



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
DEPARTAMENTO DE ENERGIA NUCLEAR
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM TECNOLOGIAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES

LUCAS MATEUS FERREIRA DE AMORIM

**AVALIAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO TETRABORATO DE MAGNÉSIO PARA
APLICAÇÃO NA DOSIMETRIA DA TÉCNICA DO INSETO ESTÉRIL**

Recife
2024

LUCAS MATEUS FERREIRA DE AMORIM

**AVALIAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO TETRABORATO DE MAGNÉSIO PARA
APLICAÇÃO NA DOSIMETRIA DA TÉCNICA DO INSETO ESTÉRIL**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologias Energéticas e Nucleares da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para obtenção do título de mestre em Dosimetria do estado sólido. Área de concentração: Dosimetria e Instrumentação Nuclear

Orientadora: Helen Jamil Khoury

Recife

2024

.Catalogação de Publicação na Fonte. UFPE - Biblioteca Central

Amorim, Lucas Mateus Ferreira de.

Avaliação e caracterização do tetraborato de magnésio para aplicação na dosimetria da técnica do inseto estéril / Lucas Mateus Ferreira de Amorim. - Recife, 2024.

76f.: il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Programa de Pós Graduação em Tecnologias Energéticas e Nucleares, 2024.

Orientação: Helen Jamil Khoury.

Inclui referências.

1. Tetraborato de magnésio; 2. luminescência opticamente estimulada; 3. Técnica do inseto estéril. I. Khoury, Helen Jamil. II. Título.

UFPE-Biblioteca Central

LUCAS MATEUS FERREIRA DE AMORIM

**AVALIAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO TETRABORATO DE MAGNÉSIO PARA
APLICAÇÃO NA DOSIMETRIA DA TÉCNICA DO INSETO ESTÉRIL**

Dissertação Apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologias Energéticas e Nucleares da Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociência - CTG, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Tecnologias Energéticas e Nucleares. Área de Concentração: Dosimetria e Instrumentação Nuclear.

Aprovado em: 29/10/2024

BANCA EXAMINADORA



Documento assinado digitalmente

VIVIANE KHOURY ASFORA

Data: 10/11/2024 10:09:44-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dra. Viviane Khoury Asfora (Examinadora Interna)
Universidade Federal de Pernambuco - UFPE



Documento assinado digitalmente

RAQUEL ALINE PESSOA OLIVEIRA

Data: 04/11/2024 07:05:07-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dra. Raquel Aline Pessoa Oliveira (Examinadora Externa)
Universidade Federal do Vale do São Francisco (Univasf)



Documento assinado digitalmente

VINICIUS SAITO MONTEIRO DE BARROS

Data: 04/11/2024 07:24:33-0300

Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr. Vinicius Saito Monteiro de Barros (Examinador Interno)
Universidade Federal de Pernambuco - UFPE

AGRADECIMENTOS

A Deus e a toda espiritualidade, que me guiaram e me abençoaram até chegar nesse momento e por serem um grande ponto de apoio nos momentos difíceis.

A minha mãe, Mércia Simone, e a minha irmã, Luana Amorim, pelo incentivo e apoio durante toda a minha vida.

Aos meus avós, Maria Aragão, Irineu, Severino e Maria Conceição por serem meus exemplos de vida.

Ao meu pai pelos momentos descontraídos e incríveis.

Aos meus grandes amigos do departamento de energia nuclear, especialmente, Arícia e Aline por terem me ajudado no direcionamento deste trabalho, Gabriela e Vitória pelo grande incentivo e apoio, e a Luiz, Bruno, Bois, Alcilene, Maryanna e Jaaziel.

A toda equipe GDOIN, que transformaram estes anos de dedicação em momentos leves apesar das dificuldades, especialmente, Ana Dayse, André, Egita, Ivan, Caio e Itayana.

E aos orientadores do GDOIN, Helen, Viviane e Vinicius, que permitiram o desenvolvimento deste trabalho.

RESUMO

A técnica do inseto estéril (SIT) é definida pelo uso da radiação ionizante para induzir a esterilidade de insetos. Ela se destacou devido a possibilidade de esterilizar grandes quantidades de insetos e pela eficácia na supressão da população selvagem. Porém, a dose fornecida fora da faixa ideal pode trazer consequências negativas para a população. Desta forma, o controle da dose absorvida pelos insetos é um ponto crucial para o sucesso da técnica e pode ser feito pela dosimetria EPR, luminescente ou por filmes radiocrômicos. O objetivo do trabalho foi propor a utilização do tetraborato de magnésio dopado com cério e lítio ($\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^{+}$) como dosímetro de rotina na dosimetria SIT. Isso porque ainda não há dosímetros OSL comerciais para serem utilizados nas aplicações nucleares acima de ~ 10 Gy. Assim, este trabalho produziu, caracterizou e avaliou a aplicação do $\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^{+}$ para dosimetria da técnica do inseto estéril. O $\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^{+}$ foi produzido pela rota de combustão. Foram realizados estudos de difração de raios X (DRX), espectro de emissão de luz TL e da resposta OSL em função da dose de radiação, reprodutibilidade e avaliação do seu desempenho na dosimetria SIT. O DRX confirmou a formação da fase cristalina ortorrômbica do $\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^{+}$. O espectro mostrou as linhas de emissão de luz TL do material com um pico centrado em 355 nm correspondente à presença do íon cério. Observou-se uma resposta OSL linear com a dose de radiação para a faixa de 0,155 a 200 Gy com menor dose mensurável de 155 mGy e desvanecimento de sinal de 21 % em 6 horas, mantendo-se estável até 1 mês. A aplicação do $\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^{+}$ mostrou que os resultados obtidos com este material são equivalentes aos obtidos com o dosímetro alanina-EPR (dosímetro de referência) com 95 % de confiança. Neste sentido, o $\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^{+}$ possui potencial de aplicação na dosimetria OSL devido ao sinal intenso, baixo desvanecimento de sinal, ampla faixa linear de resposta à dose até centenas de grays e reprodutibilidade do sinal. Portanto, este trabalho realizou a produção e caracterização do $\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^{+}$ de forma eficaz, o que permitiu propor uma aplicação do material na dosimetria da técnica do inseto estéril.

Palavras-chave: tetraborato de magnésio; dosimetria de altas doses; técnica do inseto estéril; luminescência opticamente estimulada; caracterização dosimétrica.

ABSTRACT

The sterile insect technique (SIT) is defined by the use of ionizing radiation to induce insect sterility. It has gained prominence due to its ability to sterilize large numbers of insects and its effectiveness in suppressing wild populations. However, doses delivered outside the ideal range can have negative consequences for the population. Therefore, controlling the dose absorbed by insects is a crucial point for the success of the technique and can be done by EPR dosimetry, luminescent dosimetry or radiochromic films. The objective of this study was to propose the use of cerium-lithium doped magnesium tetraborate ($\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^+$) as a routine dosimeter in SIT dosimetry. This is because there are still no commercial OSL dosimeters for use in nuclear applications above ~ 10 Gy. Thus, this study produced, characterized and evaluated the application of $\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^+$ for dosimetry of the sterile insect technique. $\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^+$ was produced by the combustion route. X-ray diffraction (XRD), TL light emission spectrum and OSL response as a function of radiation dose, reproducibility and evaluation of its performance in SIT dosimetry were performed. XRD confirmed the formation of the orthorhombic crystalline phase of $\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^+$. The spectrum showed the TL light emission lines of the material with a peak centered at 355 nm corresponding to the presence of cerium ion. A linear OSL response was observed with the radiation dose for the range of 0.155 to 200 Gy with the lowest measurable dose of 155 mGy and signal fading of 21% in 6 hours, remaining stable for up to 1 month. The application of $\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^+$ showed that the results obtained with this material are equivalent to those obtained with the alanine-EPR dosimeter (reference dosimeter) with 95% confidence. In this sense, $\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^+$ has potential for application in OSL dosimetry due to its intense signal, low signal fading, wide linear dose response range up to hundreds of grays, and signal reproducibility. Therefore, this work effectively produced and characterized $\text{MBO:Ce}^{3+},\text{Li}^+$, which allowed proposing an application of the material in the sterile insect technique dosimetry.

Keywords: magnesium tetraborate; high-dose dosimetry; sterile insect technique; optically stimulated luminescence; dosimetric characterization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Irradiador de Co^{60} emissor de raios gama (Gammacell 220 – Nordion, Canadá).....	15
Figura 2 - Posicionamento do suporte com insetos (a) e (b) mapa de distribuição de doses no irradiador (corte vertical).	16
Figura 3 – Posicionamento dos dosímetros no suporte (a) e (b) do suporte no irradiador.	17
Figura 4 - Vacâncias e interstícios catiônicos e aniônicos de uma estrutura cristalina.	19
Figura 5 - Defeitos de Schottky e Frenkel em uma estrutura cristalina.	20
Figura 6 - Defeitos criados por incorporação de impurezas na matriz cristalina.	20
Figura 7 - Modelo de banda do processo de luminescência opticamente estimulada.	21
Figura 8 - Mecanismo de luminescência do MgB_4O_7 : Ce^{3+} , Li^+ pelo modelo de bandas.	22
Figura 9 - Esquema do equipamento de luminescência opticamente estimulada.	23
Figura 10 - Eficiência quântica de uma fotomultiplicadora do tipo bialcalina.....	24
Figura 11 - Arranjo de estimulação e detecção (a) BSL, (b) GSL e (c) IRSL.	25
Figura 12 - Respostas OSL estimulação (a) contínua, (b) pulsada e (c) linearmente modulada.....	26
Figura 13 - Correlação entre a dose absorvida pelo cristal dosimétrico e a área da curva OSL.	27
Figura 14 - Estrutura cristalina do tetraborato de magnésio.....	29
Figura 15 - Diagrama de fases do sistema B_2O_3 – MgO	30
Figura 16 - Detalhamento do processo de síntese por combustão.	32
Figura 17 - Relação entre agente redutor e agente oxidante com a temperatura atingida no processo.	33
Figura 18 - Espectro de emissão fotoluminescente do tetraborato de magnésio dopado com (a) Dy^{3+} , (b) Tb^{3+} e (c) Ce^{3+}	35
Figura 19 - Espectro de emissão radioluminescente do MgB_4O_7 puro e dopado com diversas terras raras e codopado com 1 mol % de lítio.....	36
Figura 20 - Comparação (a) do sinal OSL do MgB_4O_7 : Ce^{3+} , Li^+ e Al_2O_3 e (b) otimização da concentração dos dopantes.	37

Figura 21 - Etapas de produção do tetraborato de magnésio por combustão.....	40
Figura 22 - Pó produzido e submetido a técnica de difração de raios X.	41
Figura 23 - Especificações do mapa de dose em porcentagem de 136 % a 74 %....	43
Figura 24 - Sequência do estudo da curva de emissão TL, TL residual e estimulações ópticas.....	44
Figura 25 - Protótipo de irradiação de mosquitos.....	47
Figura 26 - Vista superior das regiões de medição de dose absorvida: (a) modelo e (b) prática.	47
Figura 27 - Arranjo de irradiação: (a) posicionamento do arroz e dos dosímetros e (b) posicionamento no interior do irradiador de Co^{60}	48
Figura 28 - Difratoograma da amostra produzida e do padrão de MgB_4O_7 (PDF 76-0666).	50
Figura 29 - Sistemas de rede cristalina.	51
Figura 30 - Espectro de emissão de luz TL da amostra produzida.	52
Figura 31 - Curvas de emissão TL e TL pós estímulos ópticos.....	53
Figura 32 - Deconvolução da curvas TL do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+}, \text{Li}^+$	54
Figura 33 - Curvas de emissão OSL com estímulo óptico na região do azul (BSL) e no infravermelho (IRSL).	55
Figura 34 - Curvas de emissão TL e TL pós estímulos ópticos.....	56
Figura 35 - Deconvoluções TL das curvas de emissão: (a) TL, (b) TL pós IRSL e (c) TL pós BSL.....	57
Figura 36 - Relação entre a área BSL e o tempo de desvanecimento.	59
Figura 37 - Estudo de reprodutibilidade da resposta BSL das pastilhas de 4 mm. ...	61
Figura 38 - Correlação linear entre dose e área BSL.	62
Figura 39 - Estudo da saturação do sinal BSL.	62
Figura 40 - Curva de resposta dose na água.	65
Figura 41 - Mapa de dose do irradiador de Co^{60} no ar usado neste trabalho.	66

LISTAS DE TABELAS

Tabela 1 - Marca, pureza e massa dos reagentes usados.....	39
Tabela 2 - Marca, pureza, concentração e massas dos reagentes usados.	39
Tabela 3 - Comparativo dos parâmetros da rede cristalina do tetraborato de magnésio.	51
Tabela 4 - Parâmetros da deconvolução das curvas de emissão TL.....	58
Tabela 5 - Comparativo do desvanecimento do sinal OSL do tetraborato de magnésio.	60
Tabela 6 - Comparação da linearidade do tetraborato de magnésio dopado com cério e lítio.....	63
Tabela 7 - Comparação da menor dose mensurável do tetraborato de magnésio dopado com cério e lítio.	64
Tabela 8 - Resultados da estimativa de dose da alanina e $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce}^{3+}, \text{Li}^+$	66
Tabela 9 - Valores calculados para aplicação do teste t student.....	68
Tabela 10 - Resultados da estimativa de dose da alanina e $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce}^{3+}, \text{Li}^+$	69

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

OSL	Optically stimulated luminescence
GSL	Green stimulated luminescence
BSL	Blue stimulated luminescence
IRSL	Infrared stimulated luminescence
UV-VIS	Ultravioleta - visível
TL	Thermally luminescence
SIT	Sterile Insect Technique
PMMA	Polimetil-metacrilato (acrílico)
BeO	Óxido de berílio
Al ₂ O ₃	Óxido de alumínio
MBO	Tetraborato de magnésio
MgB ₄ O ₇	Tetraborato de magnésio
TR	Terra rara
DEN	Departamento de energia nuclear
LTM	Laboratório de Tecnologia Mineral
ECC	Coeficiente de sensibilidade
EPR	Ressonância paramagnética de elétrons
Sr ⁹⁰ /Y ⁹⁰	Fonte radioativa de estrôncio-90 e ítrio-90
Co ⁶⁰	Fonte radioativa de Co ⁶⁰

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
2.1	TÉCNICA DO INSETO ESTÉRIL	14
2.2	LUMINESCÊNCIA	18
2.2.1	Luminescência opticamente estimulada	18
2.2.2	Instrumentação OSL	23
2.3	SISTEMA DOSIMÉTRICO OSL	27
2.3.1	Dosímetros de referência na dosimetria da técnica do inseto estéril	27
2.3.2	Tetraborato de magnésio	28
2.3.3	Síntese por combustão	31
2.3.4	Propriedades luminescentes do MBO:Ce ³⁺ , Li ⁺	34
3	METODOLOGIA	39
3.1	SÍNTESE DO MBO: 0,3% mol Ce ³⁺ 10 % mol Li ⁺	39
3.2	CARACTERIZAÇÃO DA ESTRUTURA CRISTALINA DO MBO	41
3.3	EQUIPAMENTOS OSL/TL E ESPECIFICAÇÕES DO IRRADIADOR	41
3.4	CARACTERIZAÇÃO LUMINESCENTE DO MBO: 0,3% Ce ³⁺ 10% Li ⁺	43
3.5	CARACTERIZAÇÃO DOSIMÉTRICA DO MBO: 0,3% Ce ³⁺ 10% Li ⁺	43
3.5.1	Desvanecimento do sinal OSL (Fading)	45
3.5.2	Reprodutibilidade da resposta OSL	45
3.5.3	Curva de resposta dose	46
3.6	APLICAÇÃO DO SISTEMA DOSIMÉTRICO NO SIT	46
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	50
4.1	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	50
4.2	ESPECTRO DE EMISSÃO DE LUZ TL	52
4.3	CARACTERIZAÇÃO DOSIMÉTRICA	53
4.3.1	Desvanecimento de sinal (Fading)	58
4.3.2	Reprodutibilidade do sinal BSL	60
4.3.3	Avaliação da resposta OSL versus dose	61
4.3.4	Avaliação da menor dose mensurável	63
4.4	APLICAÇÃO NA DOSIMETRIA DE IRRADIAÇÃO DE INSETOS	64
5	CONCLUSÕES	70

1 INTRODUÇÃO

As aplicações industriais das radiações ionizantes trouxeram grande impacto na esterilização de materiais farmacêuticos e médicos, no beneficiamento de alimentos e materiais poliméricos e no setor do controle de qualidade industrial. Nos últimos anos, a irradiação de mosquitos machos (*Aedes aegypti*) com altas doses de radiação ionizante se mostrou uma forma eficaz de controle dos vetores que transmitem doenças como dengue, chikungunya e o zika vírus. Esta aplicação é chamada de técnica do inseto estéril, do inglês *Sterile Insect Technique* – SIT, que apresenta grande potencial para combater a propagação destes vetores (MACHI, 2019).

