad (1.4)$$

Relaxação:

$$dn_v/dt = -B(M - m)n_v \quad (1.5)$$

$$dm/dt = -A_m mn_c + B(M - m)n_v \quad (1.6)$$

$$dn/dt = A_n(N - n)n_c \quad (1.7)$$

$$dn_c/dt = dm/dt + dn_v/dt - dn/dt \quad (1.8)$$

Estimulação:

$$dm/dt = -A_m mn_c \quad (1.9)$$

$$dn/dt = -pn + A_n(N - n)n_c \quad (1.10)$$

$$dn_c/dt = dm/dt - dn/dt \quad (1.11)$$

Onde as constantes $M(m^{-3})$ e $N(m^{-3})$ são as concentrações máximas de centros de recombinação e de armadilhas de elétron dos dosímetros, respectivamente. As variáveis $m(m^{-3})$, $n_c(m^{-3})$, $n_v(m^{-3})$ e $n(m^{-3})$ são as concentrações de buracos em centros de recombinação, de elétrons na banda de condução, de buracos na banda de valência e de elétrons armadilhados, respectivamente. As grandezas $A_n(m^{-3}s^{-1})$, $A_m(m^{-3}s^{-1})$ e $B(m^{-3}s^{-1})$ são as probabilidades de rearmadilhamento de elétrons da banda de condução em armadilhas de elétrons, de recombinação de elétrons em centro de recombinação e de armadilhamento de buracos da banda de valência em centro de recombinação respectivamente. $X(m^{-3}s^{-1})$ é taxa de elétrons e buracos criados por unidade de volume por radiação ionizante, que é proporcional a taxa de dose absorvida no dosímetro. $p(m^{-3}s^{-1})$ é probabilidade de transição por unidade de tempo. A Figura 1.2 mostra o esquema do modelo, a relação entre os parâmetros do modelo e significado de cada parâmetro. Do modelo é importante ressaltar que X depende do tipo de radiação a que o dosímetro é exposto e sua forma de interação com relação a esse tipo de excitação. Já o parâmetro p depende do tipo de iluminação: comprimento de onda utilizado, intensidade da luz incidente, seção de choque.

A intensidade do sinal OSL resultante desses processos é:

$$I_{OSL} \propto |dm/dt| \quad (1.12)$$

Os sistemas de equações de 1.1 até 1.11 não possuem solução analítica, as resoluções desses sistemas computacionalmente também são custosas e como esse modelo possui muitos parâmetros a serem ajustados torna o problema muito complicado, e como só temos para análise a intensidade em função do tempo de iluminação, há um conjunto muito grande de soluções (conjuntos distintos de parâmetros) que solucionariam o sistema de equações mas não necessariamente essa abordagem resultaria em uma solução razoável.

Figura 1.2: Diagrama do modelo OTOR. Adaptada de [4].

1.2.1 Modelo OTOR - simplificado

O modelo OTOR é de difícil aplicação para análise como foi explicitado na seção anterior. O que pode ser feito para diminuir a complexidade do problema é admitir algumas condições ideais e tratar apenas o conjunto de equações referentes ao que é medido, no caso só o período de estimulação (terceiro conjunto de equações do modelo OTOR, equações 1.9, 1.10 e 1.11). São assumidas simplificações para o período de estimulação.

Proposições:

1. $\frac{dn_c}{dt} \approx 0$ e $\frac{dn_v}{dt} \approx 0$; $n_v \approx \text{cte}$ e $n_c \approx \text{cte}$;
2. $A_n = 0$, ou seja, não há possibilidade de rearmadilhamento;
3. N e M são suficientemente grandes, ou seja, os números de armadilhas e centros de recombinação são suficientes para o processo;
4. m , o número de centros de recombinação disponíveis, deve ser grande o suficiente para que todos os elétrons desarmadilhados possam se recombinar.

As proposições 3 e 4 são por completeza, significando que os números totais de armadilhas e centros de recombinação são suficientes para que todos os elétrons armadilhados possam se recombinar.

Aplicando a proposição 1 na equação 1.11, obtém-se que a variação dos elétrons armadilhados é igual à variação do número de centros de recombinação:

$$\frac{dn}{dt} = \frac{dm}{dt} \quad (1.13)$$

Aplicando a proposição 2 na equação 1.10, obtém-se o comportamento da variação elétrons armadilhados e por conseguinte a variação do número de centros de recombinação disponíveis, obtendo-se assim a equação diferencial com solução analítica para o número de elétrons armadilhados:

$$\frac{dn}{dt} = \frac{dm}{dt} = -pn \quad (1.14)$$

Essas proposições geram o seguinte modelo de comportamento do sinal OSL:

$$dn/dt(t) \approx -pn(t) \quad (1.15)$$

$$n(t) \approx n_0 e^{-pt} \quad (1.16)$$

$$I \propto |dm/dt| = |dn/dt| \quad (1.17)$$

$$I \propto pn(t) \quad (1.18)$$

$$I \propto I_0 e^{-pt} \quad (1.19)$$

Aplicando esse modelo aos sinais OSL obtidos, a partir de taxas de dose ou tipos de partículas diferentes, pode-se perceber variações, se elas existirem, pelas mudanças nos

parâmetros.

Um modelo por expansão natural seria a associação de outros tipos de armadilhas, que se comportam da mesma maneira que o modelo OTOR. Porém ao assumir mais armadilhas pode haver interações entre um tipo e outro.

Um modelo útil, e natural da discussão anterior, é admitir dois tipos de armadilhas não interagentes que seguem as mesmas condições citadas para um decaimento exponencial 1.19, resultando, assim, em um modelo de dois decaimentos exponenciais para descrever o comportamento dos sinais OSL dos dosímetros. Ajuste de duas exponenciais dos sinais CW-OSL de amostra de BeO irradiada com radiação beta(6.3 mGy) foi realizada por Bulur & Yeltik [11].

1.3 Termoluminescência - TL

Esse método consiste em estimular termicamente os dosímetros, em vez de empregar estímulo luminoso como em OSL. Essa técnica é complementar aos estudos realizados com a técnica OSL, sendo frequentes armadilhas termicamente estimuláveis serem também opticamente estimuláveis. Estudos de comportamento dos sinais OSL após aquecimento parcial dos dosímetros são muito frequentes, e estudos dos comportamentos dos sinais TL após estimulação com luz também o são.

Uma das análises que podem ser realizadas com esse tipo de método é ter uma estimativa do número de tipos de armadilhas termicamente estimuláveis e opticamente estimuláveis presentes no dosímetro. Esse tipo de informação é bastante importante no momento da avaliação dos modelos a serem aplicados para descreverem os comportamentos dos sinais OSL. Saber quantos tipos de armadilhas opticamente estimuláveis existem no dosímetro é importante na escolha dos modelos para descrever os comportamentos dos sinais OSL, tornando possível a comparação entre modelos teóricos e os dados experimentais.

A TL é amplamente utilizada em dosimetria na estimativa de dose, embora possua algumas desvantagens com relação a avaliação da dose com a técnica OSL, por ser um método que utiliza como estímulo calor ao invés do estímulo ótico como no caso do OSL. Como a TL utiliza calor na obtenção dos sinais luminescentes deve-se tomar os devidos cuidados para não danificar o material por efeito de aquecimento. Pelo aquecimento na TL ser feito de modo resistivo, deve-se tomar algumas precauções com problemas como oxidação, o que reduz a vida útil dos equipamentos e aumenta a necessidade de manutenção. Já a técnica OSL não possui esse tipo de problema pelas leituras serem realizadas inteiramente com meio ótico.

1.4 Radiações ionizantes, aplicações e fontes

1.4.1 Radiação alfa [33]

As partículas alfa são núcleos de Hélio geralmente provenientes de átomos de núcleos pesados (números atômicos ≥ 83) como Polônio-210, Radônio-226 e Amerício-241. As

partículas alfa possuem diversas aplicações práticas, como em detectores de fumaça e alguns radiofármacos.

As partículas alfa, provenientes de desintegrações nucleares (energias típicas entre 4 e 8 MeV), por não possuírem altas energias cinéticas, não têm grande alcance, percorrendo apenas em alguns centímetros no ar. Por esse motivo as fontes de radiação alfa não apresentam grandes riscos a saúde, se não forem ingeridas ou inaladas.

Por essas partículas não possuírem grande alcance em meio material existe uma dificuldade com relação às irradiações de dosímetros. Como a penetração dessas partículas nos dosímetros não é homogênea (deposição somente nas camadas superficiais), é difícil atribuir uma quantidade de dose, dado que essa grandeza é definida pela energia depositada por unidade de massa.

1.4.2 Radiação beta [33]

Os raios beta negativos são elétrons provenientes de núcleos instáveis com excesso de nêutrons, que podem decair em um próton, um elétron e um neutrino; Equação 1.20.

A radiação beta possui aplicações tanto na indústria, podendo ser utilizada na estimativa de espessura de filmes, quanto na área medicina nuclear e na radioterapia.

As partículas beta por serem radiação ionizante podem causar danos celulares por processos estocásticos. Essas partículas possuem penetração moderada em tecido, e podem ser utilizadas nos tratamentos de braquiterapia em pele e olhos. Um efeito indesejado, que é importante ser mencionado, é a indução de câncer, e por esse motivo é importante a quantificação das doses absorvidas desse tipo irradiação para proteção radiológica.

1.4.3 Radiação gama [33]

Os raios gama são provenientes de uma transição em geral posterior a um decaimento beta ou alfa. O núcleo após realizar o decaimento beta (ou alfa), fica em um estado excitado, e sofre uma transformação isomérica e nessa transição libera o raio gama.

A Figura 1.3 apresenta a importância relativa de tipos de interação de fótons com a matéria considerando energias e números atômicos. Os raios gama possuem baixa efetividade com relação a produção de fotoelétrons, na faixa do número atômico próximos aos valores do corpo humano; faixa de Z_{eff} da água e do grafite (7.51 e 6 respectivamente).

1.5 Óxido de Berílio

Cerâmicas de BeO apresentam TL e OSL. Esse material foi estudado com a técnica

de TL para dosimetria, mas verificou-se que era muito fotossensível, tornando-se assim um candidato aos estudos de OSL para dosimetria [7, 11, 13, 14]. Embora venha sendo empregado em dosimetria, o material apresenta *fading*¹, e sua curva de emissão tem características ainda não bem compreendidas. A curva de emissão OSL foi decomposta em sinal de decaimento rápido (S2), sinal de decaimento lento (S3) e fototransferência² (S1) [14], conforme a Figura 1.4.

O BeO apresenta 3 componentes na curva de emissão TL em 50-100°C, 160-240°C e 320-370°C para amostras irradiadas com 125mGy de dose, segundo Bulur e Göksu[14] Figura 1.5.

Outro estudo com dose menor citou que a componente entre 50-100°C é instável a temperatura ambiente [13]. A Figura 1.6 mostra a curva TL obtida desse estudo.

Outro estudo realizado por Bulur e Yeltik [11] foi a avaliação do comportamento dos sinais CW-OSL de amostras de BeO com modelo de dois decaimentos exponenciais [11]. A Figura 1.7 mostra os resultados obtidos do estudo. Foi observado a existência de um artefato no início dos resíduos apresentados pelo ajuste, Figura 1.7, da referência [11], e muito provavelmente esse observado foi proveniente de efeito de *fading* apresentado pelo BeO.

¹ Esvanecimento do sinal após um tempo depois das irradiações [7]

² fototransferência: efeito gerado por armadilhas profundas que geram contribuição nos sinais OSL tornando-se mais importantes para longos períodos de estimulação.

Figura 1.3: Importância relativa dos diversos processos de interação dos fótons com a matéria em função da energia do fóton e do número atômico do meio material. Adaptado de [12].

Figura 1.4: Composição dos sinais CW-OSL da cerâmica de BeO (Thermalox2 995), onde S_2 representa o decaimento rápido, S_3 decaimento lento e S_1 fototransferência. Sinal OSL obtido com 125mGy de dose a 50 °C e lido com pré aquecimento (*pre-heating*) de 125°C por 125 s para remoção de quaisquer contribuições de centros de recombinações instáveis [14].

Figura 1.5: TL da cerâmica de BeO (Thermalox2 995) irradiadas com 125mGy, apresentando componentes entre 50-100°C, 160-240°C e 320-370°C [14].

Figura 1.6: Intensidade dos sinais TL do BeO antes de leitura OSL (triângulos vazios) e depois de leitura OSL (círculos vazios), e leitura OSL com tempo de estimulação curto (quadrados cheios) e sinais TL de BeO até 450°C (linha-ponto-ponto-linha). Sinal inicial OSL característico do BeO são apresentados nos eixos a direita e acima, e os sinais TL são apresentados nos eixos a esquerda e abaixo. Antes das leituras OSL, os detectores de BeO foram aquecidos a 250°C, e depois realizada a leitura OSL, isso foi permitiu a realização da leitura TL até 450°C. O primeiro pico principal (70°C) não aparece, por que esse é instável a temperatura ambiente [13].

Figura 1.7: Sinal OSL obtidos de amostra de BeO irradiadas apresentando ajuste de duas exponenciais e resíduos do ajuste [11].

1.6 $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$

Desde as primeiras aplicações em dosimetria e o desenvolvimento do cristal $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ como material OSL, floresceu a aplicação deste na dosimetria pessoal. Esse material tem sido adotado mundialmente depois do desenvolvimento do *Luxel* (pó em filme plástico) pela Landauer Inc., USA. Atualmente o *Luxel* domina a área comercial de dosimetria como dosímetros pessoais baseados na técnica OSL [7].

O $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ é adotado como dosímetro OSL padrão para diversas aplicações por apresentar comportamentos de dose resposta lineares em uma larga faixa de dose pelo menos de 0.1 a 3.3Gy [15]. Flint et al.[1] e Sawakuchi et al [2], mostraram que o $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ para doses altas apresenta uma supralinearidade, Figura 1.8.

Figura 1.8: Supralinearidade apresentada pelo $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$. Em (a), exemplo de curva de dose-resposta do $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ irradiado com raios-X de 6MV, os sinais OSL foram integrados em 10s (S_{1-10s}) de estimulação contínua com LED verde (520-540nm) e filtro U-340, adaptado de Flint et al (2006) [1]. Em (b), exemplo de curva de dose-resposta do *Luxel* ($\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ entre filmes) irradiado com $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ sinais OSL foram integrados em 300s de estimulação contínua com LED verde (525nm) e filtro U-340, adaptado de Sawakuchi [2].

Flint et al(2006) [1] observaram mudanças nos comportamentos das curvas OSL com relação as doses absorvidas, Figura 1.8(a) e comentam que comportamento pode ter tido origem na saturação da resposta dos dosímetros, Figura 1.9. Essa mudança no comportamento explica a supralinearidade observada por Flint et al (2006) [1] e Sawakuchi et al (2008) [2]. Flint, também, observa a mudança de comportamentos com relação ao tipo de radiação (raios-X e feixe de prótons), Figura 1.9.

1.6.1 Monocristais

A vantagem em trabalhar com monocristais de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ é a possibilidade de se realizar tratamento térmico (eliminando sinal de armadilhas profundas) e a realização de leitura TL. Porém trabalhar dessa forma apresenta problemas com relação a homogeneização dos

Figura 1.9: Parâmetro de formato como função da dose por sinal OSL(estímulo com 520-540nm), leituras com filtro Hoya U-340. O parâmetro de formato é definido como a integral em 10s dividido pelo sinal inicial em 1s de estimulação. Os dosímetros($\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$) foram irradiados com raios-X de 6MV e prótons de 140 e 250 MeV. O gráfico menor mostra o sinal OSL normalizado como uma função do tempo para doses de 1, 10 e 100Gy [1].

defeitos nos dosímetros, no momento do crescimento desses cristais, gerando diferentes comportamentos nos sinais TL e OSL apresentados pelas amostras. Para superar parcialmente esse problema é necessário realizar uma seleção das amostras utilizadas.

Esse material apresenta em seus sinais TL componentes entre 50-75°C, 190-200°C e 270-280°C. A componente do sinal TL entre 50-70°C é instável a temperatura ambiente, e a componente entre 270-280°C nem sempre é apresentada nesses monocristais e em muitas vezes que essa aparece presente confunde-se com a outra componente de 190-200°C. Essas diferenças apresentadas nos sinais TL, são devidas as dificuldades em controlar os defeitos no momento do crescimento desses cristais. Outro efeito observado é a dificuldade em relação ao esvaziamento do sinal por armadilhas profundas diminuindo um pouco o efeito da componente TL entre 270-280°C, tratamentos térmicos a temperaturas elevadas acima de 1000°C minimizam esse efeito, mas não eliminam completamente essa componente [16].

McKeever (1999) [17] cita algumas condições para provocar defeitos no momento do crescimento dos cristais de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ e mostra a complexidade dos processos e como eles influenciam nos sinais TL e OSL. McKeever conclui que processos fotocromicos envolvendo transferências de elétrons e buracos entre centros do tipo F e F^+ são conhecidos por ocorrerem durante as leituras TL, com envolvimento de armadilhas profundas, em especial armadilhas de buracos profundas, próximas a 900K e armadilhas profundas, instáveis a temperaturas de 1200K ($\approx 925^\circ\text{C}$). E conclui também, que armadilhas rasas são importantes na composição do sinal OSL, e isso tornam o sinal OSL dependente da temperatura.

1.6.2 *Luxel*

No $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ monocristalino é difícil o controle de defeitos no momento do crescimento, e trabalhar com esse material no formato de pó e controlando a quantidade a ser utilizada reduz esse tipo de problema pela homogenização, pois assim os cristais com diversos tipos e concentrações de defeitos estariam misturados. Trabalhar com o pó de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ é difícil pelo manuseio e controle das quantidades a serem utilizadas. O *Luxel* é um dosímetro comercial que se constitui de quantidades controladas de pó de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ acondicionado entre filmes plásticos. Ao se trabalhar com o *Luxel* diminuem esses problemas (a homogenização dos defeitos e do manuseio do pó) dado que por possuir diversos cristais com diversos defeitos distribuídos homogeneamente reduz as diferenças entre os comportamentos dos sinais OSL de cada amostra.

A remoção de sinal residual no *Luxel* torna-se uma dificuldade, dado que é constituído de fitas plásticas a utilização de tratamento térmico torna-se inviável e a remoção dos sinais residuais torna-se puramente ótica [6]. Em estudo anterior feito pelo laboratório foi verificada a dificuldade na eliminação de sinal de armadilhas profundas com a utilização de luz amarela (banda larga) e verde (525nm). No mesmo estudo foi verificado que para longas estimulações com luz azul (470nm) o *Luxel* apresenta efeito de fototransferência [6].

Capítulo 2

Metodologia

2.1 Amostras utilizadas

2.1.1 Óxido de Berílio (BeO)

As amostras de óxido de berílio utilizadas são cerâmicas Thermalox 995 fabricados pela *Materion Ceramics* apresentando pureza de 99,5% no formato de paralelepípedos quadrados de lado 4.7 mm e espessura de 0.5 mm [18].

O procedimento para preparação das amostras adotado foi o seguinte: antes das irradiações esses dosímetros são colocados em um forno a 400°C durante um tempo de 2h. Esse procedimento é adotado para eliminação de possíveis sinais residuais.

2.1.2 *Luxel* ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$)

Esses dosímetros são constituídos de cristais de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ entre duas camadas plásticas são produzidos no formato de fita (*Luxel*TM usadas nos sistemas InLightTM da Landauer [6, 7]) de espessura de 0.3 mm. As fitas de *Luxel* são cortadas em um formato circular com diâmetros de 6 mm.

O procedimento adotado para preparação das amostras para irradiação e leitura foi: os dosímetros são deixados sob a iluminação de quatro lâmpadas de mercúrio (OSRAM DULUX-L 55W 12-950) durante o período mínimo de 12h. A Figura 2.1 mostra o espectro das lâmpadas.

Esse procedimento é adotado para eliminação de possíveis sinais residuais, garantindo assim que os sinais lidos, com a técnica OSL, foram resultado das irradiações sofridas pelo dosímetro.

2.1.3 Monocristais de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$

Foram utilizadas duas amostras monocristalinas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$, 5 mm de diâmetro e espessura de 1 mm.

O procedimento adotado de preparação das amostras foi aquecimento com taxa de

Figura 2.1: Espectro da lâmpada de mercúrio (OSRAM DULUX-L 55W 12-950) utilizada para limpeza do sinal obtido com o espectrômetro do laboratório de dosimetria das radiações do IF-USP [19].

20°C/s até 900°C e mantidos a essa temperatura durante 15 min [7].

