



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0501873-0 B1

(22) Data do Depósito: 13/05/2005

(45) Data de Concessão: 28/08/2018



(54) Título: NOVO DISPOSITIVO DOSIMÉTRICO PARA RADIAÇÕES IONIZANTES, UTILIZANDO ÓXIDO DE ALUMÍNIO NANO POROSO DOPADO COM CARBONO PREPARADO ELETROQUIMICAMENTE

(51) Int.Cl.: G01T 1/00; G01T 3/00

(73) Titular(es): UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO

(72) Inventor(es): WALTER MENDES DE AZEVEDO; HELEN JAMIL KHOURY; ERONIDES FELISBERTO DA SILVA JUNIOR

(85) Data do Início da Fase Nacional: 13/05/2005

RELATÓRIO DESCRITIVO

“Novo dispositivo dosimétrico para radiações ionizantes, utilizando óxido de alumínio nano poroso dopado com carbono preparado eletroquimicamente”

Refere-se a presente invenção ao desenvolvimento de um novo dispositivo termo-luminescente (TLD) para medir, dosar e detectar radiação ionizante. O dispositivo consiste de uma película nanométrica de óxido de alumínio dopado com carbono preparado eletroquimicamente em ácido orgânico. O nano dispositivo apresenta alta sensibilidade termo-luminescente quando irradiado com raios ultra violeta, raios X, raios gama e elétrons (partículas beta negativa). A preparação do dispositivo utiliza o método eletroquímico em meio aquoso utilizando ácidos orgânicos para sintetizar os óxidos de alumínio nano porosos dopado com carbono com diferentes porosidades e espessuras que depende do meio químico e do potencial aplicado ao eletrodo. A vantagem deste novo dispositivo com relação aos TLD de cristal à base de óxido de alumínio dopado com carbono produzido de modo convencional, consiste no fato de não ser necessário o uso fornos especiais com gradientes de temperaturas controlado e o uso de altas temperaturas requeridas no processo de crescimento dos monos cristais, como também dispensa a utilização de atmosfera altamente redutoras para permitir a dopagem de carbono na estrutura cristalina dos óxidos de alumínio. Sendo assim estamos reivindicando a utilização de óxido de alumínio nano poroso dopado com carbono sintetizado eletroquimicamente para a construção de um novo dispositivo termo-luminescente. A idéia fundamental desta

proposta para o desenvolvimento deste sensor termo-luminescente consiste do fato de que no processo de síntese do nano óxido existe a incorporação dos anions do solvente devido a atração eletrostática do eletrodo de trabalho. A ativação do dispositivo é

5 efetuada através do tratamento térmico do nano óxido de alumínio em atmosfera ativa. No processo de aquecimento existe a decomposição do radical orgânico, e como produto da decomposição em grande parte carbono é incorporado à estrutura do oxido de alumínio. Experimentalmente determinamos que estes
10 novo TLD apresenta uma sensibilidade 10 vezes maior para as radiações ultra violeta, raios X raios gama e partículas beta, quando comparado com os dosímetros convencionais tais como os produzidos à base de LiF TLD 100.

*O desenvolvimento da nano tecnologia, em grande parte consiste
15 em fabricar estrutura e dispositivos funcionais em escala nano métrica (1 nm equivale a 10^{-9} m) de modo bem-controlado. Isto representa um dos mais difíceis desafios que físicos, químicos e engenheiros de materiais enfrentam hoje em dia em seus laboratórios. O modo para organizar nano elementos em
20 configuração de um dispositivo de modo que os mesmos desempenhem funcionalidades desejadas usando técnicas de fabricação baratas é essencial do ponto de vista tecnológico. Devido às dimensões pequenas desses nano elementos, um processo auto organizado de baixo para cima freqüentemente provê
25 uma aproximação viável para superar tais desafios tecnológicos. Uma das características importantes do método de auto-organização baseia-se na capacidade de formar grandes áreas de estruturas uniformes através de reações de substância química de baixo custo ou usando processos biológicos.*

Oxido de alumínio poroso produzido pelo método de oxidação eletroquímica em uma solução ácida apropriada é um material auto-organizado que tem estrutura nanométrica em forma de canais de 50 nm de diâmetro e profundidade ou espessura que depende do tempo de oxidação chegando facilmente à ordem de até dezenas ou centenas de microns. A estrutura de oxido de alumínio poroso pode ser descrita como um ordenamento de celas colunares, cada uma contendo um poro central na qual o tamanho e intervalo pode ser controlado mudando as condições de síntese; Os materiais nano organizados que têm canais bem definidos de dimensão uniformes, estimularam interesse considerável da comunidade científica, em parte devido à utilização destes materiais como molde para a fabricação de materiais óticos, magnéticos, semicondutores e/ou partículas metálicas na escala nanometrica. A característica mais importante apresentada por estes materiais, é relação entre diâmetro dos poros e a sua profundidade extremamente difícil de alcançar com técnicas litográficas convencionais.