A SIT é uma técnica ecológica e ambientalmente segura por não utilizar inseticidas para realização do controle da população de mosquitos. Esta técnica consiste em criar grandes quantidades de mosquitos machos, irradiá-los, tornando-os estéreis e, por fim, liberá-los em áreas específicas. Estes machos estéreis irão competir com os machos férteis pelas fêmeas selvagens e, ao copular com as fêmeas, por não serem capazes de produzir descendentes saudáveis, resulta na diminuição da população dos vetores (ROBINSON et al., 2021). Porém, a dose de radiação absorvida pelos mosquitos é um ponto importante que pode afetar diretamente o sucesso da técnica, pois doses diferentes do valor de referência podem matá-los, torná-los não competitivos ou não atingir o nível de esterilidade necessário. Dessa forma, surge a necessidade de realizar o controle da dose absorvida pelos mosquitos para obter informações sobre a distribuição de dose no interior do irradiador e garantir o sucesso da técnica (CRUZ et al., 2022).

Esse controle de dose pode ser feito por filmes radiocrômicos ou por dosímetros pontuais, que usam as técnicas luminescentes ou de ressonância eletrônica paramagnética (EPR). Os filmes estimam a dose absorvida por comparação entre a coloração da amostra com a escala padrão de cor ou por medição da densidade óptica da amostra. Ambos atuam de forma indireta e são irradiados juntamente com os mosquitos. Eles são sensores de radiação ionizante e, por meio da interação da radiação com a matéria, se torna possível quantificar a dose absorvida.

Atualmente, a alanina, que utiliza da técnica de Ressonância Eletrônica Paramagnética (EPR), é o dosímetro orgânico de referência para dosimetria pontual

de altas doses devido à sua alta precisão, acurácia de $\sim 1\%$ e ampla faixa de linearidade com a dose. Entretanto, a instrumentação requerida é complexa e requer alto investimento financeiro. Em contrapartida, os dosímetros luminescentes apresentam grande potencial para dosimetria de rotina, pois apresentam instrumentação simples e de baixo investimento financeiro, curvas de fácil interpretação, acurácia entre ~ 5 a $\sim 10\%$ e boa reprodutibilidade (CHU et al., 2000; YUKIHARA et al., 2014; YUKIHARA et al., 2022).

Na dosimetria luminescente, a termoluminescência (TL) e a luminescência opticamente estimulada (OSL) são as técnicas mais comuns. A OSL se destaca frente a TL devido as leituras rápidas, alta precisão e acurácia, possibilidade de releitura e por não exigir sistema de aquecimento (YOSHIMURA et al., 2006; OLKO et al., 2010). Porém, quando se trata de dosímetros OSL de referência, há uma baixa disponibilidade de cristais dosimétricos, sendo os dosímetros comerciais utilizados: o óxido de berílio (BeO) e óxido de alumínio (Al_2O_3). Entretanto, para doses acima de ~ 10 Gy a resposta luminescente destes dosímetros satura, o que impossibilita sua aplicação para o campo de altas doses. Dessa forma, ainda existe a necessidade de desenvolver novos materiais dosimétricos OSL com o intuito de aplicá-los na dosimetria de altas doses.

O tetraborato de magnésio dopado com terras raras (MgB_4O_7 : TR) é, atualmente, um dos materiais promissores para dosimetria luminescente pois apresenta baixo número atômico efetivo, ampla faixa de linearidade com a dose, requer estrutura laboratorial simples e métodos de produção rápidos. Na dopagem desse material, o cério codopado com lítio ($\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce}^{3+},\text{Li}^+$) apresenta alta intensidade da resposta OSL, boa estabilidade do sinal luminescente, linearidade na faixa de 0,5 a 100 Gy, boa reprodutibilidade e sensibilidade a nêutrons (YUKIHARA et al., 2014a; YUKIHARA et al., 2017). Por isso, o tetraborato de magnésio dopado com cério e lítio tem potencial para aplicação no campo de dosimetria OSL de altas doses.

O objetivo deste trabalho é de produzir o $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce}^{3+},\text{Li}^+$, caracterizar e avaliar a resposta OSL do $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce}^{3+},\text{Li}^+$ visando a sua aplicação para a dosimetria da técnica do inseto estéril.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo trata dos conceitos básicos sobre a técnica do inseto estéril, luminescência opticamente estimulada, sistema dosimétrico OSL e propriedades dosimétricas do tetraborato de magnésio.

2.1 TÉCNICA DO INSETO ESTÉRIL

A técnica do inseto estéril foi proposta inicialmente por Runner (1916), em que se observou os efeitos da radiação ionizante em pragas de plantações de tabaco (*Lasioderma serricorne* Fabricius). Seguido por Muller et al., (1927), que mostrou que a radiação ionizante tornava moscas fêmeas inférteis (*Drosophila melanogaster*), impossibilitando seu processo reprodutivo. Knipling et al., (1995), reportaram a possibilidade de sucesso no controle e erradicação de insetos com o uso de insetos machos estéreis induzido por radiação ionizante. Neste trabalho, os autores elencaram os fatores importantes para utilização da SIT, tais como: método eficaz de criação em larga escala, fácil dispersão dos machos estéreis e que a esterilização não deve atingir o tempo de vida e o acasalamento dos insetos.

Na década de 1950, esta técnica foi agregada aos programas de controle e erradicação de moscas, quando a espécie *Cochliomyia hominivorax* assolava a bovinocultura de grandes países como: Estados Unidos, Costa Rica, Honduras, Caribe e Panamá, tendo seu sucesso comprovado na erradicação desta praga (MACHI, 2019). Desde então, a SIT tornou-se uma técnica competitiva com as formas de controle comuns, como: controle químico e por larvicidas, manipulações genéticas, controle por predadores de pragas e redução dos criadouros naturais. Neste sentido, a SIT se destacou perante os métodos convencionais, devido a seu desenvolvimento ecológico, não geração de resíduos tóxicos, alta especificidade e possibilidade de liberação de grandes quantidades de insetos (THOMÉ et al., 2009).

Esta técnica consiste em criar massivamente grandes quantidades de insetos, realizar a separação sexual entre machos e fêmeas, esterilização com altas doses de radiação ionizante do tipo raios X ou gama e, por fim, sua liberação em áreas específicas. O processo de irradiação é uma das chaves do sucesso da técnica, pois ela atua quebrando moléculas e, como consequência, a formação de radicais. Estes, por sua vez, provocam outras quebras moleculares e alterações no DNA, atingindo o

processo reprodutivo de células germinativas. Estas mutações genéticas podem aumentar com a dose de radiação ionizante fornecida e diminuir com o estágio de desenvolvimento do inseto (HELINSKI et al., 2009).

No processo de irradiação, geralmente, é usado um irradiador de raios gama, semelhante ao mostrado na Figura 1, modelo Gammacell 220 da Nordion. Este irradiador é dotado de varetas de Co^{60} com taxa de dose conhecida, que possui o volume de irradiação é dado por um diâmetro interno de 150 mm e altura de 200 mm, o que fornece, aproximadamente, um volume dentro do irradiador de 3,7 L para posicionamento dos suportes contendo os insetos (HELINSKI et al., 2009).

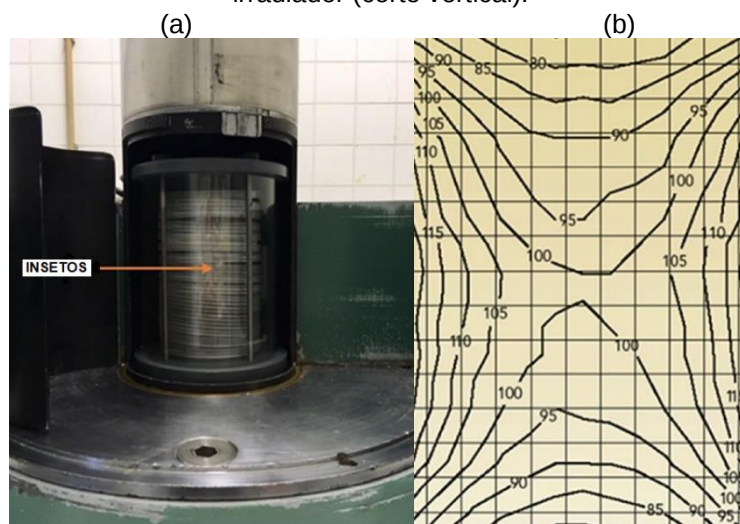
Figura 1 - Irradiador de Co^{60} emissor de raios gama (Gammacell 220 – Nordion, Canadá).



Fonte: Helinski et al., (2009).

O suporte é posicionado no interior deste volume, conforme mostra a Figura 2a. Neste volume, o irradiador apresenta um mapa de distribuição de doses, em que, dependendo da posição do suporte, a dose absorvida pelos mosquitos pode variar, conforme mostra a Figura 2b, de 85 a 115 % da dose alvo. Nesta Figura, se observa que no centro do irradiador ocorre a menor variação da dose do processo, sendo, portanto, a posição preferencial para posicionamento dos insetos já que os parâmetros avaliados no processo de esterilização variam com a dose absorvida (YAMADA et al., 2019).

Figura 2 - Posicionamento do suporte com insetos (a) e (b) mapa de distribuição de doses no irradiador (corte vertical).



Fonte: Yamada et al., (2019).

A irradiação de machos adultos de *Aedes Aegypti* é estabelecida com uma dose de radiação ionizante por volta de 65 Gy. Chen et al., (2022) desenvolveram um estudo com o objetivo de identificar a dose ótima de esterilização de 50 machos de *Aedes Aegypti*. Neste trabalho, os mosquitos foram irradiados com 0, 30, 50, 65, 85, 100 e 110 Gy com taxa de dose de 8,8 Gy/min e os parâmetros avaliados foram emergência, longevidade e competitividade. Para os machos, a dose de 50 Gy foi suficiente para atingir a esterilidade de 99 % e emergência, longevidade e competitividade semelhantes a machos não estéreis. Em outro trabalho, desenvolvido por Bond et al., (2019), foram estudados diferentes efeitos da dose na sobrevivência e reprodução de *Aedes Aegypti*. Para isso, foram testadas doses de 15, 30, 50, 70 e 90 Gy numa fonte de Co^{60} com atividade de 14416 Ci, para mosquitos machos em diferentes estágios de desenvolvimento. Os autores mostraram que a esterilidade de 99% dos machos adultos foi atingida com 70 Gy.

Além da dose ideal de esterilização, é necessário estudar a homogeneidade das doses absorvidas em cada região do suporte para garantir que a dose absorvida ao longo do suporte esteja em concordância com a distribuição de dose do irradiador. Assim, Cruz et al., (2022) estudaram o mapa de doses do irradiador utilizado na irradiação de insetos de *Aedes Aegypti*. Para isso, usaram da alanina como dosímetro de referência EPR, fluoreto de lítio (MTS-N) como dosímetro de referência TL e pastilhas de tetraborato de lítio dopado com cobre e prata de produção própria. Estes dosímetros foram calibrados para a faixa entre 20 a 80 Gy, posicionados em 9 regiões em cima de cada uma das três caixas contendo os mosquitos e o mapeamento das

doses absorvida foi realizado irradiando o conjunto com 65 Gy (Co^{60}), conforme mostra a Figura 3. Os autores reportaram que não existe diferença estatística entre realizar o mapeamento na caixa inferior, intermediária ou superior com o auxílio do teste estatístico de t-student. Além disso, os resultados da alanina mostraram que as doses nos 9 pontos estão coerentes com o mapa de dose do irradiador. O erro percentual no centro do irradiador foi de ~3% para alanina, ~6% para o MTS-N e de ~11% para o tetraborato de lítio, ambos em relação a dose nominal.

Figura 3 – Posicionamento dos dosímetros no suporte (a) e (b) do suporte no irradiador.



Fonte: Cruz et al., (2022).

Para além dos dosímetros pontuais, também é possível utilizar filmes Gafchromics para realizar a dosimetria da SIT. Ernawan et al., (2021) estudaram a distribuição de dose no protótipo utilizado para irradiação de mosquitos e realizaram a dosimetria com filmes Gafchromics HD-V2. Para isso, os filmes foram calibrados na faixa de dose de 20 – 80 Gy numa fonte de Co^{60} e lidos em um espectrômetro UV-Vis. Os autores reportaram que a dosimetria por filmes Gafchromics mostrou erros percentuais de até 5 % e os valores de doses estimados concordam com a distribuição de dose do irradiador.

Portanto, a SIT é uma técnica com potencial para o controle de vetores transmissores de doenças e pragas, com casos de sucessos desenvolvidos em Cuba (GATO et al., 2021) e México (MARINA et al., 2021). No Brasil, a Biofábrica Moscamed Brasil é uma das referências na irradiação de moscas e mosquitos. Ela se dedica a desenvolver a aplicação da SIT no Brasil, tendo trabalhos na área de criação e manejo dos mosquitos, irradiação e liberação de machos estéreis de *Aedes Aegypti* na comunidade de Brasília Teimosa na Região Metropolitana do Recife (GOMÉZ et al.,

2022; BOUYER et al., 2020; MOSCAMED BRASIL, 2020). Outra referência importante é a FIOCRUZ, que já desenvolveu um projeto piloto de liberação de machos de *Aedes Aegypti* na ilha de Fernando de Noronha (FLORENCIO, 2017). Neste trabalho, foi obtido uma redução de 40 % na infestação de mosquitos da dengue em Fernando de Noronha devido ao uso do SIT. Além disso, também foi constatada a maior efetividade de combate aos mosquitos com a SIT do que com a utilização de biolarvicidas.

2.2 LUMINESCÊNCIA

Luminescência é um processo caracterizado pela excitação de um material, que é capaz de absorver parte da energia de excitação, e reemitir parte desta energia em forma de luz (BOTTER-JENSEN et al., 2003). Existe diversos tipos de luminescência nos sólidos, o que as diferencia é a forma de estimulação, que pode ser excitado por radiação ionizante (radioluminescência), luz visível ou ultravioleta (fotoluminescência), energia química (quimioluminescência) e energia mecânica (triboluminescência).

Entre estes tipos, a termoluminescência (TL) e a luminescente opticamente estimulada (OSL) são as técnicas luminescentes mais comuns usadas na área de dosimetria. Estas técnicas tem em comum a necessidade de exposição do material a radiação ionizante e, em seguida, ao submetê-los a estímulos térmicos/ópticos ocorre a emissão de luz visível ou ultravioleta, que é proporcional a dose absorvida pelo material (AKSELROD, 2011). Quando este estímulo é térmico, chama-se TL, e quando o estímulo é óptico, chama-se OSL. Esta última técnica se destacou nos últimos anos devido as seguintes vantagens frente a TL: alta precisão, diversos modos de estimulação, fácil interpretação das curvas, utilização de materiais com baixo ponto de fusão, não há necessidade de aquecimento e resfriamento, permite releituras e avaliações em tempo real (YOSHIMURA et al., 2006).