2.2 Equipamento de Aquisição Risø

2.2.1 Luminescência opticamente estimulada - OSL

Para as leituras dos sinais OSL foi utilizado o sistema Risø TL/OSL *Reader* Model DA-20. Para o estímulo, foi utilizado o conjunto de 28 LEDs com pico de emissão em 470 nm (azul). A radiância nominal total gerada por esses LEDs é de 80 mW/cm² na posição da amostra [20]. Em todas as medidas foram utilizados um colimador de luz com abertura circular central de 5 mm, tensão aplicada na fotomultiplicadora de 1125 V e filtro óptico U-340, que possui transmissão entre 300-400 nm. A Figura 2.2 apresenta a transmissão do filtro utilizado. A utilização do filtro U340 faz com que praticamente toda a luz de estímulo não seja detectada pela fotomultiplicadora e somente luz com comprimentos de ondas menores (energias maiores) do que as de estímulo sejam detectadas.

Figura 2.2: Transmissão do filtro U340 [20].

2.2.2 Termoluminescência - TL

As amostras monocristalinas de Al₂O₃:C foram irradiadas e lidas no sistema Risø. O procedimento de leitura foi realizado com taxa de aquecimento de 5°C/s, com colimador de luz com abertura circular central de 5 mm, tensão aplicada na fotomultiplicadora de

1125 V e filtro óptico U-340.

2.2.3 Estudo e caracterização de incertezas

É comum atribuir um modelo de Poisson para obter as incertezas nas contagens da fotomultiplicadora, sendo atribuídos os valores das incertezas como a raiz do número de contagens. Neste trabalho, para melhores resultados nos ajustes por mínimos quadrados, fizemos um estudo experimental mais aprofundado para avaliar essas incertezas. Nesta seção será apresentada uma maneira de estudar as incertezas, ajustar modelos que melhor se adaptem ao comportamento das incertezas com relação ao parâmetro de controle (no caso o número de contagens) e critério de escolha do modelo.

Para obtenção das incertezas é necessário ter o modelo do comportamento dos dados. Um comportamento genérico que pode ser utilizado é o comportamento de reta, pois em primeira aproximação em Taylor todas as curvas seguem o comportamento de reta em um intervalo estreito, Equação 2.1.

$$\tilde{f}(t) = f(t_0) + \left. \frac{df}{dt} \right|_0 (t - t_0) = b + ax \quad (2.1)$$

No caso, foi utilizado o fenômeno de luminescência após a irradiação com radiação beta de amostras de BeO, que apresentam intensidade luminosa emitida a temperatura ambiente praticamente com comportamento linear na região de interesse, onde quer ser estudado. Com um comportamento praticamente linear, é possível ajustar retas sem perda de generalidade na região de interesse, e com isso obter as informações estatísticas acerca dos experimentos realizados com a fotomultiplicadora, as Equações 2.2 e Equação 2.3 mostram como obter as médias e desvios padrões para μ pontos experimentais respectivamente.

$$\bar{N} = \frac{\sum_{i=0}^{\mu} (ax_i + b)}{\mu} \quad (2.2)$$

$$\sigma_N = \sqrt{\frac{\sum_{i=0}^{\mu} (y_i - f_i)^2}{\mu - 2}} \quad (2.3)$$

Com as médias e respectivos desvios padrões obtidos é possível estudar o comportamento das médias em relação as incertezas atribuídas.

Com esta metodologia estamos assumindo que o modelo linear é válido, que a incerteza para cada conjunto de valores, a determinar, é dada pelo desvio padrão obtido pelo ajuste, assumindo χ^2 reduzido igual a 1.

É válido ressaltar que esse procedimento pode ser generalizado para qualquer curva que seja conhecida a função que descreve os dados ou região onde uma dada função descreva razoavelmente bem os dados, o que muda é a maneira como se calculam os valores médios e as incertezas atribuídas com o modelo ajustado, isso é discutido na referência [21], e não será aprofundado aqui.

2.3 Irradiadores

2.3.1 Amerício - 241, alfa

Fonte acoplada ao sistema Risø [20]. O amerício-241 apresenta uma meia vida de 432.6 anos, a taxa de dose em quartzo na posição da amostra é de 45 mGy/s a uma pressão de 0.4 mbar [20]. Para as irradiações foram realizados pré-vácuos de 10 mbar.

A esquema de desintegração da fonte de amerício é apresentada na Figura 2.3.

Figura 2.3: Esquema de desintegração do Amerício - 241 [22].

2.3.2 Estrôncio-90/Ítrio-90 ($^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$), beta

Fonte de $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$, que está acoplada ao sistema Risø [20], foi utilizada para irradiações com radiação beta [20]. No equipamento, foi colocado um atenuador na abertura da fonte sendo apresentada taxa de doses aproximadas de 11 mGy/s [23]. Essa fonte apresenta decaimento principal de radiações beta, o esquema de desintegração é apresentada na Figura 2.4.

Figura 2.4: Esquema de desintegração do Estrôncio-90 [24].

2.3.3 Cobalto-60, gama

Para as irradiações com radiação gama, foi utilizada uma fonte de cobalto-60. Essa fonte gera raios gama de energias características de 1.173 MeV e 1.332 MeV. O esquema de desintegrações do cobalto-60 é apresentado na Figura 2.5.

A fonte de Cobalto-60, envolta em chumbo, utilizada está alocada no Laboratório de fontes do Grupo de Dosimetria do Instituto de Física da Universidade de São Paulo, em uma sala especial com a proteção radiológica adequada. Essa fonte possui também um encapsulamento que não deixa os raios beta escaparem garantindo que as amostras sejam irradiadas somente com radiação gama.

O controle da abertura do irradiador, onde está armazenada a fonte de Cobalto-60, é realizado remotamente em um controlador que fica externo a sala. E para monitorar a abertura e fechamento do irradiador, foi colocada uma câmera de vídeo interna a sala e com monitor externo a sala.

Durante as irradiações foram colocadas as amostras entre placas de acrílico (*Lucite*) de espessura 5.4 mm, o que garante o equilíbrio eletrônico.

Para a avaliação das doses absorvidas no ar na posição dos dosímetros, foi realizado estudo do campo de radiação do Cobalto-60 com o modelo do inverso do quadrado das distâncias, seção 3.2. As medidas de dose foram realizadas com a câmara de ionização calibrada com certificação do IPEN (Instituto de Pesquisa Energéticas e Nucleares) [25].

Figura 2.5: Esquema de desintegração do Cobalto-60, adaptado de [26].

2.4 Metodologias de análise

2.4.1 Método dos Mínimos Quadrados

Trata-se de um método de regressão que tem como objetivo e principal minimizar a quantidade χ^2 que dita sobre a qualidade dos ajustes realizados. O χ^2 é a grandeza que compara os valores da função ajustada com os dados. O χ^2 é calculado pela soma quadrática das distâncias entre os dados e ajuste em relação as incertezas dos respectivos dados. Essa grandeza pode ser calculada pela Equação 2.4, ou na forma matricial pela Equação 2.5.

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^N \frac{(y_i - f(x_i; \mathbf{a}))^2}{\sigma_i^2} \quad (2.4)$$

$$\chi^2 = [\mathbf{y} - \mathbf{f}(\mathbf{a})]^t V^{-1} [\mathbf{y} - \mathbf{f}(\mathbf{a})] \quad (2.5)$$

A grandeza " χ^2 " pode ser chamada também de função objetivo, que dita qual é o critério de melhor ajuste a ser obtido. O " x_i " é a variável, " y_i " são os dados que estão em função de " x_i ", " f " é a função que se quer ajustar, " $\mathbf{a}$ " é o vetor de parâmetros a serem ajustados, " σ_i " incertezas associadas aos dados " y_i " e " V " é a matriz de covariâncias (ou variâncias no caso dos dados serem independentes entre si).

MMQ - estimativa de parâmetros lineares

O método dos Mínimos Quadrados é amplamente utilizado para ajustar funções que são lineares nos parâmetros, Equação 2.6.

$$y(x) = a_1 f_1(x) + a_2 f_2(x) + \dots + a_n f_n(x) \quad (2.6)$$

Para modelos lineares (equação 2.6) o método dos mínimos quadrados possui solução analítica. A solução desse problema na forma matricial torna simples a notação descrita nas equações 2.7 a 2.10.

$$\vec{D} = \left(\sum_{i=1}^N \frac{y_i f_1(x_i)}{\sigma_i}, \sum_{i=1}^N \frac{y_i f_2(x_i)}{\sigma_i}, \dots, \sum_{i=1}^N \frac{y_i f_n(x_i)}{\sigma_i} \right) \quad (2.7)$$

$$M = \begin{bmatrix} \sum_{i=1}^N \frac{f_1^2(x_i)}{\sigma_i} & 0 & \dots & 0 \\ 0 & \sum_{i=1}^N \frac{f_2^2(x_i)}{\sigma_i} & \ddots & 0 \\ \vdots & \ddots & \ddots & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \sum_{i=1}^N \frac{f_n^2(x_i)}{\sigma_i} \end{bmatrix} \quad (2.8)$$

$$cov_matrix = M^{-1} \quad (2.9)$$

$$\vec{a} = M^{-1} \vec{D} \quad (2.10)$$

Onde:

- $\vec{a}$ é o vetor de parâmetros;
- M é a matriz de planejamento;
- $\vec{D}$ é o vetor de resolução;
- cov_matrix é a matriz de covariâncias dos parâmetros estimados.

O método dos mínimos quadrados para estimativas lineares, para modelo linear e com dados gaussianos, resulta na melhor estimativa possível, com menor variância e a estimativa é não tendenciosa. Isso pode ser provado matematicamente, mas esse não é o objetivo desse trabalho. Saindo do modelo linear é necessário estudar essas propriedades [27].

Mapeamento de parâmetro não linear - Modelo de um decaimento exponencial

O modelo a ser ajustado é o descrito pela equação 2.11, que é o modelo OTOR-simples, equação 1.19, mas considerando as leituras de fundo da fotomultiplicadora como um parâmetro a ser ajustado:

$$I_{OSL}(t) = F + I_0 e^{-pt} \quad (2.11)$$

Onde:

- F : são as contagens de fundo da fotomultiplicadora;
- p : a probabilidade de transição por unidade de tempo do elétron armadilhado escapar para banda de condução sob estímulo óptico;

- I_0 : sinal inicial;

O método dos mínimos quadrados - para estimativa linear não é aplicável nesse contexto, pois ao aplicar o logaritmo na tentativa de linearização dos dados sobra o termo de fundo (F). Outra abordagem intuitiva seria descontar o fundo e aplicar o logaritmo, mas nesse caso temos outro problema com a função logarítmica ela diverge para valores próximos de zero. Nesses casos a linearização por aplicação da função logarítmica torna-se infactível.

Nessa adaptação do método convencional (MMQ-linear) é utilizado mapeamento do parâmetro não linear, no caso p . Para o mapeamento são fixados vários valores de p entre 0 e $1s^{-1}$ com um passo de $0.001 s^{-1}$, e depois de fixados os valores de p são calculados os valores dos outros parâmetros lineares com o MMQ-linear, I_0 e F . Feito isso, os parâmetros estimados (p , I_0 e F), são aqueles que minimizam o valor de χ^2 . Os valores de p obtidos para o BeO da literatura, referência [8], estão dentro da faixa escolhida para a varredura dos parâmetros p . O passo utilizado foi escolhido de maneira que este estivesse compatível com a incerteza por flutuação dos parâmetros, passos menores que o utilizado só aumentariam o tempo computacional, e não retornariam estimativas melhores dos parâmetros e suas respectivas incertezas.

O procedimento descrito é necessário, porém não suficiente. Para o mapeamento do χ^2 na região de interesse (região de mínimo χ^2) e para uma estimativa inicial do parâmetro não linear p . Não suficiente, pois esse método não define as incertezas e matrizes de covariâncias. Para complementar o mapeamento, foi utilizado o método de Gauss que fornece as matrizes de covariâncias e refina os parâmetros. O método de Gauss puramente não é suficiente, pois esse necessita de uma estimativa inicial boa (valores dos parâmetros não lineares próximos a região de mínimo), e para que esse forneça matrizes de covariâncias confiáveis é necessário avaliar o mapa de χ^2 no entorno da região de mínimo local. No mínimo local no mapa de χ^2 , para estimativas confiáveis, é esperado que esse apresente comportamento de uma parábola.

Mapeamento de dois parâmetros não lineares - Modelo de dois decaimentos exponenciais

O modelo a ser ajustado é modelo OTOR-simples, equação 1.19, considerando que existam 2 tipos de armadilhas de elétrons não interagentes e que estejam sendo estimuladas no momento da leitura, resultando em uma função com dois decaimentos exponenciais e as leituras de fundo da fotomultiplicadora, equação 2.12.

$$I_{OSL}(t) = F + I_{0;1}e^{-p_1t} + I_{0;2}e^{-p_2t} \quad (2.12)$$

Onde:

- F : são as contagens de fundo da fotomultiplicadora;
- p_1 : a probabilidade de transição por unidade de tempo do elétron armadilhado escapar para banda de condução sob estímulo óptico relacionado as armadilhas do tipo 1 do material;
- p_2 : a probabilidade de transição por unidade de tempo do elétron armadilhado escapar para banda de condução sob estímulo óptico relacionado as armadilhas do tipo 2 do material;

- $I_{0;1}$ sinal inicial relacionado as armadilhas do tipo 1 do material;
- $I_{0;2}$ sinal inicial relacionado as armadilhas do tipo 2 do material;

Nessa adaptação do método convencional (MMQ-linear) são utilizados mapeamentos dos parâmetros não lineares, no caso p_1 e p_2 . Para o mapeamento são fixados vários valores de p_1 e p_2 entre 0 e $1s^{-1}$ com um passo de $0.001 s^{-1}$, fixados os valores de p_1 e p_2 são calculados os valores dos outros parâmetros lineares com o MMQ-linear, $I_{0;1}$, $I_{0;2}$ e F . Feito isso, os parâmetros estimados ($p_1, p_2, I_{0;1}, I_{0;2}$ e F), são aqueles que minimizam o valor de χ^2 .

Da mesma maneira que no caso de um decaimento exponencial, o mapeamento dos parâmetros não lineares é necessário para garantir a convergência e confiança do método de Gauss. No caso de dois parâmetros lineares é necessário fazer um mapa de curvas de nível (*contourplot*) de χ^2 , para garantir a confiança e mostrar o comportamento do χ^2 na região de mínimo. Na região de mínimo do mapa de χ^2 é esperado um comportamento de um paraboloide elíptico em 3D, ou elipses para curvas de nível.

Método de Gauss

Método iterativo que necessita de parâmetros iniciais próximos a região de interesse (região de mínimo χ^2). Esse método serve para o refinamento dos parâmetros já obtidos pelo mapeamento e também fornece a matriz de covariâncias dos parâmetros. É importante ressaltar que, mesmo sendo um método de convergência aparentemente rápida, é necessário observar como é o comportamento dos mapas de χ^2 , pois o método só garante a convergência e confiança na matriz de covariâncias se o gráfico do parâmetro não linear versus χ^2 apresentar um comportamento parabólico, no caso de um parâmetro não linear. Equivalentemente, no caso de dois parâmetros não lineares é necessário um comportamento elíptico no mapa de χ^2 (*countour plot*).

Refinamento dos parâmetros

Para o refinamento dos parâmetros é realizada uma aproximação em Taylor em primeira ordem (2.13) com relação aos parâmetros na região de interesse.

$$g(\mathbf{x}_i; \hat{\mathbf{a}}) = f(\mathbf{x}_i; \mathbf{a}') + \sum_{\nu=1}^{\mu} \frac{\partial f(\mathbf{x}_i; \mathbf{a})}{\partial a_{\nu}} \Big|_{\mathbf{a}'} (\hat{a}_{\nu} - a'_{\nu}) \quad (2.13)$$

$$g(\mathbf{x}_i; \hat{\mathbf{a}}) = f(\mathbf{x}_i; \mathbf{a}') + \langle \mathbf{X}, \mathbf{1} \rangle (\hat{a}_{\nu} - a'_{\nu}) \quad (2.14)$$

Isolando o último termo da equação obtém-se a primeira correção nos parâmetros. Fazendo isso iterativamente os parâmetros ajustados são refinados. Lembrando que a convergência só será garantida, se a condição dos mínimos χ^2 for satisfeita.

Obtenção das matrizes de covariâncias

A matriz de covariâncias deve ser calculada levando em conta a aproximação em Taylor (equação 2.13), sendo calculada a partir da matriz de variâncias dos dados ($\mathbf{V}$):

$$X_{i\nu} = \left. \frac{df(x_i)}{da_\nu} \right|_{\mathbf{a}'}$$

$$\mathbf{V}(\hat{\mathbf{a}}) = (\mathbf{X}^t \mathbf{V}^{-1} \mathbf{X})^{-1} \quad (2.15)$$

Lembrando que o resultado da matriz de covariâncias está condicionado ao comportamento dos mapas de χ^2 . A teoria e aplicação para estimativa de parâmetros não lineares está presente nas referências [21] e [28].

Esquema iterativo do método

1. Atribuir os parâmetros estimados pelo mapeamento como parâmetros iniciais.
2. redefinir a matriz $X_{i\nu}$:

$$X_{i\nu} = \left. \frac{df(x_i)}{da_\nu} \right|_{a^{(k)}}$$

3. redefinir o erro do ajuste:

$$\vec{y} - \vec{g}(a^{(k)}) = -\vec{y'}$$

4. redefinir a nova matriz de covariâncias:

$$cov_matrix = (X^t V^{-1} X)^{-1}$$

5. redefinir a correção nos parâmetros:

$$\Delta a = (X^t V^{-1} X)^{-1} X^t V^{-1} \vec{y'}$$

6. corrigir os parâmetros:

$$a^{(k+1)} = a^{(k)} + \Delta a$$

7. retorne para o item 2.

O índice k é referente à k -ésima correção realizada.

Nesse trabalho foram utilizadas 10 iterações do método de Gauss como critério de parada. Um outro critério seria estabelecer um ϵ_{χ^2} fixo e comparar com o modulo da diferença entre os $(\chi^2)^{(k)}$ e $(\chi^2)^{(k+1)}$, porém dependendo do ϵ_{χ^2} isso pode levar bastante tempo.

2.4.2 Avaliação da taxa de dose no sistema Risø

Para obtenção de equivalência entre dose absorvida no ar e os tempos de exposição a radiação beta para cada dosímetro pelo equipamento Risø, é necessário termos uma fonte onde seja possível obter estimativas de dose, e assim comparar os sinais CW-OSL obtidos das amostras.

Utilizando a fonte de cobalto, onde é possível realizar a medida das doses absorvidas no ar com a câmara de ionização calibrada, como referência, o procedimento é realizado da seguinte forma: O dosímetro é irradiado na fonte de referência (cobalto-60), lido no modo CW-OSL no Risø, irradiado no sistema Risø com radiação beta e lido novamente nas mesmas condições. É importante ressaltar que antes das irradiações é necessário realização das devidas preparações das amostras e que as leituras CW-OSL se mantenham com nas mesmas condições (máscaras, filtros, potência do LED e tempo de estímulo devem ser os mesmos), para realização da comparação entre as duas fontes de radiação.

Para obtenção da conversão, foram necessárias várias irradiações com doses de radiação gama (referência) e tempos de radiação beta, e realizar gráficos com o sinal inicial e o sinal integrado versus a dose e tempo de exposição. Como os dosímetros utilizados possuem comportamento dos sinais OSL linear com as doses na região trabalhada é possível ajustar retas. Com as retas ajustadas, é possível obter a constante de conversão das irradiações realizadas com a fonte de cobalto (fonte de referência¹) e a fonte beta do Risø (que apresenta só tempos de exposição) com a proporção entre os coeficientes angulares, podendo assim estimar as doses equivalentes dos tempos de irradiação com beta no equipamento Risø.

¹ leitura das doses realizadas com câmara de ionização

Capítulo 3

Análise e Resultados

3.1 Estudo e caracterização de incertezas

Para estudar com mais profundidade a relação entre as incertezas e os valores de contagens medidos, foram realizados ajustes do comportamento dos sinais emitidos por amostras de BeO irradiadas com radiação beta e lidas imediatamente, sem aplicar qualquer estímulo adicional. Os sinais obtidos dessa maneira apresentam um comportamento linear para tempos curtos de observação. Na seção 2.2.3 foi discutida a abordagem para a avaliação das incertezas com a utilização de fenômenos lineares. Exemplos de ajustes realizados são apresentados na Figura 3.1.

Com os ajustes realizados para amostras irradiadas com doses diferentes, Figura 3.1,

(a) BeO irradiado com 1s de beta

(b) BeO irradiado com 100s de beta

Figura 3.1: Exemplos de ajustes realizados para estudo das incertezas, com medidas de luminescência do BeO irradiado com beta e realizada a leitura a temperatura ambiente e sem qualquer estímulo. Em (a) são apresentadas as contagens em função do tempo e ajuste apresentando coeficiente angular $= -7.3(5)s^{-1}$, coeficiente linear $= 733(11)$, resultando em $\langle N \rangle = 608.09$ e $\sigma_{\langle N \rangle} = 30.11$ e em (b) são apresentadas as contagens em função do tempo e ajuste apresentando coeficiente angular $= -62.0(16)s^{-1}$ coeficiente linear $= 7177(32)$, $\langle N \rangle = 6092.41$ e $\sigma_{\langle N \rangle} = 90.62$.