A síntese das nano estruturas usando o oxido de alumínio como molde consiste basicamente de três passos: (a) polimento eletroquímico da chapa de alumínio em um eletrólito para limpar e preparar a superfície, (b) anodização da superfície polida eletroquimicamente em um solvente adequado com uma fonte de corrente continua para formar o nano filme de alumínio poroso e finalmente (c) electrodeposição ou síntese química do material de interesse dentro dos poros.

Outro problema tecnológico de grande interesse a ser resolvido é o da fabricação de um dosímetro confiável, rápido e de baixo custo para ser usado na área das radiações ionizantes. O crescimento do uso das radiações ionizantes para o diagnóstico ou terapia de

algumas doenças graves como o câncer, faz-se necessário a utilização de dosímetros sensíveis capaz de medir baixas doses de radiação. Um dos materiais mais cotados para ser utilizado como um dosimetro é o cristal de óxido de alumínio dopado com carbono

- 5 $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ que possui sensibilidade 40-60 vezes maior do que o $\text{LiF}-100$ Este material abriu a possibilidade de aplicação promissora na área de dosimetria de ultras baixas doses, dosimetria pessoal e do meio ambiente. O único inconveniente apresentado é o fato de que a técnica de crescimento dos mono cristais de oxido de alumínio
- 10 requer altas temperaturas e atmosfera altamente redutoras que torna o processo extremamente difícil de ser feito nos laboratórios. A nossa proposta consiste na utilização da nova técnica de preparação de oxido de alumínio poroso dopado com carbono que não requer fornos de altas temperaturas nem atmosfera especiais
- 15 para preparação das amostras para a preparação de dispositivos termo-luminescentes com alta sensibilidade às radiações ionizantes.

20

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO:

- A presente invenção refere-se a utilização de filmes de oxido de alumínio nano poroso dopados com carbono sintetizados*
- 25 *eletroquimicamente para a fabricação ou confecção de dispositivos termo-luminescentes (TLD) para ser utilizado na área de dosimetria de radiações ionizantes. O processo eletroquímico permite obter um oxido de alumínio com um alto grau de dopagem de átomos de carbono que é o principal elemento responsável pela formação de*

defeitos na estrutura do óxido de alumínio. A vantagem da utilização deste novo material produzido via eletroquímica é sua alta sensibilidade comparada aos outros processos de fabricação mais complexos de cristais de óxido de alumínio. Neste processo não é necessário o uso de altas temperaturas e fornos com gradiente de temperatura bem controlados, como também dispensa o uso de atmosfera de gases altamente redutores. A Figura 1 mostra o processo de fabricação do dispositivo, basicamente o processo consiste da oxidação de um eletrodo de alumínio em meio de ácido. Durante a oxidação que pode durar algumas horas dependendo da espessura do filme desejado o potencial é mantido alto para favorecer a formação da nano estruturas como mostra a Figura 2. Depois de sintetizado as membranas são submetidas a um tratamento térmico com a finalidade de promover a decomposição da parte orgânica e a incorporação de carbono na estrutura do óxido, este tratamento térmico é feito a em presença de atmosfera ativa podendo ser oxigênio ou outro gás reativo. Esta etapa do processo é indispensável para a ativação do dispositivo, e conseqüentemente aumentar a eficiência no processo termo-luminescente. A Figura 3 mostra a resposta termo-luminescente de um filme de óxido de alumínio dopado com carbono irradiado com raio X de energia de 20 KeV, podemos observar que este resultado apresenta duas bandas de emissão termo-luminescente a primeira a temperatura de 60 °C e a segunda em torno de 200 °C, característica de emissão termo-luminescente de defeitos do óxido de alumínio. Para caracterizar o dispositivo como dispositivo TLD na Figura 4 é mostrado o resultado da intensidade do sinal termo-luminescente em função da dose de radiação e da espessura da amostra as letras (a), (b), (c), (d), significam: espessura de 48 µm

amostra sem tratamento térmico, espessura 16 μm , espessura de 32 μm , e espessura de 96 μm respectivamente. A partir destes resultados podemos concluir que quanto maior a espessura da amostra maior é a resposta termoluminescente. Observa-se também que a resposta deste dispositivo em função da dose de radiação de raios x é extremamente linear na região de 5 mGy ate 500 mGy para um faixa de energia de raios x de 20 a 76 KeV como mostra a Figura 5. Estes resultados nos permite concluir que este dispositivo é um excelente dosímetro para o uso em dosimetria clinica ou pessoal.