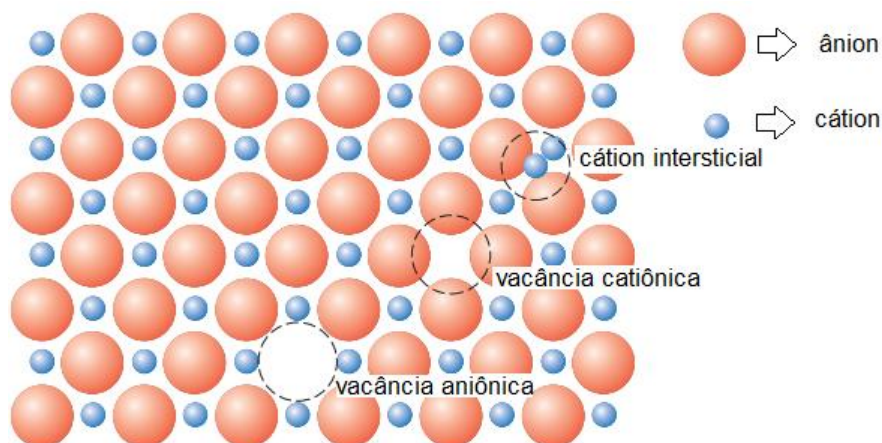
2.2.1 Luminescência opticamente estimulada

A luminescência opticamente estimulada (OSL) é definida como a emissão de luz, por amostras previamente irradiadas, quando estimuladas por luz e a luz emitida é proporcional a dose de radiação ionizante absorvida (BOTTER-JENSEN et al., 2003). Para um material ser considerado um bom material dosimétrico, é necessário

que ele seja um semicondutor ou isolante e deve permitir a incorporação de defeitos pontuais em sua estrutura cristalina de alta periodicidade. Estes defeitos são os responsáveis pelo processo de luminescência, pois eles atuam criando níveis de energia entre a banda de condução e a de valência (armadilhas de elétrons ou armadilhas de buraco) (YUKIHARA et al., 2011). Eles podem ser inseridos na matriz cristalina basicamente por duas formas: alterando a proporção estequiométrica entre os reagentes de produção da matriz ou adicionando dopantes e codopantes em pequenas quantidades (CALLISTER et al., 2010).

Segundo Callister et al., (2010), em uma matriz cristalina pode acontecer de ter déficit de ânions ou cátions, formando vacâncias aniônicas e catiônicas, respectivamente. Mas também pode apresentar cátions e ânions intersticiais, como mostra a Figura 4.

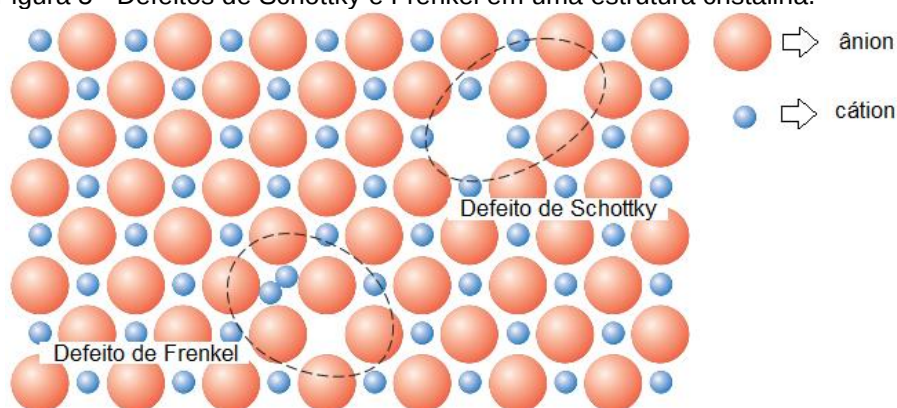
Figura 4 - Vacâncias e interstícios catiônicos e aniônicos de uma estrutura cristalina.



Fonte: Adaptado de Callister et al., (2010).

Estes defeitos ocorrem ao longo de todo o cristal, porém eles não ocorrem de forma individual, pois causaria um desequilíbrio de eletroneutralidade. Assim, estes defeitos ocorrem de forma conjunta a fim de atingir a eletroneutralidade de toda a matriz cristalina. Os defeitos mais comuns são o defeito de Schottky, que consiste na associação de duas vacâncias, uma catiônica e uma aniônica, e o defeito de Frenkel que é formado por uma vacância catiônica e um cátion intersticial (CALLISTER et al., 2010). Estes defeitos estão ilustrados na Figura 5.

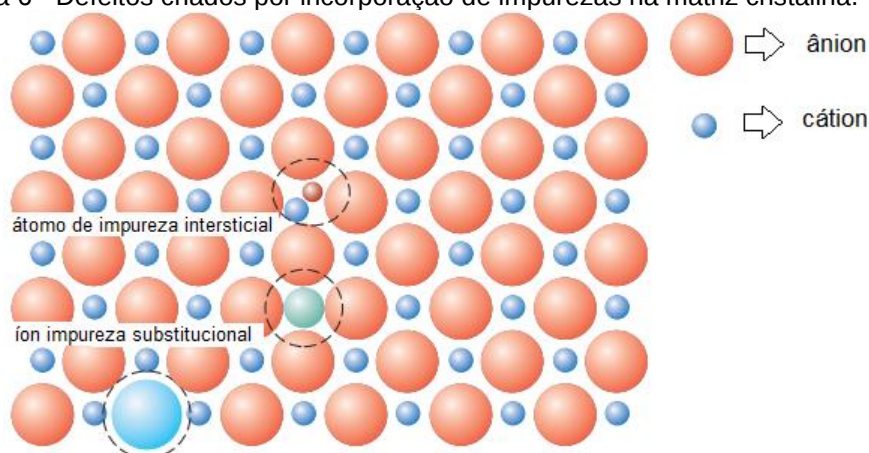
Figura 5 - Defeitos de Schottky e Frenkel em uma estrutura cristalina.



Fonte: Adaptado de Callister et al., (2010).

Quando a incorporação de defeitos é realizada por adição de dopantes e codopantes (impurezas) em pequenas quantidades na matriz, esses íons de impurezas, geralmente, de terras raras, metais alcalinos ou metais de transição podem ser incorporados na matriz de duas formas conforme mostra a Figura 6.

Figura 6 - Defeitos criados por incorporação de impurezas na matriz cristalina.



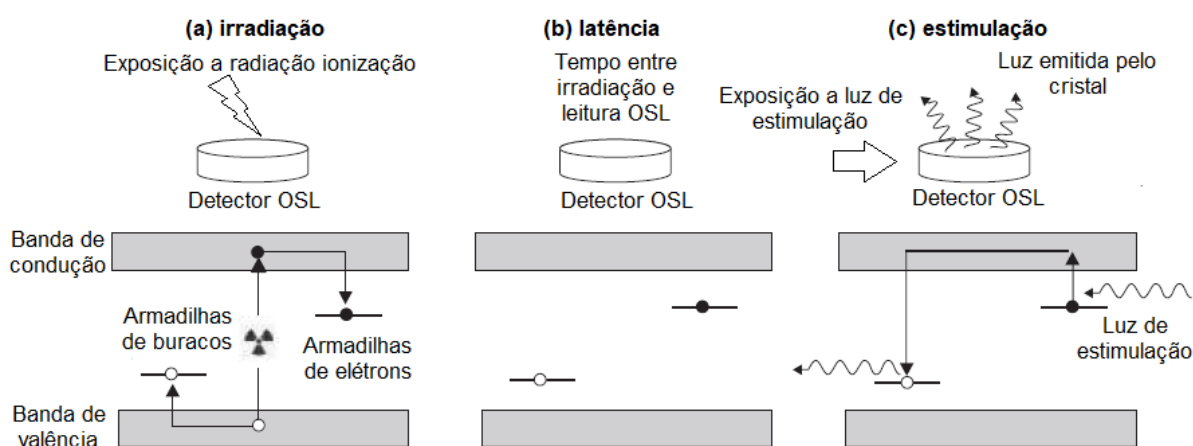
Fonte: Adaptado de Callister et al., (2010).

A primeira é de forma substitucional e o raio iônico do íon da impureza deve ser equivalente ao raio iônico do íon a ser substituído. Nesta forma, o íon de impureza substitui um cátion ou ânion da própria matriz. Se caso a impureza formar um cátion, a substituição será no cátion da matriz cristalina, entretanto se a impureza formar um ânion a substituição será no ânion da matriz. A segunda é de forma intersticial, onde o raio iônico do íon da impureza é menor do que o cátion ou ânion a ser substituído.

Neste caso, os íons são incorporados nos interstícios da matriz (CALLISTER et al., 2010).

A partir disso, é possível explicar o processo OSL por meio do modelo de bandas. Este modelo é composto por uma banda de condução e uma banda de valência e entre as duas são criados níveis de energias proibidos pelos defeitos incorporados na matriz. O processo OSL acontece em, basicamente, três etapas: irradiação, latência e estimulação (Figura 7).

Figura 7 - Modelo de banda do processo de luminescência opticamente estimulada.



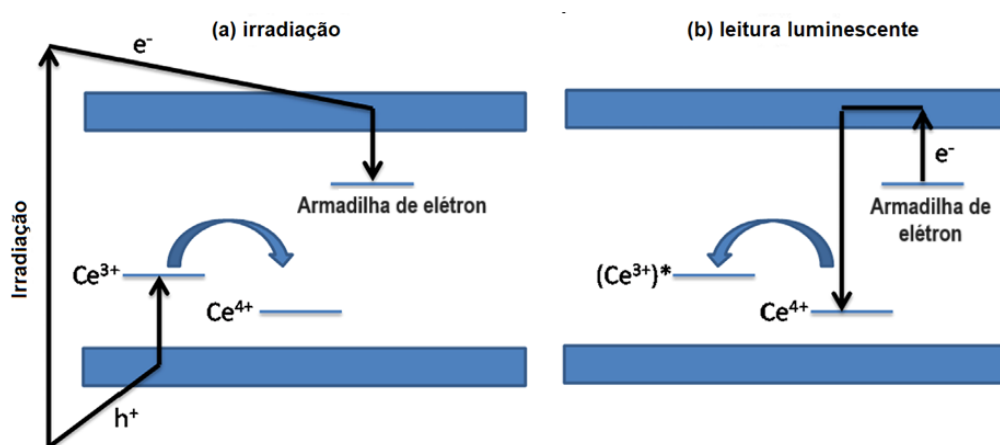
Fonte: Adaptado de Yukihiro et al., (2011).

A primeira etapa consiste em expor o material dosimétrico a radiação ionizante, que ao interagir com o cristal provoca a ionização, formando um par elétron-buraco. Assim, o elétron, que está inicialmente na banda de valência, é promovido para banda de condução; em seguida, o elétron e o buraco ficam livres para se mover na banda de condução e na de valência, respectivamente. Isso ocorre até que cada um seja capturado pelos níveis de energia proibidos, chamados de armadilhas de elétrons, quando são capazes de capturar o elétron, e armadilhas de buraco, quando são capazes de capturar buracos. Após isso, o sistema entra em um estado de latência, onde pode permanecer desde poucos segundos até milhões de anos. A última etapa é a estimulação, em que aqueles elétrons adquirem energia suficiente para migrar da armadilha para a banda de condução. Estes elétrons na banda de condução podem ser rearmadilhados por outras armadilhas de elétrons ou sofrerem recombinação com um buraco armadilhado, quando essa recombinação acontece ocorre a emissão de

luz OSL, que tem sua intensidade proporcional a dose absorvida na primeira etapa (YUKIHARA et al., 2011).

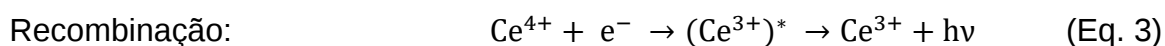
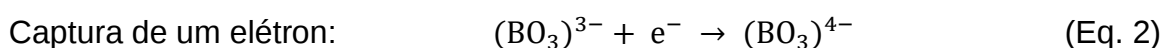
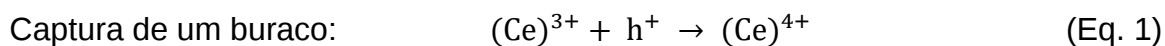
A partir deste modelo de bandas, Yukihiro et al., (2014b) estudaram o mecanismo luminescente do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{TR}$. Eles propuseram um modelo específico para o $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$, com o Ce^{3+} atuando como armadilha de buraco e o Li^+ como um compensador de carga e facilitador da incorporação do Ce^{3+} . A Figura 8 ilustra as duas etapas do mecanismo proposto pelos autores.

Figura 8 - Mecanismo de luminescência do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$ pelo modelo de bandas.



Fonte: Adaptado de Yukihiro et al., 2014b.

A primeira etapa consiste na irradiação, onde ocorre a ionização, arrancando um elétron (e^-) e formando um buraco (h^+). Este buraco é capturado pela armadilha de buraco Ce^{3+} , como mostra a Equação 1. Ao mesmo tempo, o elétron promovido para banda de condução é capturado pela armadilha de elétrons (Equação 2). A segunda etapa consiste em estimular o material, que liberará os buracos e as cargas.

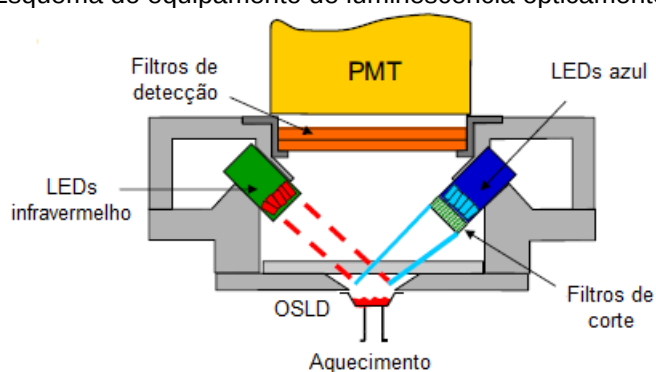


Por fim, ocorre a recombinação das espécies nos centros de recombinação (Equação 3), o que resulta na emissão de luz de energia $h\nu$, em que h é a constante de Planck e ν é a frequência em Hz.

2.2.2 Instrumentação OSL

A instrumentação de um equipamento de OSL é simples e composta, basicamente, por uma fotomultiplicadora, LEDs de estimulação, filtros de cortes, filtros de detecção e, em casos específicos, aquecimento (BOTTER-JENSEN et al., 2010). Porém, essa instrumentação deve estar em acordo com as características luminescentes da emissão do material dosimétrico usado. A Figura 9 mostra um esquema do equipamento de luminescência opticamente estimulada.

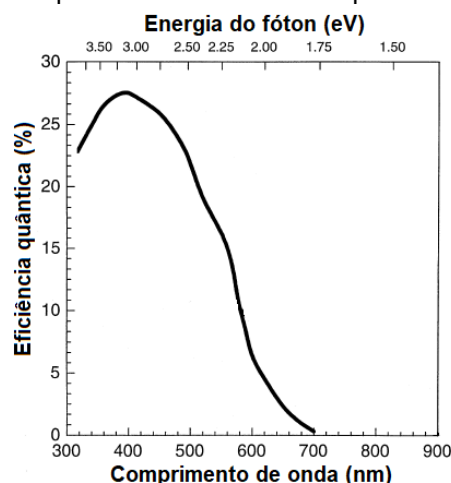
Figura 9 - Esquema do equipamento de luminescência opticamente estimulada.



Fonte: Adaptado de BOTTER-JENSEN et al., (2010).

O primeiro componente é a fotomultiplicadora que realiza a coleta da luz emitida pela amostra de forma rápida, tem alta sensibilidade e ótima relação sinal/ruído. Nos equipamentos OSL, geralmente, são usadas as fotomultiplicadoras do tipo bialcalina, que apresentam eficiência quântica máxima em ~ 400 nm e se estende até 700 nm (Figura 10). Este tipo de componente tem um menor custo quando comparadas com fotomultiplicadores com maior sensibilidade nas regiões do UV e do infravermelho (BOTTER-JENSEN et al., 1997).

Figura 10 - Eficiência quântica de uma fotomultiplicadora do tipo bialcalina.