é possível realizar o estudo do comportamento das incertezas com a variação do número

de contagens. O modelo esperado das incertezas é de $\sqrt{N}$, seguindo as incertezas estimadas para uma distribuição de Poisson. Para a verificação do expoente meio ($1/2$) esperado pelo modelo de Poisson foi aplicada uma linearização nos dados com aplicação da função logarítmica em ambos os eixos (incertezas calculadas e sinal) e realizado ajuste de reta, Figura 3.2.

O ajuste de reta do $\log$ do número de contagens *versus* o $\log$ das incertezas apresen-

Figura 3.2: Apresentação do logaritmo das médias versus logaritmo das incertezas associadas. Ajuste apresentando coeficiente angular $a = 0.52(3)$ e coeficiente linear $b = 0.00(11)$.

tou valor do coeficiente angular de $0.52(3)$, valor compatível com o modelo de raiz do número de contagens ($\sqrt{N}$). A partir disso foram realizados dois ajustes desse mesmo conjunto de dados, entre os desvios padrões e raiz do número de contagens obtidos em um dos casos com o parâmetro linear ajustável, Figura 3.3, e no outro caso forçando o ajuste pela origem, Figura 3.4. Em ambas as figuras está o gráfico esperado pelo modelo de Poisson.

O ajuste de reta, Figura 3.3, mostra um acréscimo de 20% na incerteza Poisson de raiz do número de contagens. Já o ajuste linear com parâmetro linear fixo igual a zero, Figura 3.4, mostra um acréscimo de 16% na incerteza Poisson. Como o ajuste linear passando pela origem apresentou-se razoavelmente melhor do que o ajuste linear não fixando a origem, foi adotado o modelo linear passando pela origem para descrição do comportamento das incertezas em relação as contagens. O modelo adotado que descreve melhor as incertezas em relação ao modelo de Poisson($\sqrt{N}$) apresenta um acréscimo de 16% nos

valores estimados pelo modelo de Poisson. Com esse estudo realizado, foi adotado para as incertezas das contagens os valores de $1.16\sqrt{N}$.

Figura 3.3: Dados, ajuste e incerteza de Poisson. O modelo ajustado $\sigma = a * \sqrt{N} + b$, valores obtidos para os parâmetros foram $a = 1.197(78)$ e $b = -2.4(44)$, as incertezas atribuídas para σ foram iguais a 1 e apresentou χ^2 reduzido de 0.1831.

Figura 3.4: Dados, ajuste e incerteza de Poisson. O modelo ajustado $\sigma = a * \sqrt{N}$, valor obtido para o parâmetro foi $a = 1.156(24)$, as incertezas atribuídas para σ foram iguais a 1 e apresentou χ^2 reduzido de 0.0863.

3.2 Taxa de dose em função da distância da fonte de Co-60

Para o mapeamento dosimétrico do feixe de raios gama provenientes de fonte do irradiador de Cobalto-60 do laboratório, foi necessária obtenção da correção no tempo real das irradiações realizadas, e para tal finalidade foram feitas irradiações com tempos de exposições diferentes, estabelecidos com o temporizador mecânico, e medidas as doses com a câmara de ionização. A Figura 3.5 apresenta as doses medidas em função do tempo de irradiação e ajuste linear.

O ajuste realizado para obtenção do tempo real de exposição mostra pela relação

Figura 3.5: Ajuste linear para obtenção do tempo real de irradiação com a fonte de cobalto-60. O ajuste apresentou coeficiente angular de $0,8947(1)$ mGy/s e coeficiente linear de $2,664(5)$ mGy.

entre o coeficiente angular e linear, Figura 3.5, que é necessário acrescentar um valor de 3 s (valor aproximado obtido pela razão entre os coeficientes linear e angular) em relação ao tempo marcado pelo temporizador mecânico para obter o tempo real de irradiação (cavidade do irradiador efetivamente aberta).

Realizada a calibração do tempo real de exposição, foi estudado o comportamento das taxas de dose ($\frac{dD}{dt}$) em relação as distâncias entre a fonte de cobalto-60 e as posições da câmara de ionização, Figura 3.6. Esse estudo foi realizado com base na lei do inverso do quadrado das distâncias, equação 3.1, onde são admitidos fonte pequena e meio não atenuador.

$$\frac{dD}{dt} = \frac{A}{dist^2} \quad (3.1)$$

O mapeamento das taxas de dose da fonte de cobalto, Figura 3.6, foi utilizado para estimativa das doses e taxas de dose absorvida nas irradiações dos dosímetros. Nesse estudo, foi considerado que, durante todo o período dos experimentos, o decaimento da atividade da fonte foi desprezível (a meia-vida do Co-60 é de 5,27 anos).

(a) Dados linearizados e ajuste

(b) Dados e ajuste

Figura 3.6: Mapeamento das taxas de dose referentes a fonte de cobalto - 60. Em (a) são apresentados os dados linearizados com a utilização do modelo do inverso do quadrado das distâncias, equação 3.1, e ajuste de coeficiente angular. O ajuste apresenta coeficiente angular de $6830(88) \text{ mGy cm}^2/\text{s}$. Em (b) são apresentados dos dados sem linearização e o ajuste com da equação 3.1.

3.3 Validação das rotinas de análise de curvas - OSL

Para avaliação do programa de ajuste de parâmetros foram, gerados por método de Monte Carlo curvas de um decaimento exponencial e dois decaimentos exponenciais, a fim de realizar os ajustes, e verificar se o programa fornece boas estimativas para os parâmetros, Figuras 3.7 e 3.8 exibem um decaimento exponencial, e Figura 3.9, dois decaimentos exponenciais. Os dados dessas simulações foram gerados por Método de Monte Carlo a partir de distribuições gaussianas com desvios padrões equivalentes a $\sqrt{N}$.

Os resultados das simulações (Figuras 3.7 e 3.8) mostram que os parâmetros foram

(a) Dados simulados, ajuste

(b) Mapa de χ^2

(c) Resíduos do ajuste

Figura 3.7: Simulação com 1 ponto por segundo gerada por método de Monte Carlo com os parâmetros $p = 0.200s^{-1}$, $I_0 = 1000$ e fundo=45, e ajuste apresentando $p = 0.202(4)s^{-1}$, $I_0 = 983(20)$ e fundo= 44.0(7). As flutuações dos dados seguem uma distribuição gaussiana em torno de função com incerteza de $\sqrt{Sinal}$. Em 3.7(a) são apresentados os dados simulados e ajuste, em (b) o mapa de χ^2 em relação ao parâmetro não linear "p" e em (c) os resíduos do ajuste.

bem ajustados, sem apresentar tendências e χ^2 compatível com o número de graus de liberdade. A parabolicidade para ambos os tipos de ajustes é verificada, as Figuras 3.7(b) e 3.8(b) apresentam exemplos do mapa de χ^2 para ajustes de um decaimento exponencial e a Figura 3.9(b) exemplo do mapa de χ^2 para ajustes de dois decaimentos exponenciais.

(a) Dados simulados, ajuste

(b) Mapa de χ^2

(c) Resíduos do ajuste

Figura 3.8: Simulação com 1 ponto por segundo gerada por método de Monte Carlo com os parâmetros $p = 0.200s^{-1}$, $I_0 = 8000$ e fundo=45, e ajuste apresentando $p = 0.1995(11)s^{-1}$, $I_0 = 8020(50)$ e fundo= 44.1(7) . As flutuações dos dados seguem uma distribuição gaussiana em torno de função com incerteza de $\sqrt{N}$. Em 3.7(a) são apresentados os dados simulados e ajuste, em (b) o mapa de χ^2 em relação ao parâmetro não linear " p "(b) e em (c) os resíduos do ajuste.

(a) Dados simulados, ajuste

(b) *Contour plot* de χ^2

(c) Resíduos do ajuste

Figura 3.9: Simulação com 1 ponto por segundo gerado por método de Monte Carlo com os parâmetros $p_1 = 0.060(s^{-1})$, $I_{10} = 1200$, $p_2 = 0.325(s^{-1})$, $I_{20} = 7000$ e fundo=45, e ajuste apresentando $p_1 = 0.060(1)(s^{-1})$, $I_{10} = 1225(42)$, $p_2 = 0.333(5)(s^{-1})$, $I_{20} = 6992(73)$ e fundo=42.9(12). As flutuações dos dados seguem uma distribuição gaussiana em torno de função com incerteza de $\sqrt{N}$. (a) apresenta os dados simulados com incertezas. (b) *Contour plot* de χ^2 , ao passo de n^2 para $n = 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10$ em relação aos parâmetros não lineares " p_1 " e " p_2 ". (c) resíduos reduzidos.

3.4 Avaliação da taxa de dose no sistema Risø

Na seção 2.4.2, foi discutido o método de calibração de conversão de doses absorvidas com cobalto-60 como referência e os tempos de exposição a radiação beta. Aqui são apresentados os dados para obtenção das calibrações para as irradiações com beta realizadas nas amostras de *Luxel* e BeO pelo equipamento Risø.

3.4.1 Calibração das irradiações com BeO

Foram realizados ajustes de reta obtida a partir do sinal inicial e do sinal integrado das amostras de BeO versus doses absorvidas com fonte de cobalto, Figura 3.10. Foram realizados ajustes de reta dos sinal inicial e sinal integrado das amostras de BeO versus tempo de exposição à fonte de radiação beta, Figura 3.11.

Figura 3.10: Dados de dose resposta obtidos a partir de irradiações realizadas com radiação gama em amostras de BeO, cada ponto representa uma amostra. Em (a) são apresentados os dados do sinal inicial CW-OSL versus dose e ajuste de reta apresentando coeficiente angular de $(5.01 \pm 0.34) 10^2$ contagens/mGy e coeficiente linear de $(-2 \pm 3) 10^2$ contagens, e em (b) são apresentados os dados do sinal CW-OSL integrado em 120s versus dose e ajuste de reta apresentando coeficiente angular de $(6.18 \pm 0.57) 10^3$ contagens/mGy e coeficiente linear de $(-3 \pm 4) 10^4$ contagens.

Com os ajustes de reta obtidos pelos dados de dose resposta, Figuras 3.10 e 3.11, é possível obter um fator de conversão que converte tempo de irradiação com beta para dose absorvida no ar. Os valores de conversão obtidos foram 12.2(11) mGy/s e 8.5(9) mGy/s para sinal inicial e sinal integrado respectivamente.

Há uma diferença entre os valores de conversão de tempos de irradiação com beta e dose para o sinal inicial e sinal integrado para amostras de BeO. O BeO apresenta um efeito de esvanecimento (*fading*) causado por armadilhas rasas (*shallow traps*). O *fading* do BeO domina o sinal CW-OSL para tempos curtos, fazendo com que o fator de conversão pelo sinal inicial torne-se maior do que o fator obtido com sinal integrado (em

120s). Esse efeito não se apresentou nas irradiações com radiação gama, pois as leituras foram realizadas 6 dias depois das irradiações.

Figura 3.11: Dados de dose resposta obtidos a partir de irradiações com radiação beta em amostras de BeO, cada ponto representa uma amostra. Em (a) são apresentados os dados do sinal inicial versus tempos de exposição a radiação beta e ajuste de reta apresentando coeficiente angular de $(6.1 \pm 0.4)10^3$ contagens/s e coeficiente linear de $(-1.7 \pm 2.5)10^3$ contagens, e em (b) são apresentados dados de tempo de exposição a radiação beta versus sinal integrado por 120s e ajuste de reta apresentando coeficiente angular de $(5.2 \pm 0.2)10^4$ contagens/s e coeficiente linear de $(-0.7 \pm 1.6)10^4$ contagens.

3.4.2 Calibração das irradiações com *Luxel*

Foram realizados ajustes de reta do sinal inicial e sinal integrado das amostras de *Luxel* versus doses absorvidas com fonte de cobalto, Figura 3.12. Foram realizados ajustes de reta do sinal inicial e sinal integrado das amostras de *Luxel* versus tempos de exposição à fonte de radiação beta, Figura 3.13.

Com os ajustes de reta obtidos pelos dados de dose resposta, Figuras 3.12 e 3.13, é

Figura 3.12: Dados de dose resposta obtidos a partir de irradiações com radiação gama em amostras de *Luxel*. Cada dado apresentado representa uma amostra irradiada e lida. Em (a) são apresentados os dados de sinal CW-OSL inicial versus dose em mGy e ajuste de reta apresentando coeficiente angular de $(1.17 \pm 0.07) \times 10^2$ contagens/mGy e coeficiente linear de $-(6.7 \pm 4.8) \times 10^2$ contagens, e em (b) são apresentados dados de sinal CW-OSL integrado versus dose em mGy por 120 s e ajuste de reta apresentando coeficiente angular de $(6.0 \pm 0.3) \times 10^3$ contagens/mGy e coeficiente linear de $(1.2 \pm 1.9) \times 10^3$ contagens.

possível obter um fator de conversão que converte tempo de irradiação com beta para dose absorvida no ar. Os valores de conversão obtidos foram 7.5(5) mGy/s e 8.8(9) mGy/s para sinal inicial e sinal integrado respectivamente.

Há uma diferença entre as conversões de dose com sinal inicial e sinal integrado (em 120s) para as amostras de *Luxel*. O *Luxel* apresenta um efeito de *fading* que se apresenta na componente lenta do sinal CW-OSL. Esse efeito não se apresentou nas irradiações com radiação gama, pois as leituras foram realizadas 6 dias depois das irradiações.

Figura 3.13: Dados de dose resposta obtidos a partir de irradiações realizadas com radiação beta em amostras de *Luxel*, cada dado apresentado representa uma amostra irradiada e lida. Em (a) são apresentados os dados de o sinal CW-OSL inicial versus tempo de exposição a radiação beta obtidos e ajuste de reta apresentando coeficiente angular de $(8.8 \pm 0.4) \times 10^2$ contagens/s e coeficiente linear de $(-3.2 \pm 2.3) \times 10^2$ contagens, e em (b) são apresentados dados do sinal CW-OSL integrado em 120s versus tempo de exposição a radiação beta e ajuste de reta apresentando coeficiente angular de $(5.3 \pm 0.1) \times 10^3$ contagens/s e coeficiente linear de $(2.5 \pm 0.7) \times 10^3$ contagens.

3.4.3 Conversão de doses absorvidas no Risø

Com os os fatores de conversões obtidos foi gerada a Tabela 3.1 que apresenta as conversões de tempo de irradiação em dose para os dosímetros de BeO e *Luxel*. Essa tabela foi gerada para facilitar a comparação dos dados obtidos com relação as doses absorvidas com radiação beta e gama.

Tabela 3.1: Conversão dos tempos de radiação beta empregados pelo equipamento Risø em dose absorvida no ar para os dosímetros BeO e *Luxel* com as constantes de conversão dadas pelos sinais iniciais e integrados.

Tempo de beta(s) \ Dose (mGy)		BeO Sinal inicial	BeO Sinal integrado	<i>Luxel</i> Sinal inicial	<i>Luxel</i> Sinal integrado
2	Val. Inc.	24.4 0.2	17.0 1.8	15.0 1.0	17.6 1.8
4	Val. Inc.	48.8 0.4	34.0 3.6	30.0 2.0	35.2 3.6
6	Val. Inc.	73.2 0.7	51.0 5.4	45.0 3.0	52.8 5.4
8	Val. Inc.	97.6 0.9	68.0 7.2	60.0 4.0	70.4 7.2
10	Val. Inc.	122.0 1.1	85.0 9.0	75.0 5.0	88.0 9.0

Val.= Valor; Inc.=Incerteza

3.5 Amostras de Óxido de Berílio

As amostras de óxido de berílio foram irradiadas com radiação alfa, beta e gama, e depois lidas no modo CW-OSL no equipamento de aquisição Risø. A Figura 3.14 mostra os resultados obtidos para cada tipo de irradiação realizada.

Para observar as diferenças entre os comportamentos dos sinais CW-OSL apresen-

Figura 3.14: Sinais CW-OSL das amostras de óxido de berílio irradiadas com alfa (a), beta (b) e gama (c). As irradiações com beta e alfa foram realizadas no sistema Risø e com gama foram realizadas com fonte de Cobalto-60 apresentando uma taxa de 0.34 mGy/s.

tados pelas amostras irradiadas com diferentes radiações, foi gerado um gráfico *monolog* apresentado na Figura 3.15. Na análise dos comportamentos logarítmicos dos sinais CW-OSL das amostras de BeO é importante observar as declividades apresentadas nos gráficos em *monolog*. Na Figura 3.15, pode-se observar comportamentos de declividades parecidos para as amostras irradiadas com beta e gama, diferentes entre as irradiadas com alfa e gama, e diferentes entre as irradiadas com alfa e beta.

Buscando encontrar mais alguma diferença entre os comportamentos dos sinais CW-OSL das amostras de BeO, foi realizado o gráfico com as diversas irradiações descontados o sinal de fundo e normalizado pelo sinal inicial, Figura 3.16. Observando os sinais OSL normalizados percebe-se que os sinais das amostras irradiadas com alfa decaem mais rapidamente que os demais.

Para obtenção de informações quantitativas sobre os sinais CW-OSL das amostras de

Figura 3.15: Logaritmos dos sinais CW-OSL das amostras de óxido de berílio irradiadas com alfa (preto), beta (vermelho) e gama (azul). As irradiações com beta e alfa foram realizadas no sistema Risø e com gama foram realizadas com fonte de Cobalto-60 apresentando uma taxa de 0.34 mGy/s.

Figura 3.16: Sinais CW-OSL das amostras de BeO irradiadas com radiação alfa (preto), beta (azul) e gama (vermelho) com os sinais de fundos descontados e normalizados pelos sinais iniciais das respectivas amostras. As irradiações com beta e alfa foram realizadas no sistema Risø e com gama foram realizadas com fonte de Cobalto-60 apresentando uma taxa de 0.34 mGy/s. As leituras CW-OSL das amostras foram realizadas no sistema de aquisição Risø com estímulo azul (470nm).

BeO irradiadas, foram realizados ajustes de um e dois decaimentos exponenciais.

3.5.1 Ajustes de um decaimento exponencial

A Figura 3.17 mostra exemplos de ajustes realizados para amostras de BeO irradiadas por 100s de radiação alfa, 2s de radiação beta e 22mGy de radiação gama e ajustes de um decaimento exponencial, os parâmetros e suas incertezas estão dispostos na Tabela 3.2. Os ajustes, Figura 3.17(a), apresentam-se visualmente razoáveis, porém ao observar os resíduos, Figura 3.17(b), é possível verificar padrões. Os resíduos reduzidos passam por um mínimo em torno de -5 na região entre 5 e 15 s, atingem um máximo entre 30 e 40 s, e tendem a estabilizar flutuando em torno de -1.

Os dados dos ajustes de um decaimento exponencial para o conjunto completo de amostras irradiadas com diversos tipos de radiação e doses estão dispostos na Tabela 3.3. Os testes de compatibilidade Z para os parâmetros de decaimento, Tabela 3.4, mostram que as amostras irradiadas com alfa têm comportamento OSL diferente das irradiadas com beta ou gama, e que amostras irradiadas com beta e gama têm comportamento semelhante do sinal OSL. Os resultados apresentados dos parâmetros de decaimento exponencial concordam com as análises qualitativas, mostrando que os sinais CW-OSL das amostras irradiadas com alfa decaem mais rapidamente que os das amostras irradiadas com beta e que os sinais CW-OSL das amostras irradiadas com beta decaem mais rapidamente que os das amostras irradiadas com radiação gama.

Observando os valores dos parâmetros de fundo (F) dos ajustes de um decaimento exponencial, Tabela 3.3, percebe-se uma tendência crescente com relação ao tempo de exposição a radiação beta. Os valores de fundo aumentam com o tempo de exposição a radiação beta. Observa-se também que os valores de F obtidos dos ajustes dos sinais OSL das amostras de BeO irradiadas com radiação gama apresentam flutuações muito elevadas.

Os valores de χ^2 dos ajustes de um decaimento exponencial, Tabela 3.3, mostram que quanto maior o tempo de exposição das amostras de BeO maiores são os valores de χ^2 . Esse comportamento do χ^2 sugere que existam outras contribuições que não estão sendo levadas em conta, e que essas contribuições tornam-se cada vez mais importantes com o aumento do tempo de exposição das amostras as radiações ionizantes, nos casos de radiações alfa, beta e gama.

Tabela 3.2: Dados dos ajustes apresentados na Figura 3.17.