REIVINDICAÇÕES

- 1) DISPOSITIVO DOSIMÉTRICO PARA RADIAÇÕES IONIZANTES, caracterizado por utilizar um óxido de alumínio nanoporoso, preparado eletroquimicamente, através de ácido orgânico, seguido de tratamento térmico para a decomposição da parte orgânica, com atmosfera ativa, para ativação dos defeitos responsáveis pelo aumento da eficiência termoluminescente.
- 2) DISPOSITIVO DOSIMÉTRICO PARA RADIAÇÕES IONIZANTES, de acordo com a Reivindicação 1, caracterizado por ser utilizado em dosimetria de raios X, raios gama, elétrons e nêutrons.
- 3) DISPOSITIVO DOSIMÉTRICO PARA RADIAÇÕES IONIZANTES, de acordo com a Reivindicação 1, caracterizado por ser utilizado em dosimetria de radiação ultravioleta.
- 4) DISPOSITIVO DOSIMÉTRICO PARA RADIAÇÕES IONIZANTES, de acordo com a Reivindicação 1, caracterizado por ser utilizado na forma de filme, membrana, ou de pó.
- 5) DISPOSITIVO DOSIMÉTRICO PARA RADIAÇÕES IONIZANTES, de acordo com a Reivindicação 4, caracterizado por ser utilizado em processos catalíticos.
- 6) DISPOSITIVO DOSIMÉTRICO PARA RADIAÇÕES IONIZANTES, de acordo com a Reivindicação 4, caracterizado por conter um pó cintilador para radiações ionizantes.
- 7) DISPOSITIVO DOSIMÉTRICO PARA RADIAÇÕES IONIZANTES, de acordo com a Reivindicação 4, caracterizado por ser um substituto de filmes ópticos em dosimetria.
- 8) DISPOSITIVO DOSIMÉTRICO PARA RADIAÇÕES IONIZANTES, de acordo com a Reivindicação 4, caracterizado por ser um intensificador de imagens.

9) PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE DISPOSITIVOS TERMOLUMINESCENTES, conforme a Reivindicação 1, caracterizado pelo óxido de alumínio ser dopado com carbono, que pode ser direto, do processo eletroquímico, ou indireto, devido à pós-dopagem do óxido formado com ácidos orgânicos, via tratamento químico ou eletroquímico, onde a síntese das nanoestruturas consiste das seguintes etapas: (a) polimento eletroquímico da chapa de alumínio em um eletrólito; (b) anodização da superfície, polida eletroquimicamente, em um solvente adequado, com uma fonte de corrente contínua para formar o nanofilme poroso; (c) eletrodeposição, ou síntese química, do material de interesse dentro dos poros.