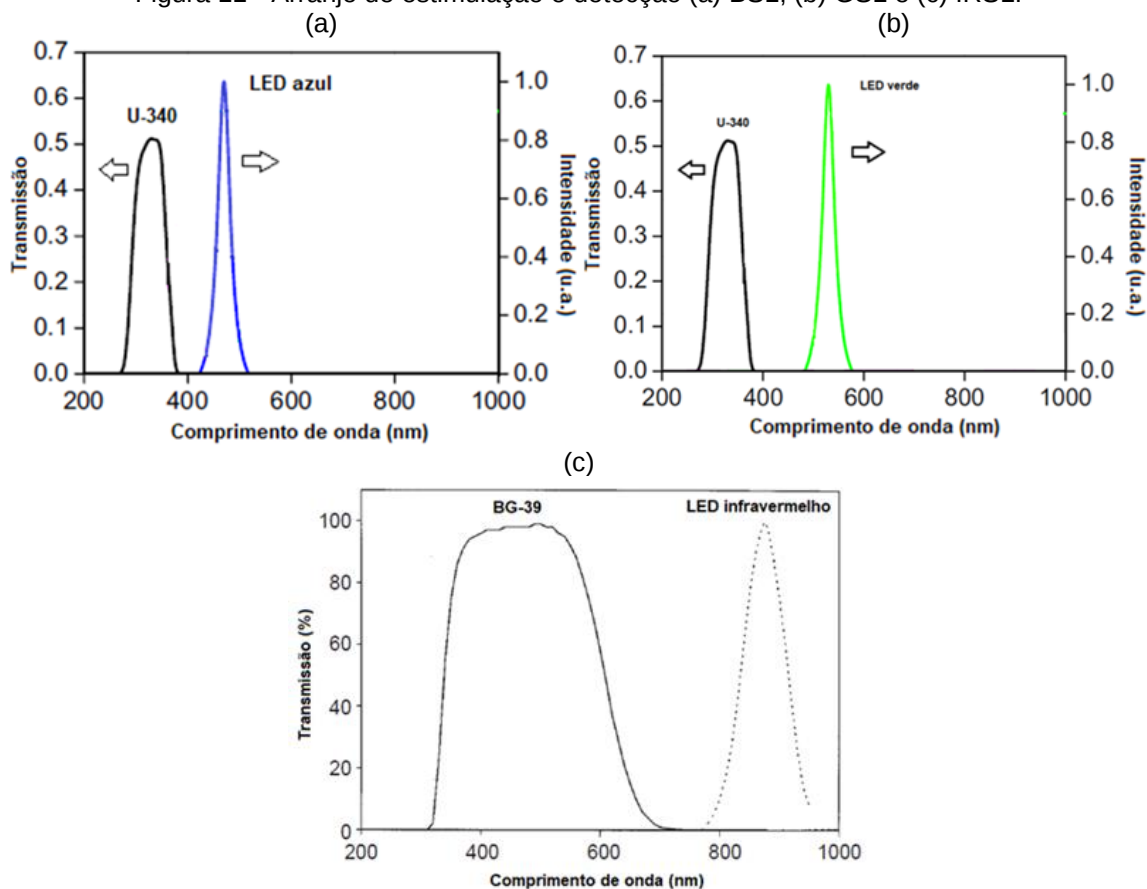
Fonte: Adaptado de BOTTER-JENSEN et al., (1997).

A estimulação óptica pode ser realizada por lasers ou LEDs. O primeiro é conhecido por ser altamente monocromático, ter alta intensidade de luz e permitir pulsos de alta intensidade, porém apresenta custo elevado. O LED é comumente utilizado nos equipamentos OSL. Ele apresenta menor custo e é usado em conjunto de LEDs. Geralmente, esta forma de estimulação requer o uso de filtros de cortes com faixa de transmissão pequena (filtros de banda passante) com o intuito de restringir o espectro de emissão do LED. Isso ocorre porque o LED apresenta um espectro de emissão largo, o que pode sobrepor a região de detecção quando estas estão próximas (YUKIHARA et al., 2011).

Assim, a escolha do LED de estimulação da amostra é um ponto crucial para o processo OSL, pois se sabe que a emissão de luz OSL depende da seção de fotoionização da armadilha eletrônica. E esta seção depende do comprimento de onda de estimulação, ou seja, quanto menor o comprimento de onda de estimulação maior a seção de fotoionização e, conseqüentemente, maior a probabilidade de desarmadilhamento do elétron capturado (BOTTER-JENSEN et al., 2010). O filtro de detecção é responsável por restringir a região de coleta do sinal luminescente. Ele deve ser escolhido de acordo com as linhas de emissão de luz e do LED escolhido, a fim de maximizar a coleta do sinal luminescente.

Neste sentido, os arranjos mais utilizados nos equipamentos OSL são a estimulação no azul e detecção na região do ultravioleta (BSL), estimulação no verde e detecção na região do ultravioleta (GSL) e estimulação no infravermelho e detecção na região do visível (IRSL), mostrados na Figura 11.

Figura 11 - Arranjo de estimulação e detecção (a) BSL, (b) GSL e (c) IRSL.



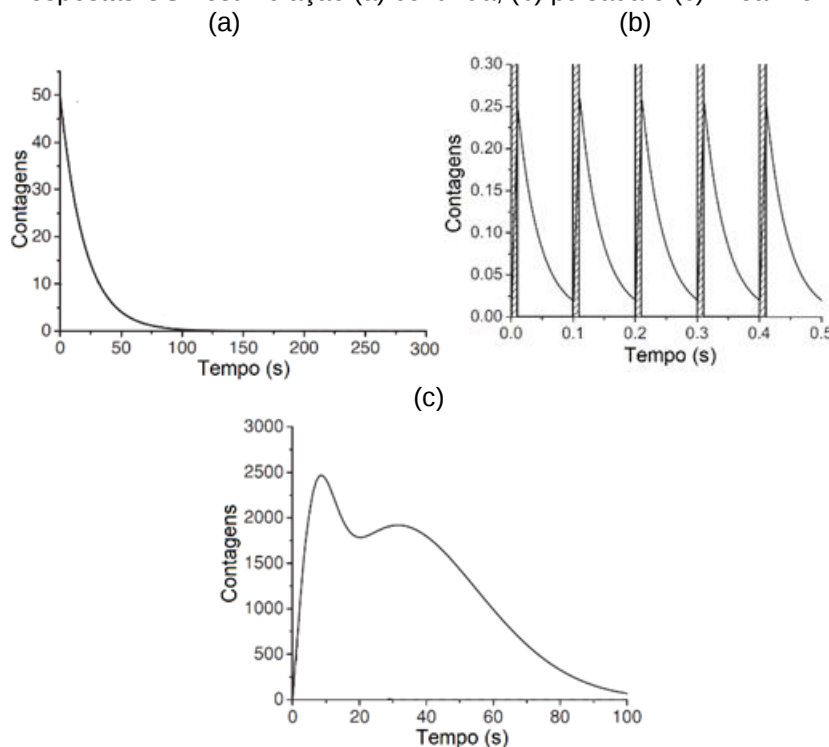
Fonte: Adaptado de BOTTER-JENSEN et al., (1997; 2010).

A Figura 11a mostra o arranjo para a leitura BSL, onde ocorre a estimulação por um LED, geralmente, centrado a 470 nm e a detecção com o filtro de detecção U-340, que tem transmissão abaixo de 400 nm. A Figura 11b mostra o arranjo para o processo GSL, em que a estimulação é feita por um LED centrado a 530 nm com seu filtro de corte e a detecção é na região do UV com o filtro U-340. O arranjo IRSL está mostrado na Figura 11c. Ele utiliza de LED infravermelho e não há necessidade de filtro de corte devido a insensibilidade da fotomultiplicadora na região do infravermelho. O filtro de detecção é tipicamente o BG-39, que tem ampla faixa de transmissão.

A OSL permite três modos de estimulação da fonte de luz, tais como: contínuo, linearmente modulado e pulsado. O primeiro modo é o contínuo, em que a potência do LED é mantida fixa por um determinado tempo de leitura e a resposta OSL observada é um comportamento de decaimento (Figura 12a). Este modo é o mais simples e comumente usados na dosimetria OSL, pois a área abaixo da curva é proporcional a dose absorvida pelo detector (AKSELROD et al., 2011). O modo

linearmente modulado tem um aumento linear da potência do LED com o tempo de leitura e tem sua resposta OSL em formas de picos como mostra a Figura 12c, este modo não é comumente usado devido ao longo tempo de medição.

Figura 12 - Respostas OSL estimulação (a) contínua, (b) pulsada e (c) linearmente modulada.

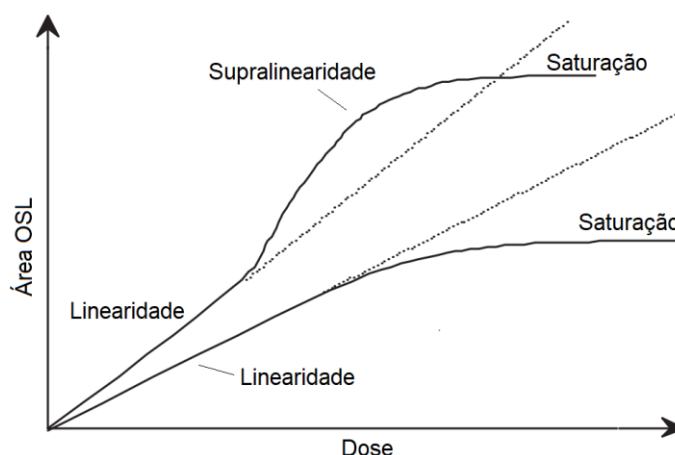


Fonte: Adaptado de YUKIHARA et al., (2011).

Por fim, o modo pulsado consiste em estimular a amostra por frações de segundos, formando pulso de estimulação, e coletar o sinal após o pulso. Este sinal tem o comportamento mostrado na Figura 12b, em que após o pulso o sinal tem o formato de um decaimento luminescente. Este modo é uma alternativa quando a região de emissão de luz do cristal dosimétrico está próxima da região de estimulação, impossibilitando o uso do modo contínuo (YUKIHARA et al., 2011).

Na dosimetria OSL, o modo contínuo é o mais utilizado e a área sob a curva de decaimento luminescente é proporcional a dose absorvida pelo cristal dosimétrico. Esta região é de interesse para realizar a calibração do sistema dosimétrico e representa a forma de converter o sinal OSL em dose absorvida pelo material (YUKIHARA et al., 2011). Assim, estas variáveis estão correlacionadas linearmente para uma faixa de dose. Fora desta faixa, pode ocorrer o comportamento supralinear e a saturação do sinal luminescente. A Figura 13 mostra as relações que podem ocorrer entre a dose absorvida e a área sob a curva do decaimento OSL.

Figura 13 - Correlação entre a dose absorvida pelo cristal dosimétrico e a área da curva OSL.



Fonte: Adaptado de PODGORSK (2005).

Na linearidade, o sinal OSL é proporcional a dose absorvida e é a região usada para estimar a dose absorvida na dosimetria luminescente. Na supralinearidade, o sinal OSL é superestimado. E, por fim, na saturação, o sinal OSL não varia com o aumento da dose (PODGORSK, 2005).

2.3 SISTEMA DOSIMÉTRICO OSL

Diante da necessidade do controle de dose absorvida no SIT, é indispensável a utilização de um sistema dosimétrico de estado sólido que consiga mensurar in vivo a dose absorvida. Esse sistema dosimétrico é formado pelo material dosimétrico, equipamento OSL e um método analítico de calibração da resposta luminescente.

2.3.1 Dosímetros de referência na dosimetria da técnica do inseto estéril

O número de dosímetros de rotina disponíveis para realização de medidas pontuais na faixa de dose da técnica do inseto estéril é bastante limitado. Atualmente, não há dosímetros OSL que consigam serem lidos na faixa de dose utilizada e os dosímetros TL disponíveis necessitam de filtros para atenuação do sinal luminescente com o intuito de diminuir a exposição da fotomultiplicadora a grande quantidade de fótons de luz e, além disso, a técnica TL está em desuso frente a OSL. Isso mostra a lacuna existente no campo de dosímetros de rotina OSL para aplicação em doses maiores que 10 Gy.

A dosimetria da SIT é usualmente realizada por meio de dosímetros de alanina, os quais são definidos pela Agência Internacional de Energia Atômica (IAEA) como sistema dosimétrico de referência. A alanina é um material orgânico com fórmula molecular $\text{CH}_3\text{-CHNH}_2\text{-COOH}$, que pertence a classe dos aminoácidos. A radiação ionizante atua neste material provocando a formação de radicais livres, e a concentração destes radicais é quantificada utilizando-se a técnica de ressonância paramagnética de eletrônica (EPR). Quanto às suas características e propriedades dosimétricas, este material apresenta baixo número atômico efetivo (7,2), linearidade com a dose entre a faixa de ~1 Gy até ~100 kGy, alta precisão e exatidão, além de permitir releituras das amostras irradiadas (REGULLA; DEFFNER et al., 1981; BAFFA; KINOSHITA, 2014).

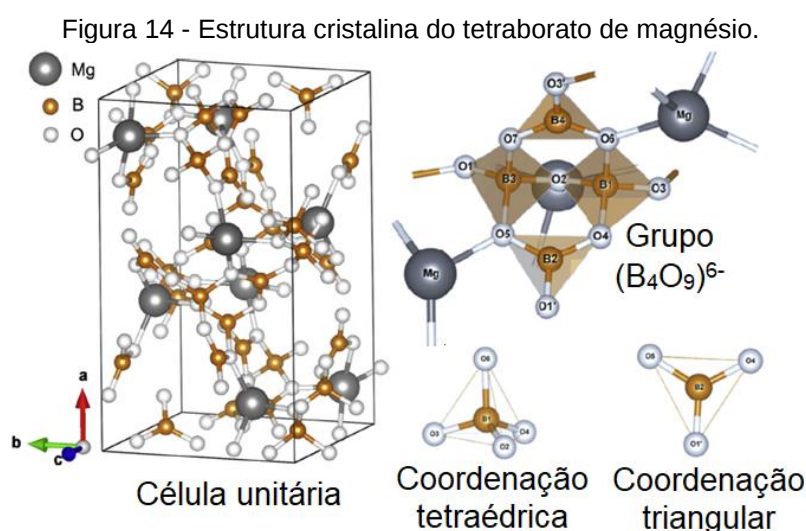
Outra forma de realizar a dosimetria da técnica SIT é através de filmes Gafchromics. Estes filmes não são considerados dosímetros de referência, porém são aplicados como dosímetros de rotina. Estes filmes permitem leituras pontuais e também a avaliação de distribuições de dose em um plano (2D). Quando são expostos à radiação ionizante, ocorre a mudança de coloração nas regiões expostas, de modo que ao comparar essa alteração de cor com um padrão de cores-dose, é possível estimar a faixa de dose a qual o filme foi exposto ou também estimar a dose ponto a ponto por meio da medição da densidade óptica do filme. Os dois modelos que podem ser aplicados a altas doses são HD-V2 e MD-V3, que apresentam linearidade com a dose até 100 kGy e até 10 kGy, respectivamente (NAKAI et al., 2021).

Devido a estas limitações, novos materiais dosimétricos são estudados com o intuito de suprir esta necessidade de dosímetros OSL de rotina. Os materiais boratos, especificamente o tetraborato de magnésio, apresentam características estruturais e dosimétricas promissoras para sua aplicação como dosímetro OSL de rotina.