Irradiação	I_0	$p(s^{-1})$	fundo	$\chi^2_{\nu=117}$
100s de alfa	9376(57)	0.1246(6)	59.6(10)	653
2s de beta	9941(55)	0.1041(5)	75.2(1.2)	837
22mGy de gama	12621(58)	0.0980(3)	79.3(1.3)	763

Tabela 3.3: Informações obtidas com ajustes de um decaimento exponencial dos sinais CW-OSL das amostras de BeO irradiadas com alfa, beta e gama. Cada dado representa um conjunto de 4 amostras, as incertezas atribuídas aos parâmetros são dadas pelas médias e desvio padrões e o número de graus de liberdade dos ajustes é de 117.

Irradiação		I_0	$p(s^{-1})$	F	$\chi^2_{\nu=117}$
Alfa 10s	M	651	0.137	62	183 - 224
	DP	61	0.007	11	
Alfa 100s	M	9153	0.128	67	551 - 653
	DP	738	0.009	11	
Alfa 10-100s	M		0.134		183 - 653
	DP		0.005		
Beta 2s	M	10256	0.107	74	728 - 837
	DP	326	0.006	7	
Beta 4s	M	19358	0.110	88	1177 - 1539
	DP	1564	0.004	5	
Beta 6s	M	24261	0.100	118	1664 - 2241
	DP	3846	0.008	10	
Beta 8s	M	42036	0.108	142	2511 - 3470
	DP	4652	0.003	17	
Beta 10s	M	47480	0.104	167	3447 - 4202
	DP	5422	0.010	8	
Beta 2-10s	M		0.107		183 - 4202
	DP		0.008		
Gama 22mGy	M	13254	0.102	91	652 - 762
	DP	1533	0.007	16	
Gama 44mGy	M	13832	0.092	106	729 - 1450
	DP	1731	0.010	483	
Gama 66mGy	M	25550	0.092	144	954 - 2349
	DP	3075	0.005	475	
Gama 88mGy	M	36123	0.087	577	1621 - 4159
	DP	2611	0.008	943	
Gama 110mGy	M	50700	0.092	544	2606 - 3335
	DP	3708	0.005	551	
Gama 110-22mGy	M		0.093		652 - 4159
	DP		0.008		

M = Média

DP = Desvio Padrão

Tabela 3.4: Valores do teste de compatibilidade Z , para os parâmetros p dos ajustes de um decaimento exponencial realizados para os sinais CW-OSL das amostras de BeO irradiadas com alfa, beta e gama. As comparações foram realizadas com os valores de p obtidos em todos os casos (Tabela 3.3).

$Z_{\alpha\beta}$	$Z_{\alpha\gamma}$	$Z_{\beta\gamma}$
3.13	4.35	1.3

Figura 3.17: Sinais CW-OSL obtidos com amostras de BeO irradiadas por 100s de radiação alfa (preto), 2s de radiação beta (vermelho) e 22mGy com radiação gama (azul). Em (a) são apresentados os sinais OSL e ajustes de um decaimento exponencial, e em (b) são apresentados os resíduos dos ajustes. As irradiações com beta e alfa foram realizadas no sistema Risø e com gama foram realizadas com fonte de Cobalto-60 apresentando uma taxa de 0.34 mGy/s. As leituras CW-OSL das amostras foram realizadas no sistema de aquisição Risø com estímulo azul (470nm). Os parâmetros dos ajustes obtidos estão dispostos na Tabela 3.2.

3.5.2 Ajustes de dois decaimentos exponenciais

Na tentativa de aprimorar o modelo para ajustar aos dados de CW-OSL, foi adicionada uma outra componente de decaimento a ser ajustada, a Figura 3.18 apresenta exemplos de ajustes e resíduos obtidos para os sinais CW-OSL com amostras de BeO irradiadas por 100s de radiação alfa, 2s de radiação beta e 22mGy de radiação gama, os parâmetros, e suas incertezas estão dispostos na Tabela 3.5.

Os ajustes de dois decaimentos exponenciais apresentam-se visualmente razoáveis e não apresentam tendências nos resíduos para as amostras de BeO irradiadas por 10s e 100s de alfa e doses de 22mGy a 110mGy de radiação gama, as figuras com as essas irradiações não são apresentadas mas mostram comportamentos parecidos com os da Figura 3.18. As amostras irradiadas com beta apresentaram tendências nos resíduos, Figura 3.19.

Os dados dos ajustes realizados para os sinais CW-OSL obtidos com as amostras de BeO irradiadas com radiação alfa, beta e gama estão dispostos na Tabela 3.6. Os valores obtidos com ajustes de decaimento exponencial duplo para o parâmetro de decaimento rápido " p_1 " foram $0.163(7)s^{-1}$, $0.213(26)s^{-1}$ e $0.134(12)s^{-1}$, e para os parâmetros de decaimento lento " p_2 " foram obtidos $0.079(11)s^{-1}$, $0.083(7)s^{-1}$ e $0.064(16)s^{-1}$ para as amostras de BeO irradiadas com alfa, beta e gama respectivamente.

Sobre as amostras de BeO irradiadas com radiação alfa, as que foram irradiadas por 10s apresentam valores de decaimentos p_2 compatíveis com zero. O que significa que se existir uma segunda componente, essa está sendo mascarada pelas contagens de fundo. Ratificando assertiva de mascarar uma segunda componente, os valores encontrados para o sinal inicial da componente lenta também apresentam-se compatíveis com zero. As amostras irradiadas por 100s de alfa apresentam valores de p_1 e p_2 diferentes dos das amostras irradiadas por 10s de alfa. Os valores dos χ^2 não se distanciaram muito do número de graus de liberdade apresentando valores de 125 a 188, sendo que o número de graus de liberdade é de 115. Os dados dos ajustes são apresentados na Tabela 3.6.

Sobre as amostras de BeO irradiadas com radiação beta, os parâmetros de decaimento rápido " p_1 " e de decaimento lento " p_2 " não apresentam tendência com relação ao tempo de exposição a radiação beta, e a relação de proporção entre sinais iniciais " I_{01} " e " I_{02} " não apresentam tendências com relação ao tempo de exposição a radiação beta. Os parâmetros de fundo " F " aumentam com o tempo de exposição, podendo significar que outras componentes associadas aos sinais CW-OSL estão se tornando cada vez mais importantes. Resultados da literatura mostram valores de p_1 e p_2 de $0,0308s^{-1}$ e $0,0127s^{-1}$ respectivamente [11]. Esses valores combinados concordam com os valores obtidos nesse trabalho, da literatura $p_1/p_2 = 2,42$ e desse trabalho $p_1/p_2 = 2,59(4)$. No artigo do Bulur e Yeltik [11] não foram fornecidos os valores dos parâmetros de sinais iniciais para comparação, esses parâmetros indicam o quão importante são as componentes rápida e lenta na composição do sinal CW-OSL. Pelos ajustes, Tabela 3.6, é possível observar que as componentes rápidas e lentas são igualmente importantes apresentando valor de proporcionalidade (I_{01}/I_{02}) em torno de 1. Foi observado para as amostras de BeO irradiadas com radiação beta a presença de tendências nos ajustes, podendo ser verificado nos exemplos dos resíduos obtidos, Figura 3.19. Em todos os casos, os resíduos apresentaram comportamentos similares, partindo de valores positivos atingindo um mínimo negativo, depois um máximo positivo e tendendo a flutuar os valores em zero. É válido ressaltar que as amostras foram lidas logo após irradiadas, e que os sinais OSL das amostras de

BeO apresentam uma componente instável do sinal OSL a temperatura ambiente [13], e artefatos foram observados anteriormente na literatura [11] em ajustes de dois decaimentos exponenciais. No geral os valores de χ^2 apresentaram-se elevados comparados com o número de graus de liberdade dos ajustes, e os valores de χ^2 apresentados aumentam com o tempo de exposição, isso significa que outras componentes tornam-se cada vez mais importantes com o aumento da dose absorvida, e/ou o modelo não está adequado para descrever o comportamento dos sinais CW-OSL.

As amostras irradiadas com radiação gama não apresentam tendências com a variação da dose absorvida nos parâmetros " p_1 " e " p_2 " ajustados. Os parâmetros de fundo " F " apresentam flutuações e valores de incertezas elevados. Os valores dos parâmetros " F " obtidos estão dentro do intervalo de 62 a 1009. Os valores de χ^2 apresentam-se razoáveis com valores entre 108 e 209 com 115 graus de liberdade. As relações entre as componentes de decaimento rápido e lenta apresentam-se com proporção de $p_1/p_2 = 2,18(9)$ e a proporção entre os sinais iniciais mostram que a componente rápida é em torno de 2 a 3 vezes a componente lenta. Os valores de χ^2 apresentam-se dentro do intervalo de 108 a 209, em estando dentro de uma faixa razoável com relação ao número de graus de liberdade ($\nu = 115$).

Figura 3.18: Sinais CW-OSL obtidos com amostras de BeO irradiadas por 100s de radiação alfa (preto), 2s de radiação beta (vermelho) e 22mGy com radiação gama (azul). Em (a) são apresentados os sinais OSL e ajustes de dois decaimentos exponenciais, e em (b) são apresentados os resíduos dos ajustes. Os parâmetros dos ajustes obtidos estão dispostos na Tabela 3.5.

Tabela 3.5: Dados dos ajustes apresentados na Figura 3.18, amostras de BeO.

Irradiação	I_{01}	$p_1(s^{-1})$	I_{02}	$p_2(s^{-1})$	Fundo
100s de alfa	$(5.83 \pm 0.39)10^3$	0.220(12)	$(4.63 \pm 0.41)10^3$	0.093(3)	52(1)
2s de beta	$(5.42 \pm 0.29)10^3$	0.226(12)	$(5.93 \pm 0.31)10^3$	0.083(2)	70(2)
22mGy de gama	$(9.26 \pm 0.56)10^3$	0.143(6)	$(4.44 \pm 0.60)10^3$	0.067(3)	62(2)

Bulur e Göksu [14] apontaram a existência de três componentes dos sinais CW-OSL, essas três são: decaimento rápido, decaimento lento e efeito de fototransferência. Yuki-hara et al [29] apresenta 3 componentes de decaimento de $15s^{-1}$ para decaimento

(a) 2s de beta

(b) 4s de beta

(c) 10s de beta

Figura 3.19: Resíduos obtidos com ajuste de dois decaimentos exponenciais dos sinais CW-OSL obtidos das amostras de BeO irradiadas por 2s de radiação beta (a), 4s de radiação beta (b) e 10s de radiação beta (c).

Tabela 3.6: Informações obtidas com ajustes de dois decaimentos exponenciais dos sinais CW-OSL das amostras de BeO. Cada dado representa um conjunto de 4 amostras, as incertezas atribuídas aos parâmetros são dadas pelas médias e desvio padrões e o número de graus de liberdade dos ajustes é de 115.

Irradiação		I_{01}	$p_1(s^{-1})$	I_{02}	$p_2(s^{-1})$	F	I_{01}/I_{02}	p_1/p_2	$\chi^2_{\nu=115}$
Alpha 10s	M	662	0.158	66	0.018	36	10.1	8.8	145 - 172
	DP	51	0.007	41	0.024	16	2.6	3.5	
Alpha 100s	M	6406	0.220	4269	0.093	60	1.5	2.4	125 - 188
	DP	503	0.023	963	0.012	8	0.6	0.6	
Alpha 10-100s	M		0.163		0.079				125 - 188
	DP		0.007		0.011				
Beta 2s	M	5776	0.211	5787	0.082	62	1.0	2.6	201 - 272
	DP	911	0.039	1098	0.009	7	0.5	0.7	
Beta 4s	M	10708	0.225	10896	0.086	72	1.0	2.6	292 - 307
	DP	1034	0.014	1335	0.003	3	0.4	0.4	
Beta 6s	M	14082	0.190	13984	0.074	94	1.0	2.6	244 - 359
	DP	1889	0.019	2699	0.007	5	0.5	0.6	
Beta 8s	M	23366	0.217	22459	0.085	111	1.0	2.6	441 - 484
	DP	2938	0.004	2523	0.003	13	0.4	0.3	
Beta 10s	M	29037	0.206	27820	0.081	129	1.0	2.5	418 - 564
	DP	3474	0.010	2128	0.007	2	0.3	0.5	
Beta 2-10s	M		0.213		0.083	90	1.0	2.6	201 - 564
	DP		0.026		0.007	27	0.2	0.2	
Gama 22mGy	M	9767	0.147	4373	0.068	76	2.2	2.2	128 - 209
	DP	1493	0.005	189	0.004	15	0.5	0.4	
Gama 44mGy	M	10712	0.131	4572	0.054	236	2.3	2.4	106 - 134
	DP	929	0.016	1587	0.021	314	0.9	1.0	
Gama 66mGy	M	20492	0.131	7702	0.056	275	2.7	2.4	108 - 152
	DP	2456	0.007	3514	0.017	344	1.1	0.9	
Gama 88mGy	M	29872	0.123	9551	0.046	597	3.1	2.6	130 - 152
	DP	4686	0.011	3700	0.018	627	1.2	1.0	
Gama 110mGy	M	42023	0.130	13724	0.054	487	3.1	2.4	123 - 205
	DP	8363	0.010	6351	0.013	439	1.3	0.8	
Gama 22-110mGy	M		0.134		0.064	115	2.8	2.4	108 - 209
	DP		0.012		0.016	404	0.4	0.3	

M = Média

DP = Desvio padrão

rápido, de $0.1428s^{-1}$ para decaimento intermediário e de $0.0526s^{-1}$. No trabalho de Yukihiro et al [29] foram realizadas irradiações com beta e leituras com estímulo azul. Os valores apresentados por Yukihiro et al(2016)[29] são compatíveis com os obtidos nesse trabalho para amostras irradiadas com gama, sendo que a componente de decaimento rápida de $15s^{-1}$ corresponde, muito provavelmente, ao efeito de *fading*.

3.5.3 Influência de *fading* nos sinais CW-OSL do BeO

Para a eliminação da componente instável do sinal OSL apresentada pelas amostras irradiadas com radiação beta foram realizadas irradiações com 10s de beta, e realizada a leitura após 24hs das amostras armazenadas no escuro, e para fazer a comparação foram realizadas irradiações por 10s de radiação beta seguidas de leitura OSL, amostras não armazenadas.

Para observação de diferenças nos comportamentos dos sinais CW-OSL das amostras armazenadas e das amostras não armazenadas, foram gerados gráficos com os sinais OSL brutos, sinais OSL descontando o fundo e normalizados pelo sinal inicial e o logaritmo dos sinais OSL, Figura 3.20.

Em análise visual qualitativa, não é possível afirmar que existam diferenças nos com-

Figura 3.20: Sinais CW-OSL de amostras irradiadas por 10s de radiação beta. Em azul são apresentados os sinais OSL das amostras lidas logo após as irradiações e em vermelho são apresentados os sinais OSL das amostras lidas após 24h depois das irradiações. Em (a) são apresentados os sinais OSL sem tratamento, em (b) são apresentados os sinais OSL descontados os valores de fundo e normalizados pelo sinal inicial e em (c) são apresentados os logaritmos dos sinais OSL.

portamentos dos sinais OSL das amostras armazenadas e não armazenadas. Apesar de não ser possível afirmar diferenças nos comportamentos, Figura 3.20(b), percebe-se uma flutuação estatística maior nos dados para o conjunto de amostras não armazenadas em

comparação com as amostras armazenadas por 24hs.

Visando obtenção de propriedades quantitativas foram realizados ajustes de um decaimento exponencial, para os sinais OSL dessas amostras, a Figura 3.21 mostra dois exemplos de resíduos obtidos com desses ajustes e a Tabela 3.7 mostra os parâmetros obtidos com os ajustes.

Figura 3.21: Exemplos de resíduos reduzidos obtidos com ajuste de um decaimento exponencial realizados para os sinais CW-OSL obtidos com amostras irradiadas por 10s de radiação beta e lidas em seguida (em vermelho) e amostras irradiadas e lidas após 24 horas (em azul).

O comportamento dos resíduos obtidos pelos ajustes de um decaimento exponencial são tendenciosos e parecidos para os dois casos, amostras não armazenadas e armazenadas por 24hs. Porém ao observar o comportamento dos parâmetros ajustados, o conjunto das amostras armazenadas por 24 h apresenta desvio padrão menor do que as amostras não armazenadas, ratificando o observado anteriormente em análise qualitativa. Outra propriedade observada foi o χ^2 , o conjunto das amostras não armazenadas apresenta valores de χ^2 maiores do que o conjunto das amostras armazenadas por 24hs.

O comportamento dos resíduos obtidos dos ajustes de duas exponenciais apresentam tendências para as amostras não armazenadas. Já para as amostras armazenadas por 24h, os resíduos dos ajustes de dois decaimentos exponenciais não apresentam tendências. A Figura 3.22 apresenta exemplos dos resíduos obtidos para as amostras armazenadas por 24hs e não armazenadas.

Figura 3.22: Exemplos de resíduos reduzidos obtidos com ajuste de dois decaimentos exponenciais realizados para os sinais CW-OSL obtidos com amostras irradiadas por 10s de radiação beta e lidas em seguida (em vermelho) e amostras irradiadas e lidas após 24 horas (em azul).

Tabela 3.7: Informações obtidas com ajustes de um decaimento exponencial dos sinais CW-OSL das amostras de BeO irradiadas com beta lidas sem esperar e com espera de 24h. Cada dado representa um conjunto de 4 amostras, as incertezas atribuídas aos parâmetros são dadas pelas médias e desvio padrões e o número de graus de liberdade dos ajustes é de 117.

Tempo de espera		I_0	$p(s^{-1})$	F	$\chi^2_{\nu=117}$
0	M	39851	0.0855	184	2713 - 3358
	DP	3345	0.0080	30	
24hs	M	35657	0.0853	187	1792 - 2358
	DP	2943	0.0007	10	

M = Média

DP = Desvio Padrão

Tabela 3.8: Informações obtidas com ajustes de dois decaimentos exponenciais dos sinais CW-OSL das amostras de BeO irradiadas com beta lidas sem esperar e com espera de 24h. Cada dado representa um conjunto de 4 amostras, as incertezas atribuídas aos parâmetros são dadas pelas médias e desvio padrões e o número de graus de liberdade dos ajustes é de 115.

Tempo de espera		I_{01}	$p_1(s^{-1})$	I_{02}	$p_2(s^{-1})$	F	I_{01}/I_{02}	p_1/p_2	$\chi^2_{\nu=115}$
0	M	21505	0.1850	24175	0.0685	136	0.9	2.7	530 - 700
	DP	2405	0.0322	3413	0.0077	17	0.2	0.6	
24hs	M	25361	0.1275	13706	0.0590	121	1.9	2.2	109 - 140
	DP	3075	0.0017	251	0.0013	5	0.2	0.1	

M = Média

DP = Desvio padrão

Os ajustes de duas exponencias mostram que, para as amostras não armazenadas os parâmetros de decaimento lento " p_1 " e " p_2 " flutuam mais entre as amostras, e que os ajustes apresentam valores de χ^2 maiores do que os obtidos com amostras armazenadas por 24hs. Os ajustes de dois decaimentos exponenciais para as amostras armazenadas por 24hs apresentaram χ^2 compatíveis com o esperado número de graus de liberdade apresentando valores entre 109 e 140. Os parâmetros e propriedades dos ajustes de dois decaimentos exponenciais obtidos estão dispostos na Tabela 3.8.

Pode-se observar, pela comparação entre as razões entre os sinais iniciais, que para a componente rápida torna-se aproximadamente 2 vezes o valor da componente lenta se esperado o tempo de 24h antes da leitura. Isso se verifica pela relação dos parâmetros I_{01} e I_{02} , Tabela 3.8. Embora a queda de intensidade da componente lenta para 24h de espera seja bem mais expressiva que as flutuações de intensidade da componente rápida, isso pode significar que, na reorganização das cargas, as armadilhas com tempo de decaimento rápido são populadas ou as armadilhas de tempo lento são despovoadas, ou até uma combinação entre as duas. Na seção 3.1, foi apresentado um fenômeno de luminescência imediatamente depois das irradiações com radiação beta. Esse fenômeno pode ter um papel relevante na perda de intensidade da componente lenta e ganho na intensidade da componente rápida, dado que foi observada a perda de intensidade da componente

lenta e aumento da intensidade da componente rápida com o armazenamento de 24hs.

Bulur & Yeltik (2010) [11] mostram a existência de um artefato no início dos resíduos apresentados pelo ajuste, Figura 1.7. Esse fato foi observado também neste trabalho. O artefato apresentado muito provavelmente está relacionado com a componente instável a temperatura ambiente, sendo que se esperado tempo suficiente para eliminação dessa componente os ajustes tornam-se compatíveis e o artefato no início dos resíduos é reduzido.