FIGURAS

FIGURA 1

p3

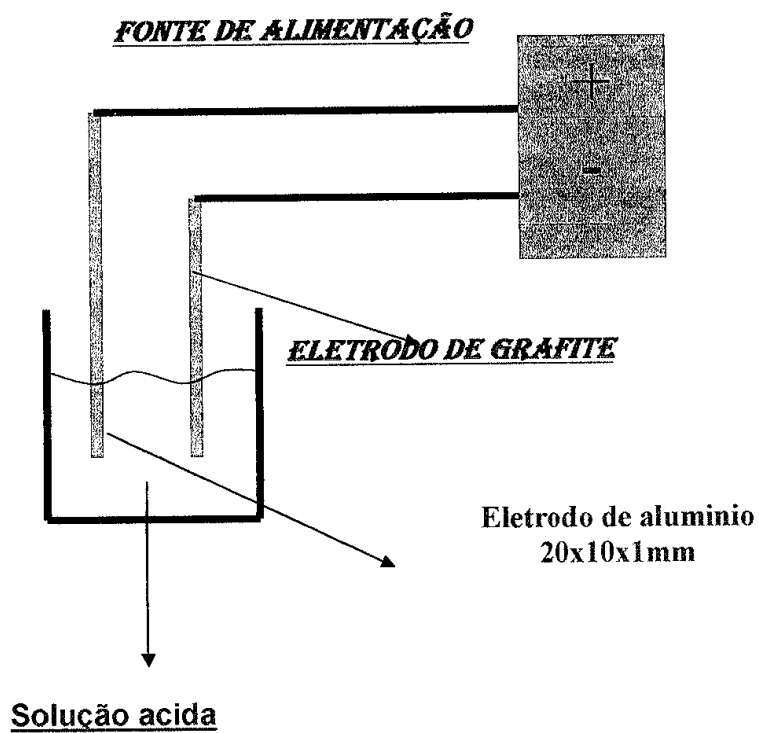


FIGURA 2

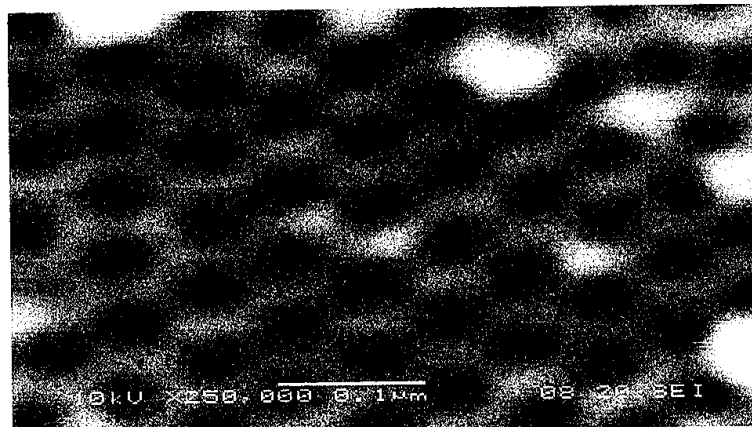


FIGURA 3

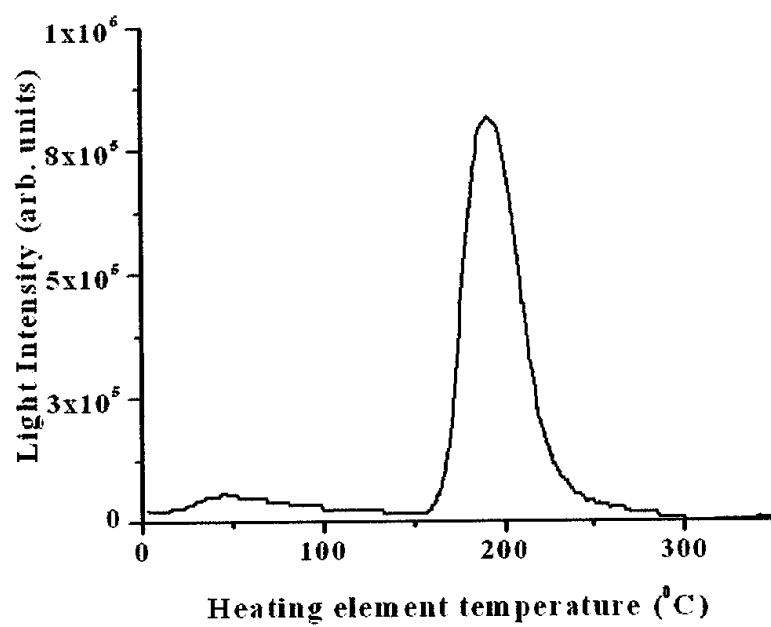


FIGURA 4

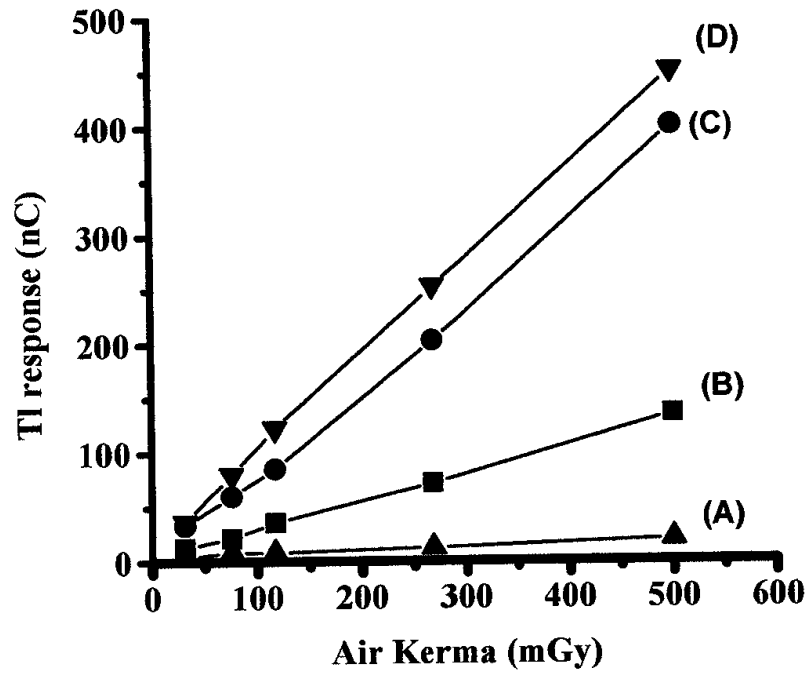


FIGURA 5