2.3.2 Tetraborato de magnésio

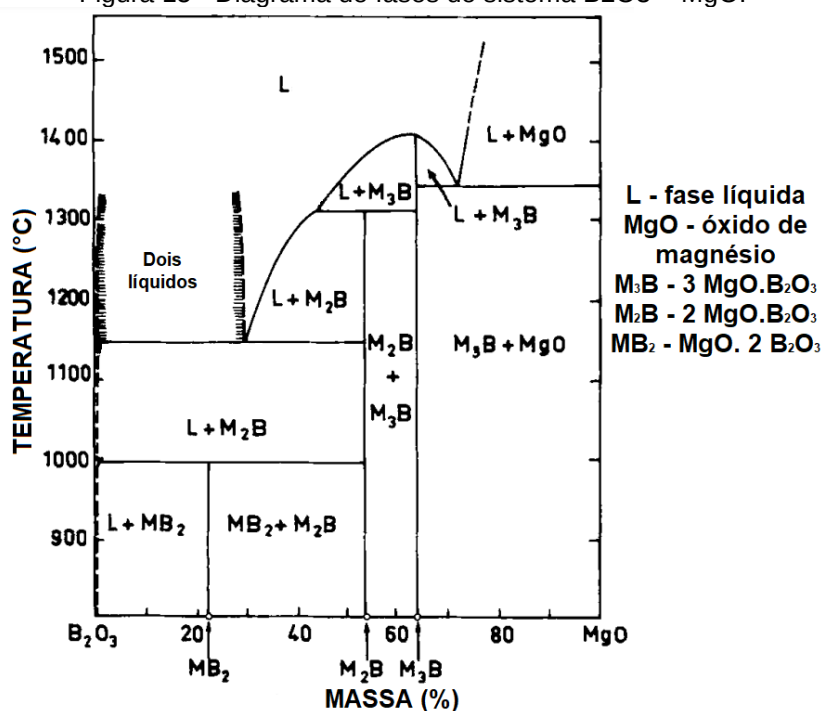
O tetraborato de magnésio dopado com terra rara foi produzido, inicialmente, na década de 1980 por Prókic, que mostrou o seu grande potencial para aplicações na dosimetria luminescente. Isso se justificou devido as respostas luminescentes de alta intensidade, gap de energia largo de 9,5 eV e baixo número atômico efetivo de 8,5 (PRÓKIC, 1980; OLIVEIRA et al., 2016; YUKIHARA et al., 2022).

Este material se cristaliza no sistema ortorrômbico, tem baixa simetria e pertence ao grupo espacial $Pbca$ (D_{2h}). Sua célula unitária é formada por 96 átomos distribuídos em grupamentos de $(B_4O_9)^{6-}$ ligados a três íons de Mg^{2+} cada. Nesse grupo atômico, os sítios de B^{4+} não são equivalentes, podendo ter coordenação tetraédrica ou triangular, que apresentam diferentes comprimentos de ligação entre o átomo de boro e oxigênio (B-O). A Figura 14 mostra a célula unitária do tetraborato de magnésio, o grupamento de $(B_4O_9)^{6-}$ e a coordenação tetraédrica e triangular (OLIVEIRA et al., 2016).



Fonte: Adaptado de Oliveira et al., (2016).

A partir do diagrama de fases do sistema B_2O_3 - MgO mostrado na Figura 15, é possível observar que pode ocorrer a formação de diversas fases a depender da temperatura de síntese e da relação mássica entre as fases terminais. As possíveis fases previstas são o MgB_4O_7 (chamada de MB_2), o $Mg_3B_2O_6$ (chamada de M_3B) e o $Mg_2B_2O_5$ (chamada de M_2B) (MUTLUER et al., 1975).

Figura 15 - Diagrama de fases do sistema B₂O₃ – MgO.

Fonte: Adaptado de Mutluer et al., (1975).

O interesse deste trabalho é a formação da fase do tetraborato de magnésio (MB_2), que é uma fase intermediária, ordenada e estável até a temperatura ambiente. A sua formação ocorre na proporção mássica de 22,45 % de MgO e 77,55 % de B_2O_3 até a temperatura de 1000 °C. Nesta região pode ocorrer a coexistência de fases, sendo: fase líquida + MB_2 para quantidades de MgO menores que 22,45 % e MB_2 + M_2B para quantidades de MgO maiores que 22,45 % e menores que 53,65 %. Para temperaturas acima de 1000 °C, ocorre o processo fusão do material, em que o composto se transforma do estado sólido para o estado líquido, e, logo em seguida, se solidifica e se transforma em uma fase vítrea (MUTLUER et al., 1975).

Para aplicações dosimétricas é necessária uma dopagem com íons terras raras e codopagem com íons de lítio, sódio ou potássio. Estes íons são inseridos na própria matriz e são essenciais para o fenômeno da luminescência opticamente estimulada.

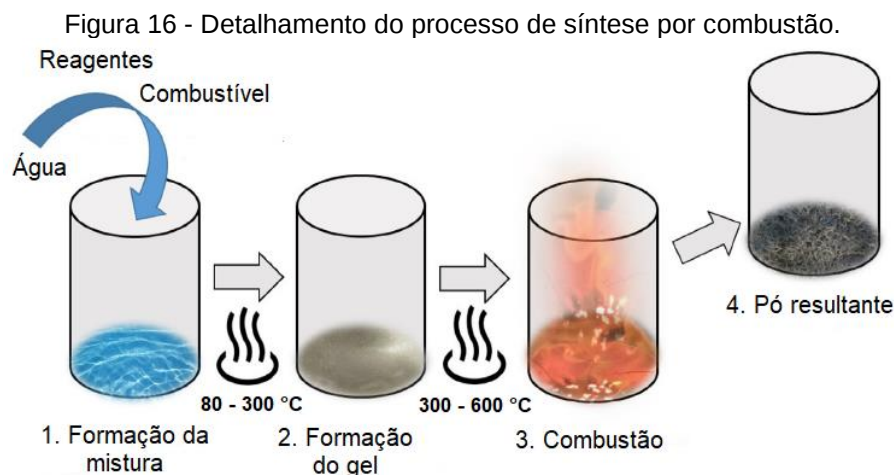
Batista et al., (2023) estudaram o efeito da presença dos íons Ce^{3+} e Li^+ na luminescência e na formação da matriz do tetraborato de magnésio. Eles elencaram que, quando a matriz está dopada apenas com o íon cério ($\text{MBO}:\text{Ce}^{3+}$), este íon entra na matriz formando defeitos intersticiais, atraindo ânions de oxigênio. Mas, quando a matriz é dopada com Ce^{3+} e codopada com Li^+ , a entrada ocorre de forma substitucional entre os íons de Mg^{2+} e Ce^{3+} , Li^+ , isso ocorre porque o íon lítio favorece

a inserção do íon cério na matriz e promove a diminuição da concentração de centros de cor. Ainda neste trabalho, os autores destacam que a concentração de Li^+ (~10 %) é relativamente maior do que o Ce^{3+} (~0,3%), porém nem toda quantidade de lítio é incorporada na matriz e que, nestas quantidades, não há indícios de distorção da estrutura cristalina e não se observa a formação de outras fases cristalinas devido à alta quantidade do íon lítio.

2.3.3 Síntese por combustão

O MgB_4O_7 pode ser produzido por diversos métodos de síntese, tais como: estado sólido, método sol-gel, método Pechini e combustão. Porém, atualmente, o processo de combustão se mostra promissor, devido a vantagens como: produção de materiais com alta sensibilidade a radiação ionizante, rapidez e simplicidade do método, requerer estrutura laboratorial simples e baixo custo. Entretanto, apresenta como desvantagens a utilização de material combustível e, geralmente, requer tratamentos térmicos a altas temperaturas, isso porque o combustível pode trazer resquícios de sua decomposição térmica ao material e afetar sua resposta luminescente (PATIL et al., 2002; NOVITSKAYA et al., 2020).

O método da combustão ou síntese autopropagante é definida como uma reação redox exotérmica entre agentes redutores (combustível orgânico) e agentes oxidantes (nitratos), que tem como base os princípios da termoquímica e da química dos explosivos e propelentes (SOUSA et al., 1999). Esta técnica é utilizada para produção de óxidos, fluoretos, sulfatos e boratos com aplicações como sensores de radiação ionizante (PATIL et al., 2002). Este método consiste em homogeneizar os reagentes e o material combustível em água, redução do volume da solução (formação do gel), seguido do processo de combustão a temperaturas na faixa de 300 – 600 °C, onde ocorre a produção dos óxidos (Figura 16). Porém, em alguns casos, é necessário a utilização de processos de calcinação com o intuito de eliminar resquício de matéria orgânica e aumentar a cristalinidade do composto (DEGANELLO et al., 2018; NOVITSKAYA et al., 2020).



Fonte: Adaptado de Deganello et al., (2014).

Carlos et al., (2020) mostraram os parâmetros para controlar as características do pó produzido na síntese por combustão. Segundo os autores, o tipo de combustível, proporção de combustível e agente oxidante, tipo de precursores, pH e temperatura e tipo de ignição são variáveis que afetam o processo de combustão.

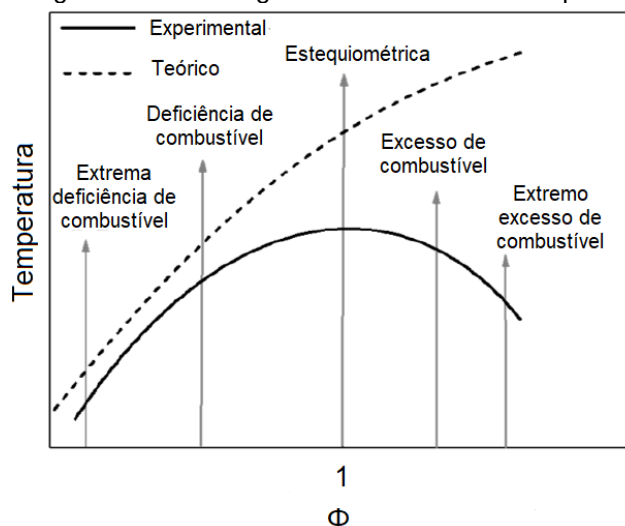
O material combustível tem como papel principal ser o agente redutor no processo reacional, fornecendo energia para que a reação ocorra. Além disso, ele também atua como um agente complexante, impedindo que os íons metálicos sofram precipitação, garantindo a homogeneidade no processo. O tamanho da cadeia molecular, a valência e a reatividade dos grupos funcionais são pontos importantes a serem estudados no processo de escolha do combustível para síntese (CARLOS et al., 2020). Isso porque a quantidade de gases liberados aumenta com o aumento da cadeia molecular, podendo afetar o tamanho dos grãos cristalinos e dos aglomerados, pois a liberação de gases é uma forma de retirar calor do sistema, que tem como consequência a diminuição da temperatura. A composição dos gases liberados depende da composição molecular do combustível, porém, na maioria dos casos, os gases liberados são nitrogênio (N_2), dióxido de carbono (CO_2) e vapor de água (H_2O). A valência do combustível está relacionada com o poder de redução e a reatividade com a facilidade do material combustível em reagir (DEGANELLO et al., 2018; NOVITSKAYA et al., 2020).

Diversos combustíveis podem ser utilizados na síntese por combustão, mas para produção de materiais com aplicações dosimétricas os comumente usados são a glicina e ureia. Quando se trata da produção de MgB_4O_7 , a ureia demonstra um bom desempenho como material combustível devido a produção da fase cristalina de

interesse, baixo custo e por suas respostas luminescentes intensas (BARROS, 2005; YUKIHARA et al., 2014b).

Jain et al., (1981) mostraram que a proporção entre o agente redutor e o agente oxidante, Φ , influencia na quantidade de calor fornecida durante o processo de síntese, como mostra a Figura 17.

Figura 17 - Relação entre agente redutor e agente oxidante com a temperatura atingida no processo.



Fonte: Adaptado de Carlos et al., (2020).

A diferença entre a temperatura experimental e a teórica ocorre porque o processo de combustão é considerado como adiabático. Porém, experimentalmente, ocorre troca de massa e calor com o ambiente. Devido a isto, a proporção entre agente redutor e agente oxidante que produz o maior fornecimento de energia para o processo é na condição de $\Phi = 1$, o processo de combustão estequiométrico (VARMA et al., 2016; CARLOS et al., 2020). O parâmetro Φ é definido como mostra a Equação 4.

$$\Phi = \frac{\sum n^{\circ} \text{ de mols do combustível} \times \text{valência do combustível}}{(-1) \sum n^{\circ} \text{ de mols dos agentes oxidantes} \times \text{valência do agente oxidante}} \quad (\text{Eq. 4})$$

Este parâmetro define o tipo de combustão que ocorre durante o processo, sendo $\Phi < 1$ rica em combustível, $\Phi > 1$ pobre em combustível e $\Phi = 1$ combustão estequiométrica.

Quanto aos precursores, os nitratos metálicos são os comumente usados devido a sua alta solubilidade em água, versatilidade (redutores, oxidantes ou neutros)

e baixa temperatura de decomposição quando comparados com os precursores a base de cloretos e acetatos. Em relação ao pH, quando o nitrato metálico entra em contato com a água ocorre reações de hidrólise, modificando o estado de oxidação do íon metálico, o que afeta a forma de interação entre o combustível e o metal e, por consequência, a morfologia do produto formado. Quanto ao tipo de ignição, o forno ou chapa de aquecimento podem ser usadas como fonte de calor. A chapa apresenta a desvantagem de não ter o calor distribuído de forma uniforme durante o processo. Porém, é vantajoso usá-la quando o material a ser produzido é em forma de filmes finos. Já o forno apresenta a vantagem da distribuição de calor uniforme e possibilidade de ocorrer a combustão violenta como desvantagens (CARLOS et al., 2020).

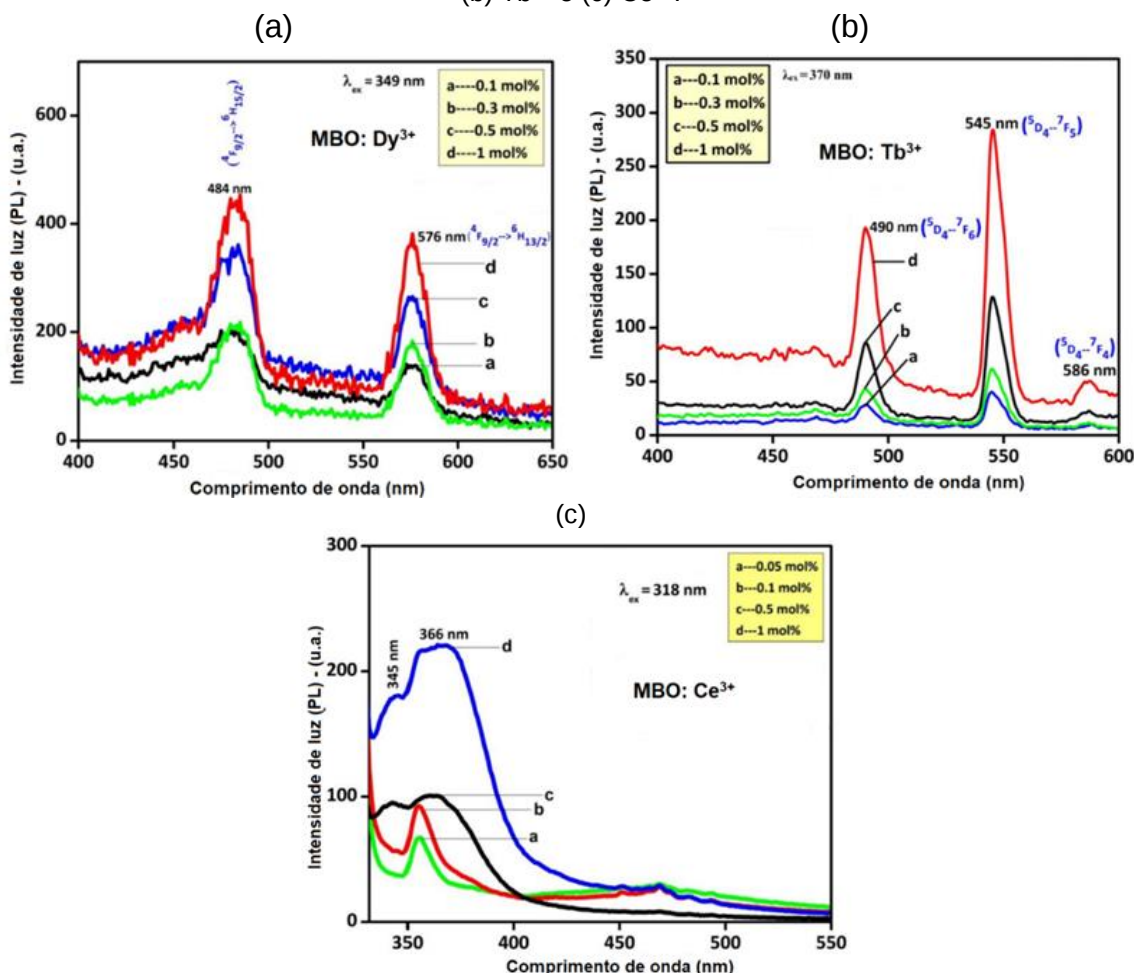
2.3.4 Propriedades luminescentes do MBO:Ce^{3+} , Li^+

As características dos materiais luminescentes são pontos importantes para sua aplicação na dosimetria. É a partir destas características que os equipamentos de leitura luminescente podem ser adaptados para otimizar a coleta do sinal emitido pela amostra. Geralmente, o material dosimétrico sintético não exibe sinal luminescente intenso quando são produzidos sem a adição de dopantes. Porém, quando dopados com íons de terras raras (Dy^{3+} , Ce^{3+} , Tb^{3+}) ou metais de transição (Ag^+ , Cu^{2+}) apresentam intenso sinal luminescente (YUKIHARA et al., 2014b). O comprimento de onda de emissão deste sinal luminescente é uma das características importantes para otimizar a leitura.