3.5.4 Variação das taxas de dose

Outra análise realizada foi a averiguação dos comportamentos dos sinais CW-OSL das amostras de BeO para doses próximas e taxas de dose diferentes. No capítulo 2 de metodologia na subseção 2.3.3, foi discutida a maneira como foram realizadas as variações das taxas de dose absorvidas nas amostras de BeO com a utilização da fonte de cobalto. A Figura 3.23 apresenta os sinais OSL obtidos com amostras de BeO variando as taxas de dose com irradiações realizadas com fonte de cobalto (radiação gama).

Observando a Figura 3.23, não é possível afirmar que os comportamentos são dife-

Figura 3.23: Sinais CW-OSL obtidos com amostras de BeO irradiadas com taxas de dose de 0.024 a 1.393 mGy/s e doses acumuladas estimadas de 100mGy provenientes da fonte de cobalto-60. Em (a) são apresentados os sinais CW-OSL sem tratamento, em (b) são apresentados os sinais CW-OSL descontados os valores de fundo e normalizados pelo sinal inicial e em (c) são apresentados os logaritmos dos sinais CW-OSL.

rentes com relação a taxa de dose absorvida. Os dados apresentados a partir dos ajustes realizados para as diferentes taxas de dose, Tabelas 3.9 e 3.10, também não apresentam diferenças em termos dos parâmetros ajustados.

Tabela 3.9: Informações obtidas com ajustes de um decaimento exponencial dos sinais CW-OSL das amostras de BeO irradiadas com radiação gama, aplicada uma dose de 100mGy. Cada dado representa um conjunto de 4 amostras, as incertezas atribuídas aos parâmetros são dadas pelas médias e desvio padrões e o número de graus de liberdade dos ajustes é de 117.

Taxa (mGy/s)		I_0	$p(s^{-1})$	F	$\chi^2_{\nu=117}$
0,024	M	42721	0.091	230	2680 - 2889
	DP	4057	0.005	14	
0,06	M	37692	0.0865	428	2215 - 2537
	DP	1537	0.0005	222	
0,12	M	30498	0.090	586	1624 - 2881
	DP	4897	0.010	401	
0,34	M	30096	0.088	204	1893 - 2789
	DP	5686	0.008	722	
1,66	M	35539	0.090	379	1812 - 2564
	DP	4833	0.013	159	

M = Média

DP = Desvio padrão

Tabela 3.10: Informações obtidas com ajustes de dois decaimentos exponenciais dos sinais CW-OSL das amostras de BeO irradiadas com radiação gama, aplicada uma dose de 100mGy. Cada dado representa um conjunto de 4 amostras, as incertezas atribuídas aos parâmetros são dadas pelas médias e desvio padrões e o número de graus de liberdade dos ajustes é de 115.

Taxa(mGy/s)	M	I_{01}	$p_1(s^{-1})$	I_{02}	$p_2(s^{-1})$	F	$\chi^2_{\nu=115}$
0,024	DP	32228	0.140	15607	0.061	155	117 - 161
	M	2501	0.009	2479	0.005	20	
0,060	DP	29494	0.128	11584	0.054	313	110 - 153
	M	2656	0.005	2726	0.006	177	
0,120	DP	24522	0.124	8943	0.046	433	121 - 153
	M	6478	0.012	2532	0.012	320	
0,340	DP	25646	0.136	10999	0.060	145	126 - 153
	M	3953	0.015	4404	0.018	536	
1,660	DP	27983	0.132	11783	0.055	270	117 - 167
	M	3553	0.015	3258	0.011	129	

M = Média

DP = Desvio padrão

3.6 Amostras de Luxel

As amostras de *Luxel* foram irradiadas com radiação beta, no sistema Risø, e gama, com o irradiador de cobalto-60, e lidas no modo CW-OSL no equipamento de aquisição Risø. No sentido de obter informações qualitativas sobre o comportamento dos sinais CW-OSL das amostras de *Luxel*, foram realizadas figuras com os dados sem tratamento, com os dados descontando o fundo e normalizando pelo sinal inicial e com o logaritmo dos dados, esses são apresentados na Figura 3.24.

Observando os sinais CW-OSL obtidos sem tratamento, Figura 3.24(a), não é possível

Figura 3.24: Sinais CW-OSL das amostras de *Luxel* ($\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$) irradiadas com beta e gama, e lidas no sistema de Risø com estímulo azul (470nm). Em (a) são apresentados os dados sem tratamento, em (b) são apresentados os dados descontados os fundos e normalizados pelo sinal inicial, e em (c) foram aplicados os logaritmos nos sinais OSL obtidos.

afirmar se existem ou não diferenças no comportamento dos sinais CW-OSL obtidos com as amostras de *Luxel*. Averiguando o comportamento das amostras descontando o sinal de fundo e normalizando, Figura 3.24(b), pode-se observar uma ligeira diferença entre os comportamentos das amostras irradiadas com radiação beta em relação aos das amostras irradiadas com radiação gama. Os logaritmos dos sinais, Figura 3.24(c), não apresentam diferenças significativas com relação aos comportamentos das taxas de decaimento apresentadas dos sinais CW-OSL obtidos.

Para a obtenção de informações quantitativas sobre os dados, foram realizados ajustes de um e dois decaimentos exponenciais.

3.6.1 Ajustes de um decaimento exponencial

A Figura 3.25 mostra exemplos de ajuste de um decaimento exponencial dos sinais CW-OSL de amostras de *Luxel* irradiadas com 10s de radiação beta e 66mGy de radiação gama, as informações sobre esses ajustes estão dispostas na Tabela 3.11. Os ajustes, Figura 3.25(a), apresentam-se visualmente razoáveis, porém ao observar os resíduos, Figura 3.25(b), é possível verificar padrões. Os resíduos dos ajustes realizados para as amostras de *Luxel* irradiadas por 10s de radiação beta e 66mGy de radiação gama apresentam valores positivos, decrescendo até valores negativos próximos a -10 entre 3 e 8s, atingem um máximo entre 17 e 25s e decrescem novamente.

Os valores obtidos para os parâmetros de decaimentos, " p ", foram $0.180(10)s^{-1}$ e $0.220(17)s^{-1}$, Tabela 3.12, para os sinais CW-OSL obtidos com as amostras de *Luxel* irradiadas com radiação beta e gama respectivamente. Não foi percebida nenhuma dependência da dose absorvida. Fazendo o teste de compatibilidade Z para os parâmetros de decaimento obtidos encontra-se o valor de $Z_{\beta\gamma} = 2.06$ apresentando uma probabilidade de serem o mesmo parâmetro de 2.12%.

Observando os valores obtidos para os parâmetros de fundo " F ", apresentados na Tabela 3.12, pode-se verificar que existe uma tendência com relação a dose absorvida, sendo que quanto maior a dose absorvida maior é o valor obtido desse parâmetro, esse comportamento é observado para ambos os tipos de radiação empregados, beta e gama.

Observando os valores de χ^2 dos ajustes de um decaimento exponencial, Tabela 3.12, pode-se verificar que quanto maior o tempo de exposição das amostras de *Luxel* maiores são os valores de χ^2 . Esse comportamento do χ^2 sugere que quanto maior a dose, maior é a divergência de comportamento das amostras com relação ao modelo de um decaimento exponencial, ou seja, outras contribuições tornam-se cada vez mais importantes com o aumento do tempo de exposição a radiações ionizantes, no caso beta e gama.

Figura 3.25: Sinais OSL obtidos com amostras de *Luxel* irradiadas por 10s de radiação beta (vermelho) e 66mGy de radiação gama(azul). Em (a) são apresentados os dados e ajustes de um decaimento exponencial, e em (b) são apresentados os resíduos dos ajustes. Os parâmetros dos ajustes estão dispostos na Tabela 3.11.

Tabela 3.11: Informações dos ajustes apresentados na Figura 3.25. As incertezas dos parâmetros dadas pelos ajustes.

Irradiação	I_0	$p(s^{-1})$	fundo	χ^2
10s de beta	5641(52)	0.1608(13)	110.1(13)	2084
66mGy de gama	5308(58)	0.2299(22)	91.6(12)	1620

Tabela 3.12: Informações obtidas com ajustes de um decaimento exponencial dos sinais CW-OSL das amostras de *Luxel* irradiadas com beta e gama. Cada dado representa um conjunto de 4 amostras e o número de graus de liberdade dos ajustes é 117.

Irradiação		I_0	$p(s^{-1})$	F	$\chi^2_{\nu=117}$
2s de beta	M	1225	0.179	55	403 - 430
	DP	39	0.010	2	
4s de beta	M	2449	0.189	67	617 - 851
	DP	193	0.012	2	
6s de beta	M	3596	0.179	76	1139 - 1324
	DP	206	0.006	5	
8s de beta	M	5106	0.177	96	1578 - 1767
	DP	235	0.006	2	
10s de beta	M	6426	0.179	112	2083 - 2503
	DP	560	0.012	2	
todos com beta	M		0.180		403 - 2503
	DP		0.010		
22mGy de gama	M	2105	0.228	62	647 - 669
	DP	107	0.011	4	
44mGy de gama	M	2645	0.237	68	684 - 1033
	DP	328	0.021	8	
66mGy de gama	M	4905	0.217	87	1360 - 1621
	DP	351	0.011	5	
88mGy de gama	M	7190	0.210	106	2214 - 2537
	DP	413	0.009	4	
110mGy de gama	M	9243	0.210	123	3040 - 3381
	DP	1059	0.018	7	
todos com gama	M		0.220		647 - 3381
	DP		0.017		

M= Média; DP=Desvio padrão

3.6.2 Ajustes de dois decaimentos exponenciais

Como foi discutido, os ajustes de um decaimento exponencial não explicam o comportamento dos sinais CW-OSL obtidos com as amostras de *Luxel* irradiadas com radiação beta e gama. Os ajustes de dois decaimentos exponenciais apresentam-se visualmente razoáveis, Figura 3.26(a), os resíduos obtidos não apresentam tendências, Figura 3.26(b), e as informações sobre os parâmetros ajustados dos exemplos apresentados estão dispostos na Tabela 3.13.

Os parâmetros obtidos através dos ajustes de dois decaimentos exponenciais estão dispostos na Tabela 3.14. Os valores obtidos dos parâmetros decaimento rápido (p_1) são $0.343(32)s^{-1}$ e $0.406(34)s^{-1}$ para os sinais CW-OSL obtidos com as amostras de *Luxel* irradiadas com beta e gama respectivamente, e de decaimento lento (p_2) são $0,064(11)s^{-1}$ e $0,072(7)s^{-1}$ para os sinais CW-OSL obtidos com as amostras de *Luxel* irradiadas com beta e gama respectivamente. Comparando os valores obtidos dos parâmetros dos decaimentos exponenciais para os dois tipos de radiação, nota-se que as componentes rápidas são compatíveis entre si, e que as componentes lentas também são compatíveis entre si para ambas as radiações (beta e gama), não sendo possível diferenciar qual o tipo radiação foi aplicada nas amostras.

Analisando os parâmetros de sinais iniciais I_{01} e I_{02} verifica-se que as proporções entre elas conseguem diferenciar qual o tipo de radiação ionizante que irradiou os dosímetros, *Luxel*. Os valores obtidos para I_{01}/I_{02} foram 5.43(4) e 8.36(20) para as amostras irradiadas com radiação beta e gama respectivamente, esses valores são apresentados na Tabela 3.14. Esse tipo de comportamento pode indicar que as armadilhas estão sendo populadas de maneira diferente em relação ao tipo de radiação empregada. A componente lenta tem importância maior para irradiação com beta que com gama, e pode ser porque ela é menos estável à temperatura ambiente e possivelmente já havia decaído quando foi realizada a leitura das amostras irradiadas com gama. Nos ajustes de dois decaimentos exponenciais observa-se que os parâmetros de fundo " F " aumentam com relação ao tempo de exposição das radiações ionizantes. Da mesma maneira que foi observado para os ajustes de um decaimento exponencial.

Os ajustes de um decaimento apresentaram valores de χ^2 reduzido entre 3.5 – 21.4 e 5.5 – 28.9 para os sinais OSL obtidos com amostras irradiadas com beta e gama respectivamente. Já os ajustes de dois decaimentos exponenciais apresentaram valores de χ^2 reduzido melhores, apresentando valores de χ^2 reduzido entre 1.1 – 2.1 e 1.2 – 2.7 para os sinais OSL obtidos com as amostras irradiadas com beta e gama respectivamente.

Figura 3.26: Sinais OSL obtidos com amostras de *Luxel* irradiadas por 10s de radiação beta (vermelho) e 66mGy de radiação gama(azul). Em (a) são apresentados os dados e ajustes de dois decaimentos exponenciais, e em (b) são apresentados os resíduos dos ajustes. Os parâmetros dos ajustes estão dispostos na Tabela 3.13.

Tabela 3.13: Informações dos ajustes apresentados na Figura 3.26. As incertezas apresentadas foram obtidas diretamente dos ajustes.

Irradiação	I_{01}	$p_1(s^{-1})$	I_{02}	$p_2(s^{-1})$	F	χ^2
10s de beta	6138(84)	0.3160(71)	1214(55)	0.0590(18)	82.2(18)	190
66mGy de gama	5746(86)	0.435(11)	1014(54)	0.0780(26)	75.0(13)	148

Tabela 3.14: Informações obtidas com ajustes de dois decaimentos exponenciais dos sinais CW-OSL das amostras de *Luxel* irradiadas com beta e gama. Cada dado representa um conjunto de 4 amostras e o número de graus de liberdade dos ajustes é 115.

Irradiação		I_{01}	$p_1(s^{-1})$	I_{02}	$p_2(s^{-1})$	F	I_{01}/I_{02}	p_1/p_2	χ^2
2 s beta	M	1220	0.363	317	0.068	76	3.85	5.37	130 - 188
	DP	98	0.050	89	0.023	54	1.09	1.85	
4 s de beta	M	2565	0.351	503	0.068	56	5.10	5.18	133 - 198
	DP	228	0.048	108	0.010	3	1.10	0.77	
6 s de beta	M	3856	0.334	709	0.063	59	5.44	5.32	163 - 214
	DP	220	0.012	37	0.004	4	0.29	0.32	
8 s de beta	M	5483	0.328	1003	0.063	74	5.47	5.24	157 - 201
	DP	265	0.016	88	0.004	2	0.48	0.31	
10 s de beta	M	7050	0.338	1237	0.061	84	5.70	5.54	185 - 238
	DP	663	0.019	76	0.002	2	0.36	0.22	
todos com beta	M		0.343		0.064	70	4.96	5.28	130 - 238
	DP		0.032		0.011	24	0.76	0.08	
22 mGy de gama	M	3387	0.434	480	0.081	54	7.06	5.37	180 - 223
	DP	252	0.028	84	0.007	4	1.23	0.44	
44 mGy de gama	M	4282	0.407	440	0.068	56	9.74	6.00	134 - 205
	DP	785	0.054	66	0.006	8	1.47	0.56	
66 mGy de gama	M	7959	0.402	972	0.073	70	8.19	5.52	148 - 213
	DP	774	0.025	94	0.004	4	0.80	0.28	
88 mGy de gama	M	11769	0.395	1416	0.071	83	8.31	5.60	197 - 262
	DP	980	0.030	173	0.006	5	1.02	0.46	
110 mGy de gama	M	15288	0.395	1775	0.069	94	8.61	5.72	231 - 313
	DP	2037	0.028	174	0.005	8	0.85	0.40	
todos com gama	M		0.406		0.072	71	8.04	5.55	134 - 313
	DP		0.034		0.007	16	0.68	0.15	

M= Média; DP=Desvio padrão

3.6.3 Variação das taxas de dose

Os parâmetros e propriedades dos ajustes de um decaimento exponencial e dois decaimentos exponenciais realizados para os sinais CW-OSL obtidos por meio de amostras irradiadas com taxas de dose diferentes são apresentados nas Tabelas 3.15 e 3.16 respectivamente.

Outra análise realizada foi a averiguação do comportamento dos sinais CW-OSL para

amostras *Luxel* irradiadas com taxas de dose diferentes em uma faixa de 0.024 a 1.393 mGy/s e dose acumulada de 100 mGy irradiadas com fonte de cobalto-60. Os sinais CW-OSL obtidos estão dispostos na Figura 3.27.

Os parâmetros obtidos com ajustes de um decaimento exponencial, Tabela 3.15,

Figura 3.27: Sinais CW-OSL obtidos com amostras de *Luxel* irradiadas com taxas de dose de 0.024 a 1.393 mGy/s e doses acumuladas estimadas de 100mGy provenientes da fonte de cobalto-60. Em (a) são apresentados os sinais CW-OSL sem tratamento, em (b) são apresentados os sinais CW-OSL descontado o sinal de fundo e dados normalizados pelo primeiro sinal, e em (c) são apresentados os logaritmos dos sinais CW-OSL.

e dois decaimentos exponenciais, Tabela 3.16, não apresentaram diferenças significativas com relação as taxas de dose. Sob uma análise qualitativa não é possível verificar diferenças nos comportamentos dos sinais CW-OSL obtidos variando as taxas de dose.

Tabela 3.15: Informações dos parâmetros obtidos com ajustes de um decaimento exponencial dos sinais CW-OSL obtidos com amostras de *Luxel* irradiadas com radiação gama com diversas taxas de dose. Cada dado representa um conjunto de 4 amostras e o número de graus de liberdade dos ajustes é de 117.

Taxas(mGy/s)		I_0	$p(s^{-1})$	F	Intervalo de χ^2
0.024	M	9441	0.213	154	2955 - 3235
	DP	447	0.011	5	
0.060	M	8247	0.204	145	2498 - 2968
	DP	776	0.014	3	
0.120	M	7520	0.205	138	2219 - 2480
	DP	630	0.012	7	
0.340	M	6637	0.199	126	1916 - 2240
	DP	453	0.006	4	
1.660	M	6781	0.206	127	2025 - 2428
	DP	709	0.010	4	

M= Média; DP=Desvio padrão

Tabela 3.16: Informações dos parâmetros obtidos com ajustes de dois decaimentos exponenciais dos sinais CW-OSL obtidos com amostras de *Luxel* irradiadas com radiação gama com diversas taxas de dose. Cada dado representa um conjunto de 4 amostras e o número de graus de liberdade dos ajustes é de 115.

Taxas(mGy/s)		I_{01}	$p_1(s^{-1})$	I_{02}	$p_2(s^{-1})$	Fundo	I_{01}/I_{02}	p_1/p_2	$\chi^2_{\nu=115}$
0.024	M	10363	0.391	1657	0.069	120	6.25	5.71	184 - 286
	DP	544	0.012	77	0.001	3	0.29	0.06	
0.060	M	9026	0.388	1585	0.070	115	5.69	5.54	237 - 268
	DP	892	0.020	106	0.003	3	0.39	0.22	
0.120	M	8186	0.387	1429	0.070	110	5.73	5.54	181 - 242
	DP	691	0.018	80	0.003	6	0.33	0.27	
0.340	M	6995	0.369	1170	0.066	97	5.98	5.64	161 - 205
	DP	527	0.008	63	0.002	3	0.33	0.17	
1.660	M	7398	0.386	1271	0.069	101	5.82	5.61	165 - 208
	DP	785	0.013	62	0.003	4	0.30	0.22	

M= Média; DP=Desvio padrão

3.7 Amostras monocristalinas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$

Foram realizadas medidas com duas amostras monocristalinas de óxido de alumínio crescidas em atmosfera de carbono ($\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$). Essas amostras foram irradiadas com radiação alfa e beta, e lidas no sistema de aquisição Risø.

3.7.1 Irradiadas com beta

Os dados apresentados na Figura 3.28 mostram que os sinais OSL das duas amostras comportam-se de maneira diferente, mas isso já esperado por conta da dificuldade de homogeneização no crescimento dos monocristais de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ [7].

Em análise qualitativa não é possível verificar se existem diferenças com relação ao

Figura 3.28: Sinais CW-OSL das amostras de cristais de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ irradiadas com radiação beta com exposições de 2 a 10s. Em (a) são apresentados os dados sem tratamento, em (b) são apresentados os dados descontado o fundo e normalizado com o primeiro sinal, e (c) são apresentados o logaritmo dos dados. Em azul são apresentados resultados referentes a amostra 1 e em vermelho são apresentados os resultados referentes a amostra 2.

comportamento das curvas em função do tempo de exposição a radiação beta.

3.7.2 Irradiadas com alfa

Os dados apresentados na Figura 3.29 mostram que as duas amostras se comportam de forma diferente.

Figura 3.29: Sinais CW-OSL obtidos com amostras de cristais de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ irradiadas com radiação alfa por 10s e 100s. Em (a) são apresentados os dados sem tratamento, em (b) são apresentados os dados descontado o fundo e normalizado com o primeiro sinal, e (c) são apresentados o logaritmo dos dados.

3.7.3 Comparação entre alfa e beta

Os dados apresentados na Figura 3.30 mostram que existem diferenças nos comportamentos das curvas CW-OSL das amostras de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ irradiadas com partículas diferentes, alfa e beta no caso. A fim de obter informações quantitativas sobre as curvas CW-OSL foram realizados ajustes de um e dois decaimentos exponenciais.

Figura 3.30: Sinais CW-OSL obtidos com amostras de cristais de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ irradiadas com radiação beta por 1s e alfa por 100s, e depois lidas no sistema Risø no modo CW-OSL. Em (a) são apresentados os dados sem tratamento, em (b) são apresentados os dados descontado o fundo e normalizado com o primeiro sinal, e (c) são apresentados o logaritmo dos dados.

3.7.4 Ajustes de um decaimento exponencial

Os ajustes de um decaimento exponencial, Figura 3.31, obtidos com dados de sinal TL obtidos de amostras cristalinas de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ irradiadas com radiação alfa e beta apresentam-se razoáveis visualmente, mas apresentam tendências nos resíduos.

Os resíduos apresentados pelos sinais CW-OSL da amostra 1 irradiada com radiação

Figura 3.31: Sinais CW-OSL obtidos com amostras de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ irradiadas por 1s de radiação beta e 100s de radiação alfa. Em (a) são apresentados os dados e ajuste de um decaimento exponencial, em (b) são apresentados os resíduos dos ajustes. Os dados dos ajustes são apresentados na Tabela 3.17.

alfa apresenta um comportamento decrescente partindo de valores de 10 até atingir valor próximo a -7 em 5s de iluminação, a partir de 5s os resíduos apresentam um comportamento crescente até 30s atingindo valores positivos próximos de 5, e depois tendem a decrescer assintoticamente fluando em torno de zero.

O padrão de comportamento dos resíduos nas duas amostras irradiadas tanto com alfa quanto com beta se repetem apresentando um comportamento partindo de valores positivos decrescendo, e crescendo novamente até atingir um valor máximo e decrescendo assintoticamente tendendo a flutuar em torno de zero.

Os comportamentos dos resíduos dos ajustes de um decaimento exponencial sugerem que o modelo não responde completamente o comportamento dos sinais CW-OSL obtidos com as amostras $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ irradiadas com alfa e beta.

Os valores dos parâmetros de fundo " F " aumentam com o tempo de exposição à radiação beta. Os valores de χ^2 aumentam com a dose absorvida. Os observados com os parâmetros de fundo e χ^2 sugerem que o modelo não responde completamente o comportamento das curvas CW-OSL obtidas com as amostras de $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$. Isso sugere que quanto maior a dose mais outras componentes tornam-se importantes, ou que o modelo não é bom.

Tabela 3.17: Informações obtidas através de ajustes de um decaimento exponencial dos sinais CW-OSL das amostras de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ irradiadas com alfa e beta, apresentados na Figura 3.31. As incertezas atribuídas dos parâmetros são dadas apenas pelos ajustes e o número de graus de liberdade dos ajustes é de 117.

Amostra 1					
Irradiação		I_0	$p(s^{-1})$	F	χ^2
100s alfa	M	2916	0.157	62	817
	Inc.	37	0.002	1	
1s beta	M	3367	0.114	85	647
	Inc.	34	0.001	1	
Amostra 2					
Irradiação		I_0	$p(s^{-1})$	F	χ^2
100s alfa	M	1998	0.513	34	283
	Inc.	44	0.011	1	
1s beta	M	4876	0.425	38	530
	Inc.	65	0.005	1	

M= Média; Inc.=incerteza

Tabela 3.18: Dados com os parâmetros obtidos a partir das análises das amostras de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ dos ajustes de um decaimento exponencial da figura 3.31. As incertezas atribuídas dos parâmetros foram obtidas através dos ajustes, e o número de graus de liberdade dos ajustes é de 117.

Amostra 1					
Irradiação		I_0	$p(s^{-1})$	F	χ^2
100s de alfa	M Inc.	2916 37	0.157 0.002	62 1	817
2s de beta	M Inc.	6732 50	0.124 0.001	126 1	1383
4s de beta	M Inc.	13887 71	0.121 0.001	233 2	3089
6s de beta	M Inc.	19493 82	0.116 0.001	325 2	4239
8s de beta	M Inc.	22159 86	0.110 0.001	396 3	5112
10s de beta	M Inc.	29904 100	0.112 0.001	491 3	7136
2-10s de beta	M Inc.		0.116 0.006		231-7136
Amostra 2					
Irradiação		I_0	$p(s^{-1})$	F	χ^2
100s de alfa	M Inc.	1998 44	0.513 0.011	34 1	283
2s de beta	M Inc.	7956 84	0.431 0.004	48 1	1542
4s de beta	M Inc.	15704 116	0.408 0.003	65 1	3246
6s de beta	M Inc.	23425 143	0.425 0.002	69 1	4760
8s de beta	M Inc.	38608 189	0.488 0.002	75 1	5356
10s de beta	M Inc.	51093 219	0.487 0.002	90 1	9352
2-10s de beta	M Inc.		0.431 0.037		233-9352

M= Média; Inc.=incerteza;

3.7.5 Ajustes de dois decaimentos exponenciais

Os ajustes de dois decaimentos exponenciais, Figura 3.32, obtidos com dados de sinal CW-OSL obtidos de amostras cristalinas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ irradiadas com a radiação alfa e beta apresentam-se razoáveis visualmente, e os resíduos não apresentam tendências.

As razões dos parâmetros I_{01}/I_{02} e p_1/p_2 obtidas da amostra 1 são compatíveis

Figura 3.32: Sinais CW-OSL obtidos com amostras de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ irradiadas por 1s de radiação beta e 100s de radiação alfa. Em (a) são apresentados os dados e ajuste de dois decaimentos exponenciais, em (b) são apresentados os resíduos dos ajustes. Os dados dos ajustes são apresentados na Tabela 3.19.

com os valores encontrados para as amostras de *Luxel*, o que indica que a amostra 1 monocristalina é similar aos cristais que compõem as amostras de *Luxel*.

Tabela 3.19: Informações obtidas através de ajustes de dois decaimentos exponenciais dos sinais CW-OSL das amostras de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ irradiadas com alfa e beta, apresentados na Figura 3.32. As incertezas atribuídas dos parâmetros são dadas apenas pelos ajustes e o número de graus de liberdade dos ajustes é de 115.

Amostra 1							
Irradiação		I_{01}	$p_1(s^{-1})$	I_{02}	$p_2(s^{-1})$	F	χ^2_{115}
100s alfa	M	2909	0.290	701	0.067	50	157
	Inc.	68	0.011	68	0.003	1	
1s beta	M	3174	0.174	679	0.049	66	193
	Inc.	86	0.006	89	0.004	2	
Amostra 2							
Irradiação		I_{01}	$p_1(s^{-1})$	I_{02}	$p_2(s^{-1})$	F	χ^2_{115}
100s alfa	M	1685	0.721	441	0.271	33	237
	Inc.	208	0.081	208	0.050	1	
1s beta	M	4985	0.507	206	0.082	32	209
	Inc.	71	0.010	71	0.008	1	

M= Média; Inc.=incerteza

Tabela 3.20: Informações obtidas através de ajustes de dois decaimentos exponenciais dos sinais CW-OSL das amostras de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ irradiadas com alfa e beta. As incertezas atribuídas dos parâmetros são dadas apenas pelos ajustes e o número de graus de liberdade dos ajustes é de 115.

Amostra 1									
Irradiação		I_{01}	$p_1(s^{-1})$	I_{02}	$p_2(s^{-1})$	F	I_{01}/I_{02}	p1/p2	χ^2_{115}
100s de alfa	M	2909	0.290	701	0.067	50	4.15	4.33	157
	Inc.	68	0.011	68	0.003	1	0.40	0.22	
2s de beta	M	6517	0.195	1339	0.052	94	4.87	3.75	229
	Inc.	104	0.005	104	0.002	3	0.38	0.17	
4s de beta	M	13637	0.191	2686	0.049	161	5.08	3.90	333
	Inc.	139	0.003	134	0.001	4	0.25	0.12	
6s de beta	M	19070	0.184	3853	0.048	221	4.95	3.83	425
	Inc.	168	0.002	168	0.001	5	0.22	0.10	
8s de beta	M	21637	0.175	4472	0.045	258	4.84	3.89	593
	Inc.	178	0.002	175	0.001	6	0.19	0.09	
10s de beta	M	29668	0.177	5650	0.044	305	5.25	4.02	651
	Inc.	193	0.002	193	0.001	6	0.18	0.08	
2-10s de beta	M		0.184		0.048		5.00	3.88	229-651
	DP		0.009		0.003		0.17	0.10	
Amostra 2									
Irradiação		I_{01}	$p_1(s^{-1})$	I_{02}	$p_2(s^{-1})$	F	I_{01}/I_{02}	p1/p2	χ^2_{115}
100s de alfa	M	1685	0.721	441	0.271	33	3.83	2.66	237
	Inc.	208	0.081	208	0.050	1	1.81	0.50	
2s de beta	M	8299	0.533	326	0.052	32	25.46	10.25	163
	Inc.	92	0.007	92	0.002	1	7.16	0.49	
4s de beta	M	16505	0.509	654	0.052	38	25.25	9.79	157
	Inc.	128	0.005	128	0.002	1	4.94	0.30	
6s de beta	M	24628	0.527	902	0.053	37	27.31	9.94	163
	Inc.	157	0.004	157	0.001	1	4.76	0.24	
8s de beta	M	40113	0.585	1255	0.066	47	31.96	8.86	163
	Inc.	204	0.004	37	0.001	1	0.93	0.19	
10s de beta	M	53462	0.604	1983	0.065	52	26.95	9.29	163
	Inc.	239	0.003	42	0.001	1	0.57	0.14	
2-10s de beta	M		0.533		0.053		27.39	9.63	157-163
	DP		0.041		0.007		2.71	0.55	

M= Média; Inc.=incerteza;

3.7.6 Comparação com TL

Na tentativa de compreender o comportamento diferente entre as duas amostras foram realizadas medidas de sinais CW-OSL e TL das amostras 1 e 2 de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ irradiadas com radiação beta por 1s, Figura 3.33 e lida no sistema Risø sob as condições descritas

na seção 2.2.2.

Pode-se verificar que as duas amostras apresentam comportamentos diferentes, tanto

Figura 3.33: Sinais TL obtidos das amostras 1 e 2 de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$. Em (a) são apresentados os sinais CW-OSL das duas mostras irradiadas com beta por 1s, em (b) são apresentados os respectivos sinais TL das amostras irradiadas com beta por 1s e a subtração do sinal TL entre a amostra 1 e 2. A taxa de aquecimento e filtro utilizados foram de 5°C/s e filtro U-340, respectivamente.

no sinal TL como no OSL. Isso pode ser explicado possivelmente por tipos de impurezas encontradas nos dois dosímetros. Sugere-se que a amostra 1 possui dois picos TL na curva de emissão entre 150 e 300°C , embora não estejam separados, Figura 3.33(b). Na amostra 2 o segundo pico entre 200 e 300°C não se apresenta, ratificando que as duas amostras são diferentes. A subtração dos sinais TL da amostra 1 e amostra 2, Figura 3.33(b), mostra claramente que o pico apresentado pela amostra 1 é composto por duas componentes com picos máximos em 215 e 250°C . Resultados como esses foram observados na literatura anteriormente [16].

Capítulo 4

Discussões

4.1 Instrumentação

Entender como a flutuação dos dados se comporta é importante no momento de extração de informações relevantes, para a obtenção de resultados mais confiáveis e acurados. No caso desse trabalho é importante para estimativas de dose, conversões entre tipos de dose, na estimativa de parâmetros e na avaliação do grau de confiabilidade estatística que certos modelos apresentam ao serem ajustados. O estudo realizado sobre as incertezas das contagens da fotomultiplicadora na faixa de 10^3 a 10^4 contagens mostraram que a estimativa das incertezas dadas pelo modelo de Poisson ($\sqrt{N}$) é subestimada em torno de 16%. O método utilizado para obtenção das incertezas pode ser expandido para outros fenômenos, desde que seja conhecida a função que descreva o comportamento dos dados.

A fonte de Cobalto-60 apresentou taxa de dose no ar de 6.830(88)Gy/s a 1 cm de distância da fonte. A fonte utilizada apresentava atividade de 7812 Ci em 1993, sendo passados 2.86 meias vidas do cobalto-60. A atividade estimada para esse ano (2018) é de 291 Ci. Utilizando a constante de taxa de exposição de kerma no ar do cobalto-60 $309 \times (1.028 \times 10^{-5})$ Gy cm²/Ci s [30], obtemos o valor da atividade de 215.0(27) Ci. O valor da atividade obtida para a fonte de cobalto-60 foi aproximadamente 30% menor do que o valor nominal. Resultados semelhantes foram obtidos pelo Grupo de Dosimetria das Radiações e Física Médica - GDRFM em comparações com outras fontes de Co-60.

As irradiações com partículas alfa foram realizadas no sistema Risø com fonte de amerício necessitam ser realizadas em regime de vácuo. A fonte de amerício gera partículas alfa de baixa energia e que são pouco penetrantes em meio material, e isso constitui em algumas dificuldades na avaliação de doses depositadas por esse tipo de radiação. Nesse trabalho não foram realizadas irradiações alfa com o *Luxel* por os cristais de Al₂O₃:C estarem entre filmes plásticos. Foram realizadas algumas simulações com o programa SRIM[31], programa de simulação de interação, com partículas alfa de 5.48MeV em meio de polietileno ($Z_{eff}=7.23$), e sendo observado que as partículas alfa não alcançaram a espessura de 50μm. A baixa penetrabilidade das partículas alfa faz com que a deposição de energia nos dosímetros seja superficial, tornando assim a taxa de dose apresentada de 45Gy/s para o quartzo natural, não correspondente as taxas de dose para as amostras de BeO e monocristais de Al₂O₃:C [20].

4.2 Avaliação da taxa de dose no sistema Risø

Os resultados dos sinais CW-OSL obtidos das amostras de BeO e *Luxel* apresentaram para os sinal inicial e sinal integrado comportamentos lineares em relação as doses absorvidas nas faixas de 22 a 110 mGy para as irradiações com radiação beta e gama.

O fator de conversão entre tempo de radiação beta (fonte Risø) e doses absorvidas no ar (Co-60) resultaram em 12.2(11) mGy/s e 8.5(9) mGy/s das amostras de BeO para sinal inicial e sinal integrado respectivamente, e para as amostras de *Luxel* 7.5(5) mGy/s e 8.8(9) mGy/s para sinal inicial e sinal integrado respectivamente. Esses resultados de conversões por sinal inicial e sinal integrado mostram-se diferentes, e é possível que essas diferenças tenham sido causadas por efeito de *fading* apresentado pelas amostras de BeO e *Luxel*, sendo que para o BeO o *fading* é mais expressivo na componente rápida e no *Luxel* o *fading* é mais expressivo na componente lenta.

4.3 MMQ

O MMQ aplicado aos ajustes de um decaimento exponencial e dois decaimentos exponenciais realizados em dados simulados com método de Monte Carlo, mostrou-se razoável, confiável, produziu os resultados esperados, com boa precisão, com χ^2 na faixa esperada e permitiu a obtenção das matrizes de covariâncias.

O método utilizado possui algumas peculiaridades que devem ser observadas. Na utilização do método, os valores utilizados nos mapeamentos do χ^2 foram suficientes, sendo atribuídos valores dos parâmetros de decaimento entre 0 e 1 ao passo de 0.001. No caso de mapeamento de um decaimento exponencial o mapa de χ^2 apresentou comportamento parabólico em relação ao parâmetro não linear, e no caso de dois decaimentos o mapa de χ^2 apresentou comportamento de um paraboloide elíptico.

O procedimento utilizado possibilitou o mapeamento do χ^2 e garantiu as propriedades dos ajustes e convergência do método de Gauss para o refinamento dos parâmetros e obtenção das matrizes de covariâncias.

4.4 BeO

Os ajustes de um e dois decaimentos exponenciais dos sinais OSL das amostras de BeO se mostraram visualmente razoáveis, os de um decaimento exponencial conseguem diferenciar as irradiações alfa de beta e gama, e os de dois decaimentos conseguem diferenciar os três tipos de irradiações alfa, beta e gama. Os ajustes de um decaimento exponencial apresentaram valores de χ^2 altos e apresentaram tendências nos resíduos.

Os ajustes de dois decaimentos exponenciais apresentaram valores de χ^2 melhores e não apresentaram tendências nos resíduos. Ambos os ajustes não apresentaram diferenças no comportamento com a dose absorvida de 22 a 122mGy, e também não apresentaram com as taxas de dose (0.024 a 1.66 mGy/s).

Os ajustes de um decaimento exponencial dos sinais OSL das amostras de BeO conseguem diferenciar pelo parâmetro de decaimento as irradiações alfa de beta e gama. Entre gama e beta não é possível, por análise de um decaimento exponencial, diferenciar os comportamentos dos sinais OSL.

Os ajustes de dois decaimentos exponenciais aplicados nos sinais CW-OSL obtidos das amostras de BeO conseguem diferenciar o tipo de radiação que incidiu nos dosímetros pela proporção dos parâmetros de sinais iniciais apresentando valores de 1.0(2) e 2.8(4) para beta e gama respectivamente. Também diferenciam pelo parâmetro de decaimento rápido apresentando valores de $0.213(26)s^{-1}$ e $0.134(12)s^{-1}$ para beta e gama. É válido ressaltar que as leituras foram realizadas imediatamente depois das irradiações com beta. Como foi observado que o sinal OSL do BeO apresenta um *fading*, e dado que as leituras das amostras irradiadas com beta foram feitas imediatamente após as irradiações, é necessário observar esse resultado com cautela. Essas alterações no formato dos sinais OSL das amostras de BeO podem ter sido ocasionadas por efeito de *fading* na componente rápida do sinal CW-OSL devido a componente ser instável a temperatura ambiente [13]. Analisando os resultados obtidos das amostras irradiadas e armazenadas por 24h, obteve-se $0.1275(17)s^{-1}$ para o parâmetro de decaimento rápido que é compatível com o valor do decaimento rápido das amostras irradiadas com radiação gama. Porém mesmo assim pode-se diferenciar o comportamento pelos ajustes de dois decaimentos exponenciais com a razão dos sinais iniciais das componentes rápida e lenta apresentando para as amostras irradiadas com beta e armazenadas por 24h o valor de 1.9(2) e para as irradiadas com gama 2.8(4), apresentando $Z=2.01$, apresentando uma probabilidade de serem o mesmo parâmetro de 2.2%.

Neste trabalho também foi observado que o BeO logo após ser irradiado com radiação beta emite luz espontaneamente na faixa detectável pelo sistema Risø com a utilização de filtro U-340 (entre 280 e 380nm) e decrescente no tempo à temperatura ambiente, e essa emissão de luz espontânea é dependente com o tempo de radiação beta apresentando um máximo sinal inicial detectável com 100s de radiação beta. Esse fenômeno foi utilizado para obtenção da correção nas incertezas da fotomultiplicadora.

4.5 Luxel

Os ajustes de um e dois decaimentos exponenciais dos sinais OSL das amostras de BeO são visualmente razoáveis, os de um decaimento exponencial conseguem diferenciar as irradiações beta e gama, e os de dois decaimentos também. Os ajustes de um decaimento exponencial apresentaram valores de χ^2 altos e tendências nos resíduos. Os ajustes de dois decaimento exponenciais apresentaram valores de χ^2 melhores e sem tendências nos resíduos. Ambos os ajustes não apresentaram diferenças no comportamento com a dose absorvida de 22 a 122mGy, nem com as taxas de dose (0.024 a 1.66 mGy).

Os ajustes de um decaimento exponencial dos sinais OSL das amostras de *Luxel* conseguem diferenciar pelo parâmetro de decaimento as irradiações beta e gama, apresentando valores de $0.180(10)s^{-1}$ e $220(17)s^{-1}$ respectivamente. Os ajustes de dois decaimentos exponenciais dos sinais OSL das amostras de *Luxel* conseguem diferenciar pelo parâmetro de decaimento rápido as irradiações com beta e gama, apresentando valores do parâmetro de decaimento rápido iguais a $0.343(32)s^{-1}$ e $0.406(34)s^{-1}$ para amostras irradiadas com beta e gama respectivamente. Esses ajustes também conseguem diferenciar as irradiações com a razão entre os sinais iniciais das componentes rápida e lenta apresentando valores de 4.96(76) e 8.04(68) para as irradiadas com beta e gama respectivamente. É válido ressaltar que as leituras das amostras irradiadas com radiação beta de *Luxel* foram realizadas imediatamente após as irradiações, podendo assim isso ter influenciado no comportamento dos sinais CW-OSL obtidos.

Na literatura é apresentado um efeito de *fading* de 10 min na região do azul, Jursinic [32]. Esse *fading*, observado também por Flint, pode ter influência nos parâmetros ajustados. Verifica-se que os parâmetros de decaimento obtidos das amostras irradiadas com beta são menores (mais lentos) do que os parâmetros obtidos com as amostras irradiadas com gama, uma possibilidade seria de que pela ação do *fading* o sinal fica mais rápido, fazendo com que a componente lenta do sinal CW-OSL seja mais afetada pelo efeito de *fading*.