Oza et al., (2022) estudaram a resposta luminescente do MgB_4O_7 dopado com íons de Dy^{3+} , Tb^{3+} e Ce^{3+} . Neste trabalho, os autores mostraram o espectro de emissão de luz por fotoluminescência (PL) limitado a faixa de 400 a 650 nm, excitados com comprimento de onda na região do ultravioleta, para amostras de MgB_4O_7 dopado com aquelas terras raras. Para a amostra de tetraborato de magnésio dopada com Dy^{3+} (Figura 18a) os principais picos de emissão luminescente foram: um localizado a 484 nm, que está relacionado com a transição dos orbitais $^4\text{F}_{9/2} - ^6\text{H}_{15/2}$, e outro a 576 nm, que corresponde a transição dos orbitais $^4\text{F}_{9/2} - ^6\text{H}_{13/2}$. Para a amostra dopada com Tb^{3+} (Figura 18b), as principais linhas de emissão luminescente foram: 490 nm, 545 nm e 586 nm, a primeira relacionada com a transição do orbital $^5\text{D}_4 - ^7\text{F}_6$, a segunda com a transição dos orbitais $^5\text{D}_4 - ^7\text{F}_5$ e a terceira com as transições dos

orbitais $^5D_4 - ^7F_4$. Em relação a amostra dopada com Ce^{3+} (Figura 18c), as linhas de emissão luminescentes observadas foram 345 nm e 366 nm, correspondentes as transições dos orbitais $5d \rightarrow 4f$ (OZA et al., 2022).

Figura 18 - Espectro de emissão fotoluminescente do tetraborato de magnésio dopado com (a) Dy^{3+} , (b) Tb^{3+} e (c) Ce^{3+} .

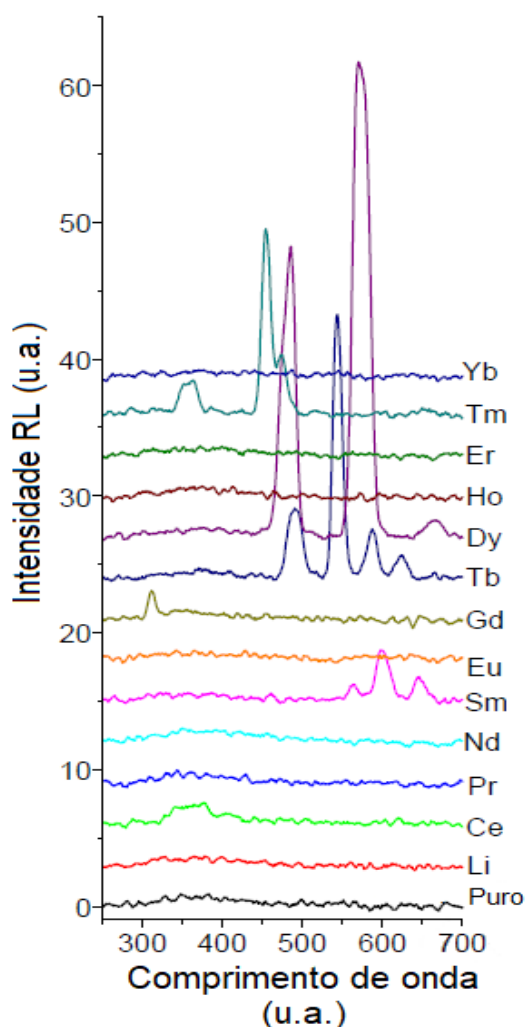


Fonte: Adaptado de Oza et al., (2022).

A dopagem do material pode ser melhorada utilizando íons que atuam como codopante. Yukihiro et al., (2014b) mostraram o potencial de alguns íons de metais alcalinos como lítio (Li^+), sódio (Na^+) e potássio (K^+) em atuar como codopante na luminescência do MgB_4O_7 dopado com terras raras (dopante), aumentando a intensidade de luz emitida. Neste trabalho, o maior aumento foi observado quando utilizaram do lítio como codopante para todas as terras raras usadas. Segundo os autores, os íons dos metais alcalinos atuam como compensadores de carga, facilitando a incorporação da terra rara nos sítios do Mg^{2+} , e essa atuação diminui com o aumento do raio iônico (Raio iônico: $Li^+ < Na^+ < K^+$) A Figura 19 mostra o espectro

luminescente por radioluminescência para o MgB_4O_7 dopado com diversas terras raras e codopado com 1 mol % de lítio.

Figura 19 - Espectro de emissão radioluminescente do MgB_4O_7 puro e dopado com diversas terras raras e codopado com 1 mol % de lítio.



Fonte: Adaptado de Yukihiro et al., (2014b).

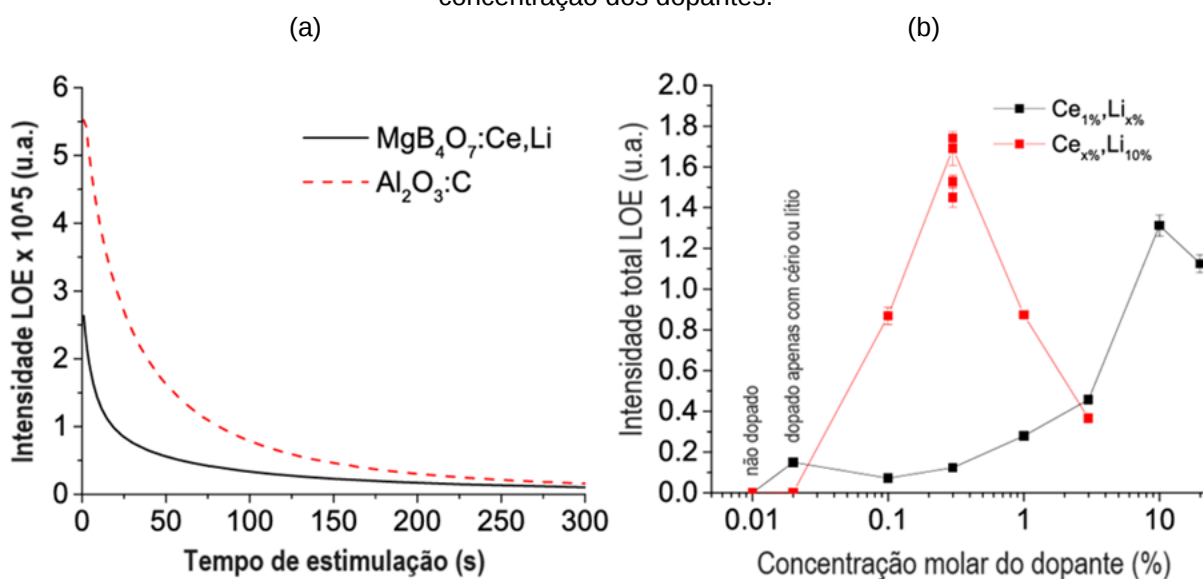
Com base na Figura 19, se observa que o MgB_4O_7 não dopado, basicamente, não apresenta linhas de emissão de luz e esta matriz dopada apenas com lítio também não apresenta luminescência intensa. Além disso, é importante destacar que a utilização do Li^+ como codopante não atua modificando as linhas de emissão de luz da terra rara, mas intensificando a emissão de luz (YUKIHARA et al., 2014b).

Dentre estas possibilidades de dopagem, $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$ mostra resultados promissores para luminescência opticamente estimulada como mostra Yukihiro et al., (2017). Os autores produziram as amostras por combustão, analisaram o sinal OSL,

otimizaram a concentração de dopantes e estudaram as propriedades dosimétricas do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$. Eles utilizaram uma fonte de $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ (beta) e estimularam a amostra com LEDs na região do verde com 525 nm e potência de $\sim 10\text{mW}/\text{cm}^2$ com o filtro de detecção Hoya U-340 com transmissão na faixa de 290 – 390 nm. O decaimento OSL do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$ e do material dosimétrico comercial (Al_2O_3) está mostrado na Figura 20a. O sinal OSL do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$ é, aproximadamente, 50 % do sinal do Al_2O_3 . Apesar disso, os autores destacam o intenso sinal OSL e a menor dose mensurável de 0,9 mGy, o que se mostra suficiente para aplicações dosimétricas em radioterapia e altas doses, mas ainda deve ser melhorado para baixas doses.

Para otimizar o sinal OSL, os autores estudaram diferentes concentrações de Ce^{3+} e Li^+ , os resultados obtidos estão mostrados na Figura 20b.

Figura 20 - Comparação (a) do sinal OSL do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$ e Al_2O_3 e (b) otimização da concentração dos dopantes.



Fonte: Adaptado de Yukihiro et al., (2017).

Quando o MgB_4O_7 é produzido sem dopantes, $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+}$ ou $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Li}^+$ não apresenta sinal OSL quando comparado com o $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$. Yukihiro et al., (2016), inicialmente, fixaram a concentração de cério em 1 % e variaram a concentração de lítio, tendo como resultado inicial a concentração ótima de lítio de 10 %. Em seguida, a concentração de lítio foi fixada em 10 % e a concentração de cério foi variada, tendo como concentração ótima 0,3 % de cério. Nestas condições, a reprodutibilidade da produção do $\text{MgB}_4\text{O}_7:0,3\% \text{Ce}^{3+} 10\% \text{Li}^+$ foi estimada em 10 % com base 3 repetições da síntese. Ainda neste trabalho, os autores mostraram uma

ampla faixa de linearidade do sinal OSL com a dose absorvida de 0,5 Gy até 100 Gy, sublinearidade a partir de 100 Gy e não ocorreu a saturação do sinal para valores de dose até 800 Gy. Para o estudo de estabilidade da resposta OSL, o material mostrou uma perda de sinal de 10 - 15 % em 140 horas (~ 6 dias).

3 METODOLOGIA

Este tópico aborda a produção do tetraborato de magnésio, a caracterização da estrutura cristalina das amostras e os estudos voltados a caracterização luminescente, dosimétrica e a aplicação no processo de irradiação de insetos.

3.1 SÍNTESE DO MBO: 0,3% mol Ce^{3+} 10 % mol Li^+

As amostras foram produzidas a partir do método da combustão em solução, em que foi usada a ureia como material combustível, o íon cério (Ce^{3+}) como dopante da matriz a 0,3% molar e o íon de lítio (Li^+) como codopante da matriz a 10% molar, sendo essas concentrações molares relativas ao número de moles de íons de magnésio (Mg^{2+}). Este tipo de combustível, concentrações (dopante e codopante) e condições do processo produtivo foram adotados como condições ótimas de produção com base no trabalho desenvolvido por Yukihiro et al., (2017).

Os reagentes utilizados para a produção do MgB_4O_7 : 0,3% Ce^{3+} 10% Li^+ estão mostrados na Tabela 1. Em relação as massas dos reagentes, considerou-se a condição estequiométrica de $\phi = 1$, como descrito por Carlos et al., (2020).

Tabela 1 - Marca, pureza e massa dos reagentes usados.

Reagentes	Marca	Pureza	Massa (g)
$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Dinâmica	98 %	7,0853
H_3BO_3	Moderna	98,5 %	7,6120
$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	Neon	98 %	2,9364

Para a dopagem com 0,3% molar Ce^{3+} e codopagem com 10% molar do Li^+ , foi calculado o número de moles de cada, relativo ao número de moles de Mg^{2+} . A Tabela 2 mostra as especificações e massas dos reagentes utilizados.

Tabela 2 - Marca, pureza, concentração e massas dos reagentes usados.

Reagentes	Marca	Pureza	Concentração molar (mol / mol)	Massa (g)
$\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Aldrich	99 %	0,3 %	0,0430
LiNO_3	Sigma	98 %	10 %	0,2140

A produção do tetraborato de magnésio foi feita em três etapas, conforme mostra a Figura 21. A primeira etapa consiste na pesagem e mistura dos reagentes em um béquer com 150 mL de água deionizada. Após isso, o béquer foi colocado em um agitador magnético com aquecimento a 300 °C sob agitação constante durante 2 horas. A segunda etapa consistiu em inserir o béquer no forno (EDG equipamentos 3P-S 3000) a 450 °C por 30 min. para realização do processo de combustão, onde resfriou lentamente no interior do mesmo até temperatura ambiente (~30 °C). Na terceira etapa, o produto sólido da combustão foi desagregado e submetido a sinterização no forno (EDG equipamentos FE 1700) a 900 °C por 4 horas, onde resfriou lentamente no interior do forno até temperatura ambiente.

Figura 21 - Etapas de produção do tetraborato de magnésio por combustão.



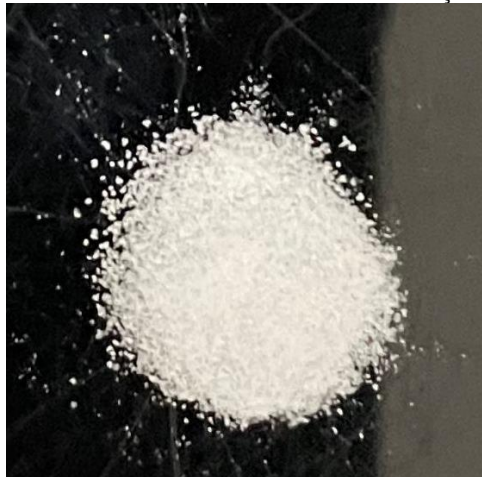
Fonte: Autor (2024).

Após o resfriamento, o pó foi macerado, peneirado e separado em dois tipos de granulometria: grãos menores que 75 μm e grãos entre 75 μm e 150 μm . O primeiro tipo foi destinado ao estudo de difração de raios X e o segundo tipo a produção de pastilhas. Para as pastilhas, aferiu-se 26,4 mg de amostra e 6,6 mg de Teflon® (Dupont), que atua como aglutinante. Após isso, os pós foram homogeneizados no misturador. Em seguida, essa mistura sólida foi compactada numa prensa hidráulica com 1 tonelada durante 1 min. com um pastilhador de diâmetro de 4 mm, produzindo ao total 50 pastilhas com massa média por volta de 33 mg, 4 mm de diâmetro e 3 mm de espessura. Por fim, todas as pastilhas foram tratadas termicamente no forno do tipo mufla (Quimis) a 400 °C por 30 min. com resfriamento lento.

3.2 CARACTERIZAÇÃO DA ESTRUTURA CRISTALINA DO MBO

A técnica de difração de raios X foi usada com o objetivo de verificar as fases cristalinas formadas durante a síntese do tetraborato de magnésio dopado com cério e codopado com lítio. A Figura 22 mostra o pó produzido e submetido ao DRX.

Figura 22 - Pó produzido e submetido a técnica de difração de raios X.



Fonte: Autor (2024).

Em relação às condições experimentais, foi usado o equipamento Bruker D2 PHASER com as seguintes condições de medida: voltagem 30 kV; corrente: 10 mA; potência de 300 W; radiação = Cu-K α ; detector Bruker-AXS-Lynxeye. A faixa de varredura utilizada foi de 15 ° a 55 °, com passo do goniômetro de 0,02019 ° e rotação constante de amostra de 10 rpm. A abertura da fenda primária foi de 0,4 mm e o tempo de contagem por passo de 0,5 segundo. O processo de indexação foi feito com o software DIFFRAC.EVA, utilizando o banco de dados Powder Diffraction File (PDF).