4.6 monocristais $Al_2O_3:C$

As duas amostras de $Al_2O_3:C$ apresentaram comportamentos diferentes dos sinais OSL e não compatíveis entre si.

A amostra 1 apresentou parâmetros, segundo ajustes de um e dois decaimentos exponenciais, de decaimentos compatíveis com os das amostras de *Luxel*. Isso indica que os cristais de presentes no dosímetro comercial *Luxel* são semelhantes ao monocristal apresentado.

Nos sinais de termoluminescência, ambas as amostras possuem o pico de $75^{\circ}C$, porém esse é instável a temperatura ambiente e não foi objeto de estudo desse trabalho. A amostra 1 irradiada com 1s de radiação beta apresentou no sinal TL um pico largo entre $175^{\circ}C$ e $275^{\circ}C$. A amostra 2 irradiada com 1s de radiação beta apresentou um pico entre $175^{\circ}C$ e $225^{\circ}C$. A diferença entre os dois sinais TL sugere que o pico largo da amostra 1 seja a composição de dois picos um entre $175-225^{\circ}C$ e outro entre $225-275^{\circ}C$.

Estudo anterior de Akselrod et al [16] cita como é difícil o controle dos defeitos no crescimento dos cristais $Al_2O_3:C$ e que doses altas podem causar defeitos nesses materiais.

Ambas as amostras de $Al_2O_3:C$ apresentaram comportamentos distintos com relação as irradiações com alfa e beta. A amostra 1 apresentou no ajuste de um decaimento valor do parâmetro de decaimento de $0.157(2)s^{-1}$ e $0.116(6)s^{-1}$ para irradiações com 100s alfa e beta respectivamente. Para os ajustes de dois decaimentos apresentou parâmetros de decaimentos rápidos de $0.290(11)s^{-1}$ e $0.184(9)s^{-1}$, e proporções entre os sinais iniciais das componentes rápida e lenta de 4.15(40) e 5.00(17) para irradiações com 100s de alfa e beta respectivamente. A amostra 2 apresentou no ajuste de um decaimento valor

de parâmetro de decaimento de $0.513(11)s^{-1}$ e $0.431(37)s^{-1}$ para irradiações com 100s alfa e beta respectivamente. Para os ajustes de dois decaimentos apresentou parâmetro de decaimentos rápidos de $0.721(81)s^{-1}$ e $0.271(50)s^{-1}$, e proporções entre os sinais iniciais das componentes rápida e lenta de 3.8(1.81) e 27.4(27) para irradiações com 100s de alfa e beta respectivamente. É válido ressaltar que para as amostras irradiadas com alfa só foram realizadas irradiações com 100s de exposição a alfa, para um estudo mais rigoroso do comportamento do sinal CW-OSL seriam necessárias outras baterias de dados com exposições maiores.

Capítulo 5

Conclusões

As estimativas das incertezas são importantes para as análises e extração de informações relevantes para extração de parâmetros, pois as estimativas são sensíveis as incertezas dos dados. Nesse trabalho foi observado um acréscimo de 16% nas incertezas da dos sinais OSL medidos em relação ao modelo de Poisson comumente utilizado para contagens de sinal.

Na verificação das taxas de dose da fonte beta foram obtidas conversões distintas entre dose absorvida e tempo de irradiação com beta se utilizado sinal OSL inicial e integrado. Essas diferenças observadas foram provenientes de *fading* das amostras de BeO e *Luxel*, sendo que para BeO o efeito de fading aparece para componente rápida do sinal CW-OSL e para o *Luxel* aparece na componente lenta.

Para obtenção das doses o campo do irradiador de cobalto foi testado apresentando 6.830(88)mGy/s a uma distância de 1 cm, correspondendo a uma atividade de 215.0(27) valor 30% abaixo do nominal (291 Ci).

As amostras monocristalinas apresentaram comportamentos diferentes entre si, sendo que o de uma delas foi semelhante ao do dosímetro comercial *Luxel*. Os estudos realizados mostram que essa amostra apresenta em sua TL duas componentes entre 175-225°C e 225-275°C.

O modelo OTOR com as simplificações foi útil no entendimento dos comportamentos dos sinais das amostras de BeO, *Luxel* e monocristais de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$, e as análises realizadas sobre esses materiais sugerem que o modelo de com única armadilha e um centro de recombinação não é suficiente para descrever o comportamento dos sinais OSL.

O método dos mínimos quadrados ofereceu boas estimativas para os parâmetros de decaimentos dos sinais OSL das amostras de BeO e *Luxel*, nos ajustes de um e dois decaimentos exponenciais. Os ajustes de um decaimento exponencial apresentaram tendências nos resíduos para ambas as amostras BeO e *Luxel*. Os ajustes de dois decaimentos não apresentaram tendências para os ajustes dos sinais das amostras de *Luxel*, mas apresentaram tendências para os ajustes dos sinais das amostras de BeO irradiadas com radiação beta, mesmo alguns ajustes apresentando tendências, os de dois decaimentos exponenciais com fundo são melhores em qualidade que os ajustes de um decaimento exponencial com fundo. As tendências observadas nos inícios dos resíduos dos ajustes de dois decaimentos para amostras de BeO levantam a suspeita sobre haver efeito de *fading*. Os parâmetros de decaimento ajustados não apresentam dependência da quantidade de dose e taxa de dose

absorvidas pelas amostras de BeO e *Luxel*.

É possível por comparação dos parâmetros ajustados do modelo de dois decaimentos exponenciais pelo MMQ diferenciar os comportamentos dos sinais OSL obtidos com diferentes tipos de radiação que incidiram nos dosímetros. As informações que indicam as diferenças nos sinais CW-OSL entre os tipos de partículas são parâmetros de decaimento rápido e lento, e a razão entre os parâmetros de sinais iniciais das componentes rápidas e lentas.

Foram observadas diferenças nos comportamentos dos sinais CW-OSL dos materiais $\text{Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ e BeO irradiados com alfa, beta e gama, não foram observadas diferenças com as taxas de dose e nem com a quantidade de dose. Estudos com irradiações com outros tipos de partículas e taxas de dose acima de 1.66mGy/s e doses acima de 122mGy são necessários, dado que há indícios de que os comportamentos dos sinais CW-OSL variam com doses elevadas e taxas de doses elevadas.

Referências

- [1] D. B. Flint, D. A. Granville et al; "*Ionization density dependence of the curve shape and ratio of blue to UV emission of $Al_2O_3:C$ optically stimulated luminescence detectors exposed to 6-MV photon and therapeutic proton beams.*"; Radiation Measurements, 2006; vol. 89; págs. 35-43.
- [2] G. O. Sawakuchi, E. G. Yukihiro et al; "*Relative optically stimulated luminescence and thermoluminescence efficiencies of $Al_2O_3:C$ dosimeters to heavy charged particles with energies relevant to space and radiotherapy dosimetry*", Journal of Applied Physics 104, 2008;
- [3] D. Banerjee, M. Blair et al; *Dose and Dose-rate dependence of optically stimulated signals in quartz: theoretical simulations*; Radiation Protection Dosimetry; Vol 101, págs. 353-358, 2002.
- [4] R. Chen & V. Pagonis; *Thermally and Optically Stimulated Luminescence - A simulation approach*; John Wiley & Sons Ltd, West Sussex, 2011.
- [5] R. Majgier, M. Biernacka et al; *Analysis of OSL decay characteristics for beta-irradiated potassium chloride samples.*; Radiation Measurements, 2017;vol. 106; págs. 67-72
- [6] N. K. Umisedo, E. M. Yoshimura, P. B. R. Gasparian, and E. G. Yukihiro, *Comparison between blue and green stimulated luminescence of $Al_2O_3:C$* , Radiation Measurements, vol. 45, no. 2, págs. 151-156, Feb. 2010.
- [7] E. G. Yukihiro, & S. W. S. McKeever; *Optically Stimulated Luminescence - Fundamentals and Applications*; first ed. Wiley, West Sussex, 2011.
- [8] A.L.M.C Maltez, M.B. Freitas, E. M. Yoshimura et al; *OSL and TL techniques combined in a beryllium oxide detector to evaluate simultaneously accumulated and single doses*. Applied Radiation and Isotopes 110; págs 155–159, 2016.
- [9] D. Banerjee, M. Blair, & S. W. S McKeever; *Dose and dose-rate dependence of optically stimulated signals in quartz: theoretical simulations*; Radiation Protection Dosimetry 101, págs 353–358, 2002.
- [10] C. Woda, S. Greulich, & K. Beerten; *On the OSL curve shape and preheat treatment of electronic components from portable electronic devices*; Radiation Measurements 45, págs 746–748, 2010.

- [11] E. Bulur & A. Yeltik; "*Optically stimulated luminescence from BeO ceramics: An LM-OSL study*"; Elsevier, 2010, Radiation Measurements, vol 45, pág 29-34.
- [12] Glenn F. Knoll; "*Radiation detection and measurement*"; University of Michigan, USA, 4th Edition, 2010;
- [13] Anna L. M. C., Malthiez, Marcelo B. Freitas, Elisabeth M. Yoshimura, Nancy K. Umisedo, Vera L. S. N. Button; "*OSL and TL techniques combined in a beryllium oxide detector to evaluate simultaneously accumulated and single doses*"; Elsevier, 2016, Applied Radiation and Isotopes, vol 110 pág 155-159.
- [14] E. Bulur & H. Y. Göksu, "*OSL from BeO ceramics: New observations from an old material*"; Pergamon, Radiation Measurements, vol 29, págs 639-650, 1998.
- [15] E.G. Yukihiro, E. M. Yoshimura, et. al; *High-precision dosimetry for radiotherapy using the optically stimulated luminescence technique and thin Al₂O₃:C dosimeters*; Physics in Medicine and Biology, 2005, vol 50, pág. 5619–5628;
- [16] A. E. Akselrod and M. S. Akselrod; *Correlation between OSL and the distribution of TL traps in Al₂O₃:C*; Radiation Protection Dosimetry, vol. 100, pág 217–220, 2002.
- [17] S. W. S. McKeever, M. S. Akselrod et al; *Characterisation of Al₂O₃ for use in thermally and optically stimulated luminescence dosimetry*; Radiation Protection Dosimetry, 1999 ; Vol. 84, Nos. 1–4, pp. 163–168;
- [18] Materion Ceramics; *beryllium oxide pellets* ; Tucson, AZ, USA; 2012.
<https://materion.com/-/media/files/ceramics/datasheets/cc-002ceramicsmaterialpropertieschart.pdf>
- [19] Spectrometer - QE65000; Ocean Optics; Dunedin, USA;
- [20] *Guide to "Risø TL/OSL reader model DA-20"* ; DTU Nutech - Center for Nuclear Technologies; Denmark, august, 2010.
- [21] V. R. Vanin, P. Gouffon & O. Helene, *Análise estatística de medidas em ciências exatas*. São Paulo: Notas de Aula, IFUSP, 2017.
- [22] https://www.nucleonica.com/Application/ReducedDecaySchemes/Am241_TXT.htm, acesso 08 de janeiro de 2018.
- [23] F.A. Ferreira Jr, E.M. Yoshimura et al; "*Correlation of optically and thermally stimulated luminescence of natural fluorite pellets*", Radiation Measurements, vol. 71, pp. 254-257, 2014;
- [24] http://wanda.fiu.edu/teaching/courses/Modern_lab_manual/beta_spectroscopy.html, acesso 08 de janeiro de 2018.

- [25] Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN; *Certificado de calibração nº0465/2015*; Laboratório de calibração de instrumentos - LCI; São Paulo, SP; 21 de dezembro de 2015;
- [26] https://www.nucleonica.com/wiki/index.php?title=Decay_Schemes#27_Co_60_.28Z.3D27.2C_N.3D33.29, acesso 08 de janeiro de 2018.
- [27] O. A. M. Helene, & R. V. Vanin; *Tratamento estatístico de dados em física experimental*, Ed. Edgard Blücher Ltda., São Paulo, 1991, ed. 2.
- [28] Y. Bard; *Nonlinear Parameter Estimation*. Academic Press, New York, 1970,
- [29] E. G. Yukihiro, A. B. Andrade & S. Eller; "*BeO optically stimulated luminescence dosimetry using automated research readers*", Radiation Measurements, 2016, pp. 27-34
- [30] N. Suntharalingam, E.B. Podgorsak & H. Tölle; "*Brachytherapy: physical and clinical aspects*"; in "*Radiation Oncology Physics: A Handbook for Teachers and Students*"; editado por J. L. M. Venselaar, D. Baltas, A. S. Meigooni & P. J. Hoskin; cap 13; CRC press; 2012.
- [31] J. Biersack & M. Z. J. Ziegler, *SRIM: The Stopping and Range of Ions in Matter*, SRIM Co. 2013; <http://www.srim.org/> ; acesso 14 de agosto de 2018.
- [32] P.A. Jursinic, *Characterization of optically stimulated luminescent dosimeters, OSLDs, 550 for clinical dosimetric measurements*, Medical Physics, 2007, 34, 4594-4604.
- [33] E. Okuno, E. M. Yoshimura; *Física das radiações*, São Paulo, Oficina de Textos, 2010, 2ed.
- [34] A. N. Nyirenda & M. L. Chithambo; "*The influence of radiation-induced defects on thermoluminescence and optically stimulated luminescence of α -Al₂O₃:C*"; Nuclear instruments and Methods in Physics Research B 397 ,2017, págs 92-100.

Apêndice A - Biblioteca em Python

Biblioteca de análise estatística em linguagem de programação *Python*

```
1 #####
2 ###date 13/10/18
3 ###It is going to be up to date at:
4 ###< https://github.com/LeonardoLeano333 >
5 #####
6 ### change lsm to lsm_
7
8 import numpy as np
9
10 #####
11 ###weighted average
12 #####
13 #it is not that important
14 def w_average(x, sx):
15     #parameters
16     #x = np.array
17     #sx = np.array; same length of x ; x deviation
18     #return
19     #w_avg = weighted average
20     lx= len(x)
21     p = np.array([1/(sx[i]*sx[i]) for i in range(lx)])
22     w_avg = np.dot(x,p)/sum(p)
23     return w_avg
24
25 #####
26 ###weighted average deviation
27 #####
28 #it is not that important
29 def s_w_average(sx):
30     lx=len(sx)
31     p = np.array([1/(sx[i]*sx[i]) for i in range(lx)])
32     s_w_avg = np.sqrt(1/(sum(p)))
33     return s_w_avg
34
35 #####
36 ###chi-square calculated by data and estimated data y
37 #####
38 #it is not that important
39 def chi2_calculator(data, sdata, y):
40     #data = np.array
41     #sdata = np.array, data desviations, same lenght of data
```

```

42 #y = np.array, estimated data, same length of data
43 delta = (data-y)/sdata
44 chi2 = sum(delta**2)
45 return chi2
46
47 #####
48 ###slope fit by least square method
49 #####
50 def lsm_slope_fit(x,y,sy=[0]):
51 #problem definition: y = ax
52 #parameters
53 #x = np.array
54 #y = np.array; data same length of x
55 #sy = np.array; same length of x
56 #return a,sigma_a
57 #A = parameters
58 lx = len(x)
59 if len(sy) == lx:
60     b = sum([y[i]*x[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
61     m = sum([x[i]*x[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
62     a = b/m
63     sy_estimate =0
64
65 else:
66     print('Warning!!! The program is estimating the data deviation'
67 )
68     sy_estimate= 1
69     for i in range(10):
70         sy = sy_estimate*np.ones(lx)
71         b = sum([y[i]*x[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
72         m = sum([x[i]*x[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
73         a = b/m
74         f_i = a*x
75         sy_estimate = np.sqrt(sum((y-f_i)**2)/(lx-1))
76         print('\n',str(sy_estimate),'\n')
77     sigma_a = 1/m
78
79     return a, sigma_a, sy_estimate
80
81 #####example1: lsm_linear_fit(x,y,sy)
82 #y = np.array([ 0.5*i +np.random.rand(1)[0] for i in range(0,100)])
83 #sy = np.ones(100)
84 #x = np.arange(0,100)
85 #A,cov_matrix , _ = lsm_linear_fit(x,y,sy)
86
87 #####example2: lsm_linear_fit(x,y)
88 #y = np.array([ 0.5*i +np.random.rand(1)[0] for i in range(0,100)])
89 #x = np.arange(0,100)
90 #A,cov_matrix , sy_estimate = lsm_linear_fit(x,y)
91
92 #####
93 #####coments for developping
94 # ii you dont know the deviation of the data you have to do it
95     recursively in order to estimate it

```

```

96 def lsm_linear_fit(x,y,sy=[0]):
97     #problem definition: y = ax +b
98     #parameters
99     #x = np.array
100     #y = np.array; data same length of x
101     #sy = np.array; same length of x
102     #return A,cov_matrix
103     #A = parameters
104     #A[0] = a
105     #A[1] = b
106     #return A,cov_matrix,sy_estimate
107     #cov_matrix = covariance matrix
108     lx = len(x)
109     if len(sy) == lx:
110         #linear problem definition
111         B = [0,0] #
112         M = [[0,0],[0,0]] #design matrix
113
114         M[0][0] = sum([x[i]*x[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
115         M[1][0] = sum([x[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
116         M[0][1] = M[1][0]
117         M[1][1] = sum([1/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
118
119         B[0] = sum([y[i]*x[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
120         B[1] = sum([y[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
121
122         A = np.linalg.solve(M,B)
123         if A[0] == 'nan':
124             print('Warning!!! \n \n this problem could not have a
125             solution')
126             A = np.dot(np.linalg.pinv(M),B)
127             cov_matrix = np.linalg.inv(M)
128             sy_estimate=0
129         else:
130             print('Warning!!! The program is estimating the data deviation'
131             )
132             sy_estimate= 1
133             for i in range(10):
134                 sy = sy_estimate*np.ones(lx)
135                 B = [0,0] #
136                 M = [[0,0],[0,0]] #design matrix
137
138                 M[0][0] = sum([x[i]*x[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx)
139                 ])
140
141                 M[1][0] = sum([x[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
142                 M[0][1] = M[1][0]
143                 M[1][1] = sum([1/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
144
145                 B[0] = sum([y[i]*x[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
146                 B[1] = sum([y[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(lx) ])
147
148                 A = np.linalg.solve(M,B)
149                 if A[0] == 'nan':
150                     print('Warning!!! \n \n this problem could not have a
151                     solution')
152                     A = np.dot(np.linalg.pinv(M),B)

```

```

148         f_i = A[0]*x +A[1]
149         sy_estimate = np.sqrt(sum((y-f_i)**2)/(lx-2))
150
151         print('data deviation estimated:\n')
152         print(str(sy_estimate)+'\n')
153         cov_matrix = np.linalg.inv(M)
154
155         #covariance matrix
156
157
158         return A,cov_matrix , sy_estimate
159     ###example1: lsm_linear_fit(x,y,sy)
160     #y = np.array([ 0.5*i+7 +np.random.rand(1)[0] for i in range(0,100)])
161     #sy = np.ones(100)
162     #x = np.arange(0,100)
163     #A,cov_matrix , _ = lsm_linear_fit(x,y,sy)
164     ###example2: lsm_linear_fit(x,y)
165     #y = np.array([ 0.5*i+7 +np.random.rand(1)[0] for i in range(0,100)])
166     #x = np.arange(0,100)
167     #A,cov_matrix , sy_estimate = lsm_linear_fit(x,y)
168
169
170     #####
171     ###exponential decai parameter estimator
172     #####
173     ###SSS Verificar aqui : tem uma redundancia na rotina SSS###
174     ### Acho que esse nao leva em conta a correcao de gauss
175     #DESCRIPTION: this method use a mapping in the parameter p for the
176     first guess in p, and make an correction with the gauss method.
177     #Obs.: it is admitted that the data are not correlated
178     #WARNING: Look at the p vs chi_square(QQ) map in order to evaluate the
179     convergence of gauss method, it should be a parabola in the minimum
180     value of chi_square.
181
182     #REFERENCE:
183     def exponential_decai_p_estimator(tt ,yy ,sy ,pp ,n_gauss=0):
184     #model of entry data
185     # yy = I0*exp(-p*tt)+BG
186     #entries:
187     #tt=array
188     #yy=array same length tt
189     #sy=deviation of yy
190     #pp = trie this pp parameters they need to be positives
191     #return
192     #[p,I0,BG],QQ,cov_matrix ,chi2_refined
193     #[p,I0,BG] = fitted parameters
194     #QQ = chi2 for each p tried
195     #cov_matrix = covariance matrix of parameters
196     #chi2_refined = chi2 of the fitted curve
197     QQ = np.zeros(len(pp))
198     #looking p,I0,BG first aproximation that minimizes chi2
199     for iter_p in range(len(pp)):
200         p=pp[iter_p]
201         xx = np.exp(-p*tt)
202         #linear fit
203         parameters , cov_matrix , _ = lsm_linear_fit(xx,yy,sy)
204         #first guess of the parameters