3.3 EQUIPAMENTOS OSL/TL E ESPECIFICAÇÕES DO IRRADIADOR

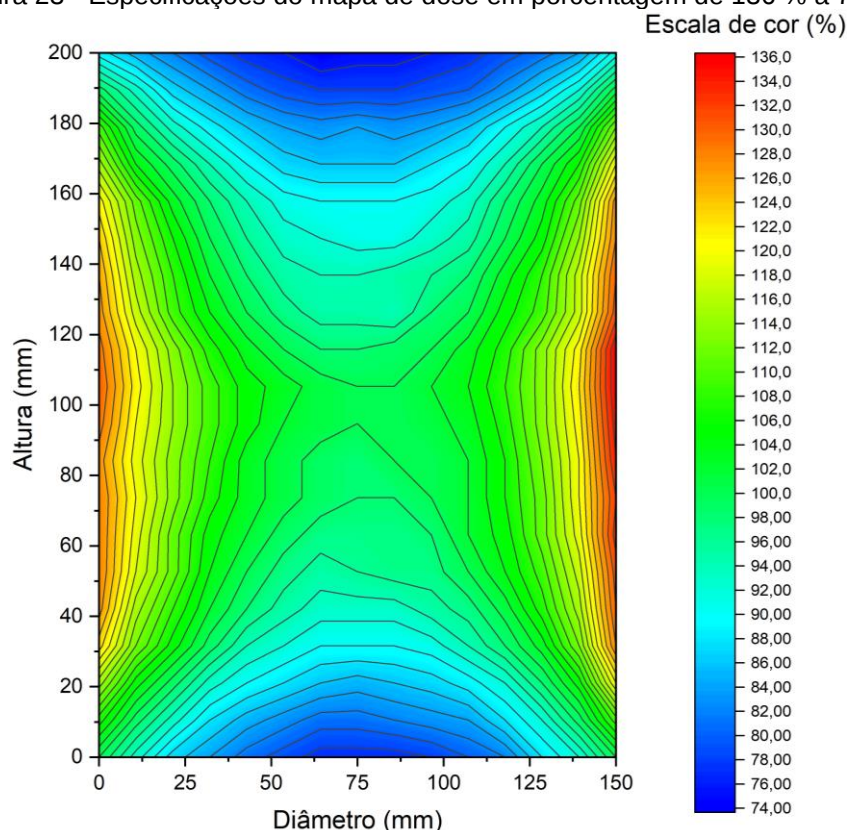
A leitora Lexsyg Smart da Freiberg Instruments foi utilizada no estudo das curvas de emissão TL e TL residual. Esta leitora TL/OSL automatizada possui uma fonte interna de estrôncio-90 e ítrio-90 (Sr⁹⁰/Y⁹⁰ – taxa de dose ~ 48 mGy/s em 2023) com fotomultiplicadora bialcalina H7360-02 da Hamamatsu. A faixa de eficiência desta fotomultiplicadora é de 300 – 650 nm com máxima eficiência em 420 nm. As medidas TL foram feitas com taxa de aquecimento de 2 °C/s e na faixa de temperatura de 25

– 350 °C. O conjunto de filtros TL usado foi o WideBandBlue (BG 39 + BG 25 + KG 3), com transmissão centrada em 400 nm e faixa de transmissão de 320 – 500 nm. Para as medidas BSL, foi usado LEDs de estimulação centrados em 458 nm com potência de 80 mW/cm² durante 120 segundos. O conjunto de filtros para BSL foi o BlueOSL – 330 nm (U340 + HC 340/26) com transmissão centrada em 330 nm e faixa de transmissão de 320 – 360 nm. Para as medidas IRSL, foi usado LEDs de estimulação centrado em 850 nm com potência de 250 mW/cm² durante 120 segundos. O conjunto de filtros para IRSL foi o mesmo usado para TL: WideBandBlue.

O equipamento OSL utilizado neste trabalho foi a Lumideteck3000 série 201804 fabricado pela startup RADinstruments do Grupo de Dosimetria e Instrumentação Nuclear (GDOIN). Este equipamento lê uma pastilha por vez, apresenta placa de aquecimento até 250 °C para medidas OSL termicamente assistida e permite dois tipos de estimulação óptica: na região do azul (BSL) e do infravermelho (IRSL), ambas em modo contínuo. O arranjo usado para leituras BSL foi formado por LEDs de alto brilho com estimulação centrada em 470 nm e potência máxima de ~ 80 mW/cm². O filtro de corte usado foi o PU-11 (equivalente ao U-340) com diâmetro de 30 mm e 5 mm de espessura do fabricante Proteon, que tem transmissão passa banda estreita (275 – 375 nm) centrado em 340 nm. O arranjo usado para leituras IRSL foi formado por LEDs de alto brilho com estimulação centrada em 850 nm e potência máxima de ~ 250 mW/cm². O filtro de corte usado foi o BG39 com 30 mm de diâmetro e 5 mm de espessura do fabricante Proteon, que tem transmissão passa banda larga (300 – 600 nm) centrado em 500 nm. A coleta do sinal luminescente foi feita por uma fotomultiplicadora bialcalina EMI 9924B com eficiência quântica entre 300 e 650 nm com máximo na região do azul.

Para todos os outros estudos, o irradiador utilizado foi o da MDS Nordion Gammacell 220 Excell GG220E com taxa de dose de 1,070 kGy/h. Ele é dotado de varetas de Co⁶⁰, que emitem raios gama, posicionadas de forma cilíndrica no interior do irradiador. A Figura 23 mostra o mapa de dose deste irradiador em porcentagem. O mapa de dose é uma seção vertical do volume do irradiador com dimensões de 150 mm de diâmetro e 200 mm de altura. A Figura 23 mostra que no centro do irradiador 100 % da dose é fornecida ao objeto, porém, ao se distanciar do centro, esta dose varia positiva e negativamente de 136 % a 74 % da dose nominal a depender da posição de irradiação.

Figura 23 - Especificações do mapa de dose em porcentagem de 136 % a 74 %.



Fonte: Autor (2024).

3.4 CARACTERIZAÇÃO LUMINESCENTE DO MBO: 0,3% Ce³⁺ 10% Li⁺

A caracterização luminescente do MgB₄O₇: 0,3% Ce³⁺ 10% Li⁺ foi feita através do espectro de luz emitido durante a TL com o intuito de verificar os comprimentos de onda da luz emitida pela amostra e, por meio deste resultado, adequar a instrumentação OSL para otimizar a coleta de sinal OSL. O espectro de emissão TL do tetraborato de MgB₄O₇: 0,3% Ce³⁺ 10% Li⁺ foi feito no Ocean Optics QE Pro. Ele apresenta sensibilidade na faixa do ultravioleta (UV) até a região do infravermelho (IV). O equipamento tem uma fibra de espectrômetro CCD óptico de classe Buffer integrado e desempenho TEC. A sua taxa de aquecimento é de 5 °C por segundo com resfriador termoeletrônico.

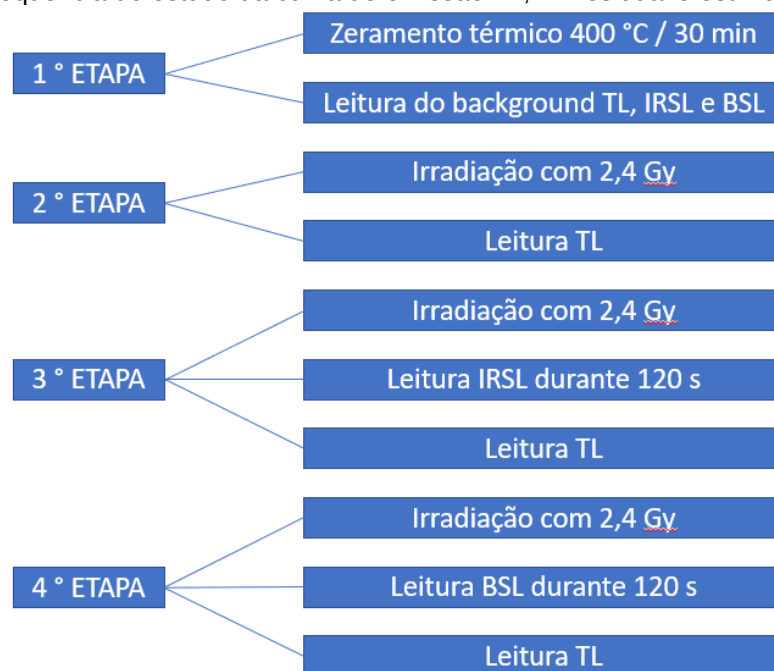
3.5 CARACTERIZAÇÃO DOSIMÉTRICA DO MBO: 0,3% Ce³⁺ 10% Li⁺

Na caracterização dosimétrica do MgB₄O₇: 0,3% Ce³⁺ 10% Li⁺ os parâmetros avaliados foram: desvanecimento de sinal OSL, reprodutibilidade OSL, definição do

coeficiente de sensibilidade OSL e curva de resposta dose. Todos estes parâmetros foram estudados no equipamento OSL, usando o irradiador de Co^{60} e a cada ciclo de irradiação as pastilhas foram zeradas termicamente no forno tipo mufla (Quimis) à 400 °C por 30 min.

O estudo das estimulações ópticas (IRSL e BSL), curva de emissão TL, TL residual (curva emissão TL após estímulos de luz) foi realizado na Lexsyg Smart devido a maior praticidade e a própria leitora realizar tanto medidas TL quanto OSL. O intuito foi observar o formato da curva de emissão TL, os picos TL que as estimulações ópticas apagavam e o formato das respostas opticamente estimuladas IRSL e BSL. Este estudo foi desenvolvido segundo a Figura 24 abaixo:

Figura 24 - Sequência do estudo da curva de emissão TL, TL residual e estimulações ópticas.



Fonte: Autor (2024).

Além disso, as curvas de emissão TL obtidas neste estudo foram utilizadas para realizar a deconvolução termoluminescente dos picos a fim de observar a quantidade de picos, definir os parâmetros de energia de ativação, temperatura de intensidade máxima, área dos picos TL e intensidade máxima do pico. Essa deconvolução foi feita de forma computacional com o auxílio do software GlowFit, que pode ser baixado de forma gratuita no endereço eletrônico:

<http://www.ifj.edu.pl/dept/no5/nz58/deconvolution.htm>

3.5.1 Desvanecimento do sinal OSL (Fading)

O estudo do fading foi realizado a partir da irradiação de um grupo de pastilhas de MgB_4O_7 : 0,3% Ce^{3+} 10% Li^+ com uma dose fixa de 50 Gy. As amostras foram irradiadas e submetidas a leitura OSL com diferentes tempos entre irradiação e leitura, a fim de verificar a estabilidade do sinal, com destaque que todo o processo de irradiação foi repetido para cada tempo entre irradiação e leitura OSL. Este desvanecimento de sinal foi avaliado durante horas, dias, semanas e até meses. Os tempos de desvanecimento estudados foram: 0 h, 2 h, 4 h, 1 dia, 2 dias, 3 dias, 4 dias, 5 dias, 1 semana, 2 semanas, 3 semanas e 1 mês. Para cada tempo foi avaliado o sinal OSL de três pastilhas e o background também foi avaliado por 3 pastilhas.

3.5.2 Reprodutibilidade da resposta OSL

A reprodutibilidade do sinal OSL foi feita com um total de 50 pastilhas e com uma dose fixa de 30 Gy. As 50 pastilhas foram irradiadas, guardadas no escuro durante 24 horas e, em seguida, lidas no equipamento OSL. A partir disso, foram feitos 3 ciclos de irradiação e a cada ciclo o background de cada pastilha foi lido. Com isto, foi possível avaliar a variação das pastilhas com base na média, desvio padrão do lote e coeficiente de variação (C.V.).

Além disso, foi definido o coeficiente sensibilidade individual (ECC), tendo como base a leitura OSL de 3 ciclos de uma pastilha de referência, e foi estimado segundo a Equação 5.

$$\text{ECC} = \frac{\text{Média de 3 leituras LOE da pastilha de referência}}{\text{Média de 3 leituras LOE da pastilha a ser corrigida}} \quad (\text{Eq. 5})$$

O critério de eliminação foi estabelecido com base nas três medidas individuais de cada pastilha, não sendo aceito as pastilhas que apresentaram C.V. individual maior que 10 %. Assim, cada pastilha apresentou seu coeficiente de sensibilidade e este foi usado para todas as medidas subsequentes, tendo todos os resultados corrigidos pelo coeficiente de sensibilidade.

3.5.3 Curva de resposta dose

Para a curva de resposta dose no ar, foram realizadas irradiações com diferentes doses na faixa de 5 mGy até 250 Gy. A irradiação foi feita em um eppendorf com três pastilhas acoplado em um suporte de buildup de PMMA para garantir o equilíbrio eletrônico. Após a irradiação, as amostras foram guardadas no escuro durante 24 horas e, em seguida, submetidas a leitura OSL. Importante destacar que para cada dose foram usadas 3 pastilhas e cada resposta foi corrigida pelo ECC. A cada dose o *background* foi medido por 3 pastilhas. Com estes dados foi proposto um modelo de regressão linear que descreve a relação entre a dose absorvida e a área da resposta OSL até 10 s de estimulação.

A partir desta relação, foi definido a mínima dose mensurável (MDM) e a região de linearidade do $\text{MgB}_4\text{O}_7: 0,3\% \text{ Ce}^{3+} 10\% \text{ Li}^+$. A MDM foi calculada segundo a Equação 6, em que σ é o desvio padrão do *background* das pastilhas.

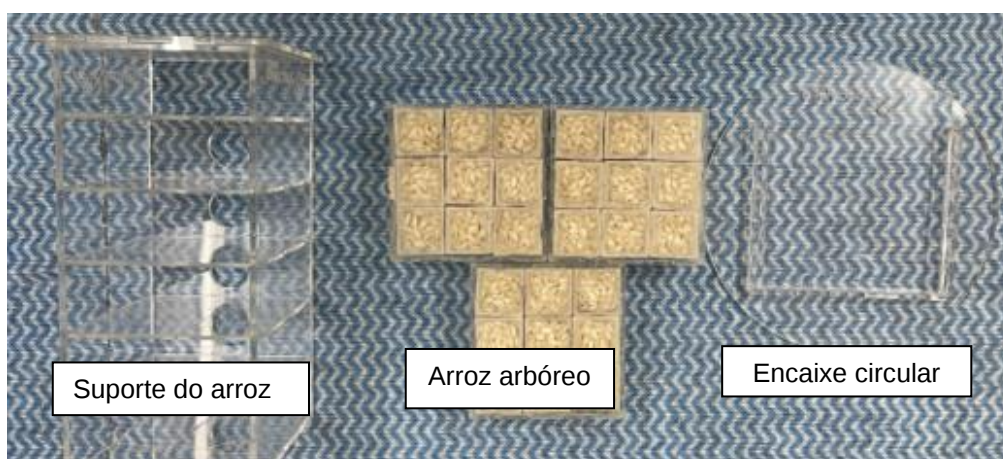
$$\text{MDM} = \text{Média do } background + 3 * \sigma \quad (\text{Eq. 6})$$

A relação de estimar a menor dose mensurável por três vezes o desvio padrão do background foi definida de acordo com a metodologia de Yukihiro et al., (2017).

3.6 APLICAÇÃO DO SISTEMA DOSIMÉTRICO NO SIT

Após a caracterização dosimétrica, estas pastilhas foram utilizadas na simulação da irradiação de insetos a fim de avaliar a aplicação do $\text{MgB}_4\text{O}_7: 0,3\% \text{ Ce}^{3+} 10\% \text{ Li}^+$ para dosimetria da técnica SIT. Nesta simulação, foi usado um protótipo de PMMA para irradiação de insetos, composto por um suporte, um encaixe circular e um conjunto de gavetas contendo arroz do tipo arbóreo. O arroz arbóreo, neste estudo, foi utilizado para simular a presença dos mosquitos devido à similaridade entre a densidade deste tipo de arroz e a de mosquitos *Aedes Aegypti*. A Figura 25 mostra o protótipo de irradiação.