```

```

201     I0=parameters[0]
202     BG=parameters[1]
203     QQ[iter_p] = sum([(yy[i]-I0*np.exp(-p*tt[i])-BG)**2/(sy[i]*sy[i]
204                        )] for i in range(len(tt))))
205
206     #calculation of the minimum chi2 properties
207     p = pp[np.argmin(QQ)]
208     xx = np.exp(-p*tt)
209     [I0,BG], cov_matrix , _ = lsm_linear_fit(xx,yy,sy)
210     params=[p,I0,BG]
211     min_chi2 = sum([(yy[i]-I0*np.exp(-p*tt[i])-BG)**2/(sy[i]*sy[i])] for
212                    i in range(len(tt))))
213     #cov_matrix calculation for [p,I0,BG] by Gauss method,
214     #admitting the data are not correlated
215     x_matrix = np.array([( -I0*tt[i]*np.exp(-p*tt[i]),\
216                          np.exp(-p*tt[i]),\
217                          1] for i in range(len(tt)))]
218
219     V = (sy*sy)*np.eye(len(sy))
220     inverse_V = np.linalg.inv(V)
221     planning_matrix = np.dot(x_matrix.T,np.dot(inverse_V , x_matrix))
222     #cov_matrix = (Xt V-1 X)-1
223     cov_matrix = np.linalg.inv(planning_matrix)
224
225     #Gauss method correction
226     chi2_refined = min_chi2
227     for i_correction in range(n_gauss):
228         yy_line = yy -I0*np.exp(-p*tt)-BG
229         #d_params = (Xt V-1 X)-1 Xt V-1 yy_refined
230         d_params = np.dot(cov_matrix , np.dot(x_matrix.T,np.dot(inverse_V
231                        ,yy_line)))
232         params= params+d_params
233         [p,I0,BG]=params
234         chi2_refined = sum([(yy[i]-I0*np.exp(-p*tt[i])-BG)**2/(sy[i]*sy
235                        [i])] for i in range(len(tt))))
236
237     #calculation of cov_matrix from refined parameters
238     x_matrix = np.array([( -I0*tt[i]*np.exp(-p*tt[i]),np.exp(-p*tt[i])
239                        ,1] for i in range(len(tt)))]
240
241     V = (sy*sy)*np.eye(len(sy))
242     inverse_V = np.linalg.inv(V)
243     planning_matrix = np.dot(x_matrix.T,np.dot(inverse_V , x_matrix))
244     #cov_matrix = (Xt V-1 X)-1
245     cov_matrix = np.linalg.inv(planning_matrix)
246
247     return [p,I0,BG],QQ,cov_matrix ,chi2_refined
248
249     #####
250     #example:
251     #import matplotlib.pyplot as plt
252     #tt = np.arange(0,60)
253     #p = 0.206
254     #BG = 40
255     #I0=1000
256     #pp = [i/1000 for i in range(1,1001)]
257
258     #sy = np.sqrt(I0*np.exp(-p*tt) + BG)
259     #yy = np.array([I0*np.exp(-p*tt[i]) +BG + np.random.normal(0,sy[i])] for

```

```

    i in range(len(tt))]
252 #params,chi2,cov_matrix,chi2_refined = exponential_decai_p_estimator(tt
    ,yy,sy,pp,n_gauss=10)
253 #[p,I0,BG]=params
254
255 #plt.figure(1)
256 #plt.errorbar(tt,yy,yerr=sy, marker='o',linestyle=' ')
257 #plt.plot(tt,I0*np.exp(-p*tt) +BG )
258
259 #residue = [(I0*np.exp(-p*tt[i]) + BG - yy[i]) for i in range(len(yy))]
260
261 #plt.figure(2)
262 #plt.errorbar(tt,residue,yerr=sy,marker='o',linestyle=' ')
263 #plt.show()
264 #####
265
266 #####
267 ### least square method 3 parameter estimator
268 #####
269 ###SSS Verifica aqui SSS###
270 ### mudar de nome essa funcao para ingles;
271 ### Lembrar que ela esta sendo usada no outro metodo
272 ### double_exponential_decai_p_estimator
273 #DESCRIPTION:
274 #mudar de nome
275
276
277 def lsm_linear_fit_3d(yy,sy,xx1,xx2):
278 #model of data entry:
279 # yy= a0+a1*x1+a2*x2
280 #entries:
281 #yy = numpy array
282 #sy = numpy array, same length yy
283 #xx1 = numpy array, same length yy
284 #xx2 = numpy array, same length yy
285 #return a,cov_matrix,chi2
286 # a = numpy array with parameters
287 # cov_matrix = flout covariation matrix
288 # chi2 = flout chisquare
289
290 ly = len(yy)
291 D = np.zeros(3) #vector for solving lsm
292 M = np.zeros([3,3]) #design matrix
293 #parameters
294
295 #D = vector for solving
296 D[0] = np.sum([yy[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(ly)])
297 D[1] = np.sum([yy[i]*xx1[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(ly)])
298 D[2] = np.sum([yy[i]*xx2[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(ly)])
299
300 #M = design matrix
301 M[0][0] = np.sum([1/(sy[i]*sy[i]) for i in range(ly)])
302 M[0][1] = np.sum([xx1[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(ly)])
303 M[0][2] = np.sum([xx2[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(ly)])
304 M[1][1] = np.sum([xx1[i]*xx1[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(ly)])
305 M[1][2] = np.sum([xx1[i]*xx2[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(ly)])

```



```

306 M[2][2] = np.sum([xx2[i]*xx2[i]/(sy[i]*sy[i]) for i in range(ly)])
307 M[1][0] = M[0][1]
308 M[2][0] = M[0][2]
309 M[2][1] = M[1][2]
310
311 #calculating the parameters end covariation matrix
312 if np.linalg.det(M) != 0:
313     a = np.linalg.solve(M,D)
314     cov_matrix = np.linalg.inv(M)
315     chi2 = sum([(yy[i]-a[0]-a[1]*xx1[i]-a[2]*xx2[i])**2/(sy[i]*sy[i]) for i in range(len(xx1))])
316 else:
317     #print('DEU RUIM')
318     a= np.array([0,0,0])
319     cov_matrix= np.zeros([3,3])
320     #chi2 = 0
321     #print(M)
322     chi2 = 10*ly
323 #verificar isso com calculo do minimo chi2
324
325
326 return a,cov_matrix,chi2
327 #####
328 #example:
329 #import matplotlib.pyplot as plt
330 #tt = np.arange(0,60)
331 #p1 = 0.2
332 #p2 = 0.1
333 #BG = 40
334 #I10 = 1000
335 #I20 = 200
336 #pp1 = [i/1000 for i in range(1,1001)]
337
338 #sy = np.sqrt(I10*np.exp(-p1*tt)+ I20*np.exp(-p2*tt) + BG)
339 #yy = np.array([I10*np.exp(-p1*tt[i])+ I20*np.exp(-p2*tt[i]) + BG + np.
    random.normal(0,sy[i]) for i in range(len(tt))])
340
341 #pp1 = [i/10 for i in range(1,11)]
342 #pp2 = [i/10 for i in range(1,11)]
343 #QQ = np.zeros([len(pp1),len(pp2)])
344
345 #p1 = pp1[iter_1]
346 #p2 = pp2[iter_2]
347 #xx1 = np.exp(-p1*tt)
348 #xx2 = np.exp(-p1*tt)
349 #a,cov_matrix,chi2=lsm_linear_fit_3d(yy,sy,xx1,xx2)
350 #[BG,I01,I02] = a
351 #print([BG,I01,I02])
352 #print(chi2)
353
354 #plt.figure(1)
355 #plt.errorbar(tt,yy,yerr=sy,marker='o',linestyle=' ')
356 #plt.plot(tt,I10*np.exp(-p1*tt)+ I20*np.exp(-p2*tt) + BG)
357
358 #QQ[iter_1][iter_2] = chi2
359 #print(np.argmin())

```

```

360 #residue = (yy - I10*np.exp(-p1*tt) - I20*np.exp(-p2*tt) - BG )
361 #plt.figure(2)
362 #plt.errorbar(tt,residue,yerr=sy,marker='o',linestyle=' ')
363 #plt.plot([0,60],[0,0],color='k')
364 #####
365
366
367 #####
368 ### double exponential decai parameter estimator
369 #####
370 #DESCRIPTION:
371 #
372 #
373 def double_exponential_decai_p_estimator(tt,yy,sy,pp1,pp2,n_gauss=0):
374 #data model:
375 #yy = BG+I01*exp(-p1*t)+I02*exp(-p2*t)
376 #entries:
377 #tt = numpy array
378 #yy = numpy array, same length tt
379 #sy = numpy array, same length tt
380 #pp1 = numpy array, tries this p1 values
381 #pp2 = numpy array, tries this p2 values
382 #n_gauss = int, iterate gauss method n_gauss times
383 #return:
384 #params = [BG,I01,I02,p1,p2] = vector, stimated parameters
385 #cov_matrix = 2D numpy array, covariation matrix
386 #chi2 = float, chi-square
387 #residue = numpy array, vector to plot the residues
388 #QQ = 2D numpy array, length(pp1) X length(pp2), to plot 3D the guessed
    region
389 #obs: It is admitted that the data entries are not correlated
390 QQ = np.zeros([len(pp1),len(pp2)])
391 for iter_1 in range(len(pp1)):
392     for iter_2 in range(len(pp2)):
393         p1 = pp1[iter_1]
394         p2 = pp2[iter_2]
395         xx1 = np.exp(-p1*tt)
396         xx2 = np.exp(-p2*tt)
397         a,cov_matrix,chi2=lsm_linear_fit_3d(yy,sy,xx1,xx2)
398         QQ[iter_1][iter_2]=chi2
399
400     best = np.unravel_index(QQ.argmin(),QQ.shape)
401
402     p1 = pp1[best[0]]
403     p2 = pp2[best[1]]
404     xx1 = np.exp(-p1*tt)
405     xx2 = np.exp(-p2*tt)
406     a,cov_matrix,chi2=lsm_linear_fit_3d(yy,sy,xx1,xx2)
407     [BG,I01,I02] = a
408     params = [BG,I01,I02,p1,p2]
409     print(params)
410 #gauss method correction
411 x_matrix = np.array([[ 1,\
412                     np.exp(-p1*tt[i]),\
413                     np.exp(-p2*tt[i]),\
414                     -I01*tt[i]*np.exp(-p1*tt[i]),\

```

```

415         -I02*tt[i]*np.exp(-p2*tt[i])]\
416         for i in range(len(tt)) ]
417
418     #data not correlated
419     V = (sy*sy)*np.eye(len(sy))
420     inverse_V = np.linalg.pinv(V)
421     planning_matrix = np.dot(x_matrix.T,np.dot(inverse_V , x_matrix))
422     cov_matrix = np.linalg.pinv(planning_matrix)
423     #Gauss method correction fails i dont know why
424     #probably it is because of the parameters mapped
425     #for i_correction in range(n_gauss):
426     #     yy_line = yy - BG - I01*np.exp(-p1*tt) - I20*np.exp(-p2*tt)
427     #     #d_params = (Xt V-1 X)-1 Xt V-1 yy_refined
428     #     d_params = np.dot(cov_matrix , np.dot(x_matrix.T,np.dot(
429     inverse_V , yy_line)))
430     #     params= params+d_params
431     #     [BG,I01,I02,p1,p2] = params
432     #     print(params)
433     #     chi2_refined = sum([(yy - BG - I10*np.exp(-p1*tt) - I20*np.exp
434     (-p2*tt))*2/(sy[i]*sy[i]) \
435     #         for i in range(len(tt))])
436
437     residue = ( yy - BG - I01*np.exp(-p1*tt) - I02*np.exp(-p2*tt) )
438     print('\n\n')
439     return [BG,I01,I02,p1,p2],cov_matrix ,chi2 ,residue ,QQ
440
441 #example:
442 #####
443 #import matplotlib.pyplot as plt
444 #tt = np.arange(0,60)
445 #p1 = 0.2
446 #I10 = 1000
447 #p2 = 0.1
448 #I20 = 200
449 #BG = 40
450 #
451 #sy = np.sqrt(I10*np.exp(-p1*tt)+ I20*np.exp(-p2*tt) + BG)
452 #yy = np.array([I10*np.exp(-p1*tt[i])+ I20*np.exp(-p2*tt[i]) + BG + np.
453     random.normal(0,sy[i]) for i in range(len(tt))])
454
455 #lpp = 100
456 #pp1 = [i/lpp for i in range(1,lpp+1)]
457 #pp2 = [i/lpp for i in range(1,lpp+1)]
458
459 #a,cov_matrix ,chi2 ,residue ,QQ = double_exponential_decai_p_estimator(tt
460     ,yy,sy,pp1,pp2)
461 #[BG,I10,I20,p1,p2] = a
462
463 #print(a)
464 #print(cov_matrix)
465 #print(chi2)
466
467 #plt.figure(1)
468 #plt.errorbar(tt,yy,yerr=sy,marker='o',linestyle=' ')
469 #plt.plot(tt,a[0]+a[1]*np.exp(-p1*tt)+ a[2]*np.exp(-p2*tt))
470
471 #plt.figure(2)
472 #plt.errorbar(tt,residue,yerr=sy,marker='o',linestyle=' ')

```

```

467 #plt.plot([0,60],[0,0],color='k')
468
469 #from mpl_toolkits.mplot3d import axes3d
470
471 #fig = plt.figure(3)
472 #ax = fig.add_subplot(111, projection='3d')
473
474 #X = pp1
475 #Y = pp2
476 #X, Y = np.meshgrid(X, Y)
477 #Z = np.array(QQ)
478
479 #ax.plot_wireframe(X, Y, Z, rstride=10, cstride=10)
480 #plt.show()
481
482 #####
483 ###derivate with precision
484 #####
485 def derivate(func, par, x, dx):
486     #func= model function
487     #par = function parameters
488     #x   = derivate point
489     #dx  = precision
490     df = (func(par, x+dx)-func(par, x-dx))/(2*dx)
491     return df
492
493
494
495 ### COMENT
496 #####
497 ###derivate in parameter with precision dpar is a vector to derivate
498 #####
499 def derivate_in_par(func, x, par, dpar):
500     #func= model function
501     #par = function parameters
502     #x   = derivate point
503     #dx  = precision
504     df = (func(x, par+dpar)-func(x, par-dpar))/(2*np.linalg.norm(dpar))
505     return df
506 #####example:
507 ##def decay_stretching(x, par):
508 ##    #model
509 ##    #x = np.array(dtype=int or float)
510 ##    #I0
511 ##    p = par[0]
512 ##    b = par[1]
513 ##    y = np.power(np.exp(-p*x), b)
514 ##    y = np.array(y)
515 ##    return y
516 ##
517 ##
518 ##par = np.array([1,1])
519 ##x = np.arange(0,121)
520 ##y = decay_stretching(x, par)
521 ##
522 ##plt.plot(x, y)

```

```

523 ##plt.show()
524 ##
525 ##dpar = np.array([0,0,0.0001])
526 ##
527 ##dy = derivate_in_par(decay_stretching,x,par,dpar)
528 ##
529 ##plt.plot(x,dy)
530 ##plt.show()
531 #####
532
533 #####
534 ###exponential decay stretching
535 #####
536 def decay_stretching(x,par):
537     #model
538     #x = np.array(dtype=int or float)
539     #I0
540     p = par[0]
541     b= par[1]
542     y = np.exp( - np.power((p*x),b) )
543     y = np.array(y)
544     return y
545 #####
546
547 #####
548 ###General Two Nonlinear Parameter Estimator – Mapping & Gauss ###
549 #####
550 def two_coupled_nonlinear_parameter_estimator(func,xx,yy,sy,pp1,pp2,
551     delta,n_gauss=0):
552     #func = decay_stretching
553     #delta= 0.0001
554     #ll=1000
555     #pp1=np.array([i/ll for i in range(1,ll)])
556     #pp2=np.array([i/ll for i in range(1,ll)])
557     #xx = xx
558     #yy = yy
559     #sy = sy
560     par =[0,0]
561
562     QQ = np.zeros([len(pp1),len(pp2)])
563     for iter_1 in range(len(pp1)):
564         for iter_2 in range(len(pp2)):
565             par[0] = pp1[iter_1]
566             par[1] = pp2[iter_2]
567             xx1 = func(xx,par)
568             A,cov_matrix, _=lsm_linear_fit(xx1,yy,sy)
569             #plt.plot(xx,xx1)
570             ff = A[0]*xx1+A[1]
571             QQ[iter_1][iter_2]=chi2_calculator(yy,sy,ff)
572
573     best = np.unravel_index(QQ.argmin(),QQ.shape)
574
575     p1 = pp1[best[0]]
576     p2 = pp2[best[1]]
577     par = [p1,p2]

```

```

578     xx1 = decay_stretching(xx, par)
579     A, cov_matrix, _ = lsm_linear_fit(xx1, yy, sy)
580     ff = A[0]*xx1+A[1]
581     chi2_min = chi2_calculator(yy, sy, ff)
582     par_nonlinear_estimated = np.array([p1, p2])
583     ### preciso agora fazer a tiracao das propriedades
584     ### straction of properties
585     x_matrix = np.array([[ A[0]*derivate_in_par(func, xx[i],
586                                     A[0]*derivate_in_par(func, xx[i],
587                                     par_nonlinear_estimated, [0, delta]), \
588                                     func(xx[i], par_nonlinear_estimated), \
589                                     1] for i in range(len(xx))])
590     V = (sy*sy)*np.eye(len(sy))
591     inverse_V = np.linalg.pinv(V)
592     planning_matrix = np.dot(x_matrix.T, np.dot(inverse_V, x_matrix))
593     cov_matrix = np.linalg.pinv(planning_matrix)
594
595     par_estimated = [p1, p2, A[0], A[1]]
596     residue = ( yy -( A[0]*func(xx, par)+A[1]) )
597
598     return par_estimated, cov_matrix, chi2_min, residue, QQ
599
600 #####example:
601 ##I0 = 1000
602 ##p=0.555
603 ##b=0.455
604 ##F = 45
605 ##par = np.array([p,b])
606 ##
607 ##xx = np.arange(0,121)
608 ##sy = np.sqrt(I0*decay_stretching(xx, par) + F)
609 ##yy = np.array([I0*decay_stretching(xx[i], par) + F + np.random.normal
610                 (0, sy[i]) for i in range(len(xx))])
611 ##
612 ##
613 ##func = decay_stretching
614 ##delta= 0.0001
615 ##ll=100
616 ##pp1=np.array([i/ll for i in range(1, ll)])
617 ##pp2=np.array([i/ll for i in range(1, ll)])
618 ##
619 ##par_estimated, cov_matrix, chi2_min, residue, QQ =
620     two_coupled_nonlinear_parameter_estimator(func, xx, yy, sy, pp1, pp2,
621     delta, n_gauss=0)
622 ##
623 ##
624 ##plt.figure(1)
625 ##par = [par_estimated[0], par_estimated[1]]
626 ##A = [par_estimated[2], par_estimated[3]]
627 ##plt.plot(xx, yy, label='dados', color='b')
628 ##plt.plot(xx, A[0]*decay_stretching(xx, par)+A[1], label='fit', color='r')
629 ##plt.xlabel('tempo(s)')
630 ##plt.ylabel('sinal OSL(C/s)')
631 ##plt.show()
632 ##

```

```

629 ##
630 ##plt.figure(2)
631 ##plt.plot(residue/sy)
632 ##plt.show()
633 ###contour plot
634 ##
635 ##plt.figure(3)
636 ##x = pp1
637 ##y = pp2
638 ##X, Y = np.meshgrid(x, y)
639 ##Z = QQ
640 ##Z_min = np.min(QQ)
641 ##V = np.array([Z_min+i**2 for i in range(10)])
642 ##
643 ##
644 ##p1 = par_estimated[0]
645 ##p2 = par_estimated[1]
646 ##sp1 = np.sqrt(cov_matrix[0][0])
647 ##sp2 = np.sqrt(cov_matrix[1][1])
648 ##plt.figure(4)
649 ##CS = plt.contour(X, Y, Z, V)
650 ##plt.clabel(CS, inline=1, fontsize=10)
651 ##plt.plot([p2],[p1],label='Min chisquare'+str(int(Z_min)),marker='o'\
652 ##,linestyle=' ',color='r',markersize=3)
653 ##plt.xlabel('$B$')
654 ##plt.ylabel('$p(s^{-1})$')
655 ##plt.xlim(p2-3*sp2,p2+3*sp2)
656 ##plt.ylim(p1-3*sp1,p1+3*sp1)
657 ##
658 ##plt.legend(loc='best')
659 ##plt.show()
660 #####

```