Figura 25 - Protótipo de irradiação de mosquitos.



Fonte: Autor (2024).

O arroz arbóreo foi distribuído em três gavetas, sendo que cada delas apresentava 9 áreas, chamadas de L1, L2, L3, L4, L5, L6, L7, L8 e L9. Estas gavetas foram encaixadas uma sobre a outra no suporte de PMMA. E no topo foi posicionada uma placa contendo as especificações das áreas, conforme mostra a Figura 26.

Figura 26 - Vista superior das regiões de medição de dose absorvida: (a) modelo e (b) prática.



Fonte: Autor (2024).

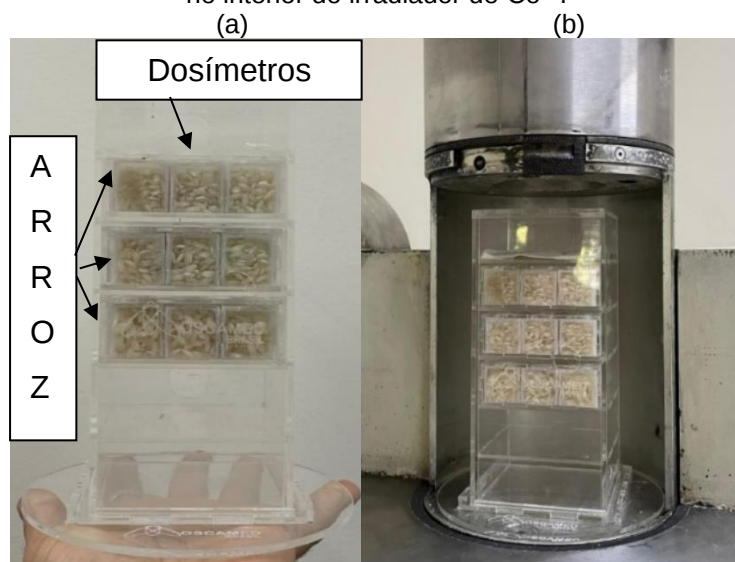
Dentro de cada área (L), foram posicionados duas pastilhas de alanina, considerado o dosímetro de referência para este estudo. Essas pastilhas foram produzidas com 90 % de alanina (VETEC) e 10 % de aglutinante (Teflon@ - Dupont),

apresentaram massa média de $(38,23 \pm 0,14)$ mg, 4 mm de diâmetro e foram encapsuladas em badges plásticos transparentes, totalizando 18 pastilhas.

Quanto ao $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$, foram posicionadas quatro pastilhas por posição no protótipo, totalizando 36 pastilhas. Estas pastilhas apresentaram massa média de $(32,3 \pm 3,1)$ mg, 4 mm de diâmetro e foram encapsuladas em badges plásticos pretos.

Assim, o protótipo foi montado como mostra a Figura 27a. Em seguida, este conjunto foi irradiado com a dose nominal de 65 Gy em uma fonte de Co^{60} (Figura 27b). Após a irradiação, o protótipo foi armazenado no escuro durante 24 h.

Figura 27 - Arranjo de irradiação: (a) posicionamento do arroz e dos dosímetros e (b) posicionamento no interior do irradiador de Co^{60} .



Fonte: Autor (2024).

Depois disso, a dose absorvida foi estimada através da leitura do sinal EPR das pastilhas de alanina no espectrômetro EPR Bruker modelo Magnettech ESR 5000, operado em banda X, com faixa do campo magnético variando de 320 mT a 360 mT, amplitude de modulação de 0,7 mT, frequência de modulação de 100 kHz e potência de micro-ondas de 10 mW. A amplitude da linha central do espectro foi adotada como resposta do dosímetro. A intensidade do sinal EPR da alanina foi, então, normalizada pela massa de cada pastilha e pela amplitude do sinal EPR do Rubi, que consiste em uma amostra de referência presente no interior da cavidade ressonante.

As pastilhas de $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$ foram lidas na leitora Lumideteck 3000, equipada com estimulação por LEDs na região do azul (BSL) com comprimento de onda centrado em 470 nm e potência de 80 mW/cm^2 durante o tempo de 10 segundos

e com filtro de corte PU-11. O sinal de cada pastilha foi corrigido pelo fator de sensibilidade (ECC). Em relação ao conversão do sinal BSL em dose, os dados da curva de calibração construída foram ajustados de dose no ar para dose em água.

Com esta correção, foi ajustado um novo modelo relacionando dose na água com a área BSL obtido até 10 segundos de estimulação. Assim, através do sinal BSL adquirido das pastilhas e um modelo linear para converter o sinal em dose na água, foi possível estimar a dose em cada um dos pontos avaliados nessa simulação.

O erro percentual da estimativa do MBO: $\text{Ce}^{3+}, \text{Li}^+$ foi calculado adotando a dose estimada pela alanina para cada posição como a dose referência, conforme mostra a Equação 7.

$$\text{Erro (\%)} = \frac{(\bar{D}_{\text{MBO na posição x}} - \bar{D}_{\text{alanina na posição x}})}{\bar{D}_{\text{alanina na posição x}}} \times 100 \quad (\text{Eq. 7})$$

Onde $\bar{D}$ é a dose média estimada em cada posição x do protótipo. Após o cálculo do erro percentual, as doses médias da alanina e do MBO: $\text{Ce}^{3+}, \text{Li}^+$ foram comparadas estatisticamente para cada posição para verificar a equivalência estatística entre as doses estimadas. Para isso, foi usado o teste de hipóteses com o auxílio do teste estatístico t student.

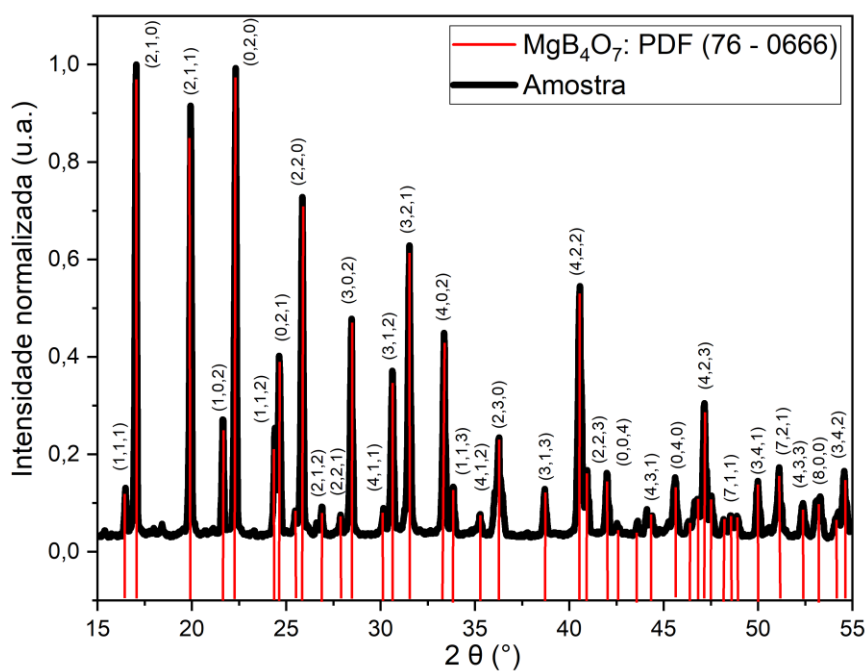
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este tópico aborda os resultados obtidos neste trabalho e as discussões dos estudos desenvolvidos relacionados a produção do material, DRX, caracterizações e aplicação no SIT.

4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A Figura 28 mostra o difratograma obtido da amostra produzida em comparação com o padrão de referência do tetraborato de magnésio no banco de dados PDF.

Figura 28 - Difratograma da amostra produzida e do padrão de MgB_4O_7 (PDF 76-0666).

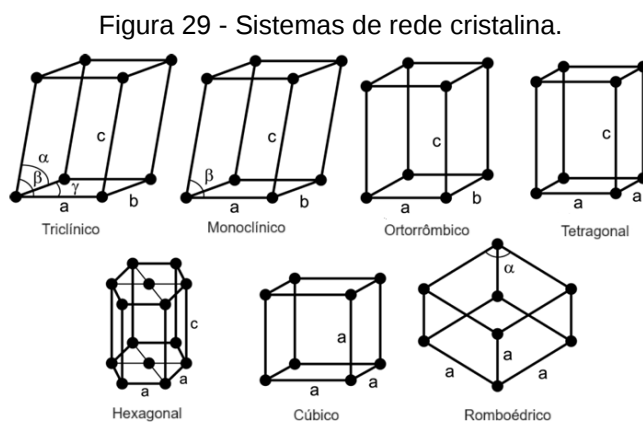


Fonte: Autor (2024).

Pode-se ver que os picos de difração da amostra coincidem com a posição e intensidade dos picos de difração do padrão MgB_4O_7 (PDF 76-0666), o que confirma a produção com sucesso do MgB_4O_7 pelo método da combustão. Os principais picos indexados tiveram os índices de Miller identificados e estão mostrados no difratograma. Estes parâmetros estão relacionados com a orientação de cada plano cristalino presente na amostra (h,k,l). Com base no difratograma, observa-se que o

padrão teórico do tetraborato de magnésio se ajustou adequadamente ao difratograma da amostra indicando que não há indícios de distorção da estrutura cristalina devido a introdução de grandes quantidades de dopantes do cério (0,3 %) e do lítio (10%).

Este perfil de difração está em acordo com o difratograma obtido por Oza et al (2022) e Yukihiro et al., (2014b), que produziram o tetraborato de magnésio. Oza pela rota de estado sólido e Yukihiro pela rota de combustão. Além de confirmar a presença majoritária do tetraborato de magnésio, foi obtido informações sobre o sistema cristalino da amostra. Em que a análise por DRX mostrou que a amostra pertence ao sistema ortorrômbico. Este sistema é um dos 7 sistemas de rede cristalina como mostra a Figura 29.



Fonte: Adaptado de Shirokanev et al., (2016).

Estes parâmetros descrevem a forma de cada estrutura cristalina que os materiais podem assumir. A Tabela 3 mostra o comparativo dos parâmetros de rede cristalinas obtidos nos trabalhos de Oza et al., (2022) e Yukihiro et al., (2014b).

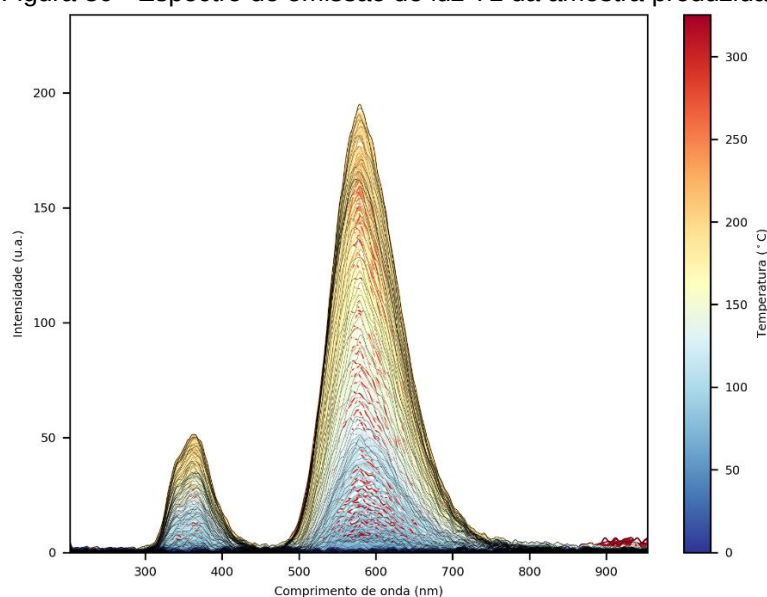
Tabela 3 - Comparativo dos parâmetros da rede cristalina do tetraborato de magnésio.				
Fonte	Síntese	Padrão indexado	Forma	Parâmetros
Oza et al., (2022)	Estado sólido	JCPDS 31-0787	Ortorrômbico	$a = 8,596 \text{ \AA}$, $b = 13,720 \text{ \AA}$, $c = 7,956 \text{ \AA}$.
Yukihiro et al., (2014b)	Combustão	PDF 31-0787	Ortorrômbico	$a = 8,596 \text{ \AA}$, $b = 13,729 \text{ \AA}$, $c = 7,956 \text{ \AA}$

A partir da Tabela 3, observa-se que em ambos trabalhos o sistema ortorrômbico foi formado na rota sua respectiva rota de síntese com parâmetros de rede cristalina semelhantes.

4.2 ESPECTRO DE EMISSÃO DE LUZ TL

A Figura 30 mostra o espectro de emissão de luz TL da amostra produzida. Observa-se dois picos de emissão de luz. O primeiro, de menor intensidade, centrado em 355 nm, porém largo compreendendo a faixa de 300 a 400 nm. E o segundo, de maior intensidade, centrado em 590 nm e largo, compreendendo a faixa de 500 a 700 nm.

Figura 30 - Espectro de emissão de luz TL da amostra produzida.



Fonte: Autor (2024).

O pico de baixa intensidade está associado a emissão de luz do íon terra rara cério (Ce^{3+}), que tem seu comprimento de onda característico centrado em 355 nm, como mostra o trabalho desenvolvido por Yukihiro et al., (2014b) e Gustafson et al., (2019). Quanto as transições responsáveis pela emissão de luz, Yukihiro et al., (2014b) mostrou que a emissão de luz na faixa de 340 a 360 nm é devido a transição do íon cério, $5d \rightarrow 4f$. Estes trabalhos também associam o pico de maior intensidade ao íon manganês (Mn^{2+}), que tem sua emissão de luz em 590 nm e picos largos. Estes íons de manganês podem ser introduzidos nas amostras durante o processo produtivo

através do próprio reagente precursor, isso porque todo reagente tem seu índice de pureza associado. A concentração do íon manganês observada nos reagentes dos trabalhos de Yukihiro et al., (2014b) e Gustafson et al., (2019) foi de 2 ppm e neste trabalho foi de 5 ppm.

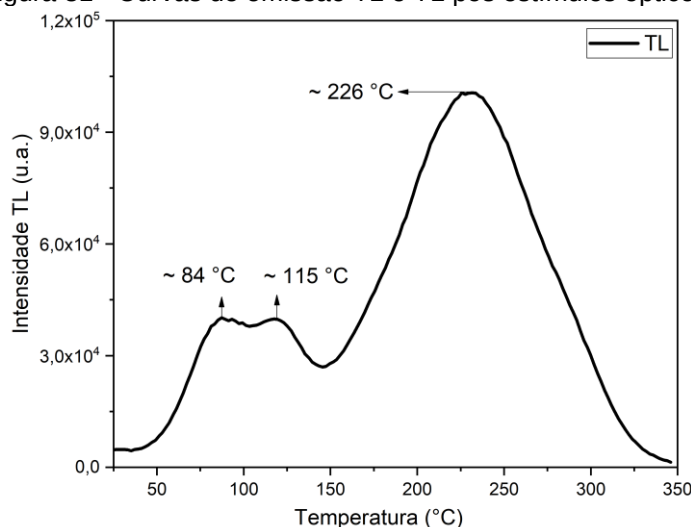
Apesar disso, destaca-se a possibilidade de realizar leitura OSL sem a influência desta emissão de luz do Mn^{2+} , visto que a luz de emissão do íon cério é a de interesse e está localizada na faixa de 300 a 400 nm. Então, é possível utilizar filtro passa-banda, que consegue restringir a leitura apenas da emissão de luz desta região.

4.3 CARACTERIZAÇÃO DOSIMÉTRICA

Este tópico aborda os estudos realizados na caracterização dosimétrica: desvanecimento de sinal BSL, reprodutibilidade do sinal BSL e avaliação da linearidade e da curva de resposta dose do $MgB_4O_7:0,3\% Ce^{3+}, Li^+$.

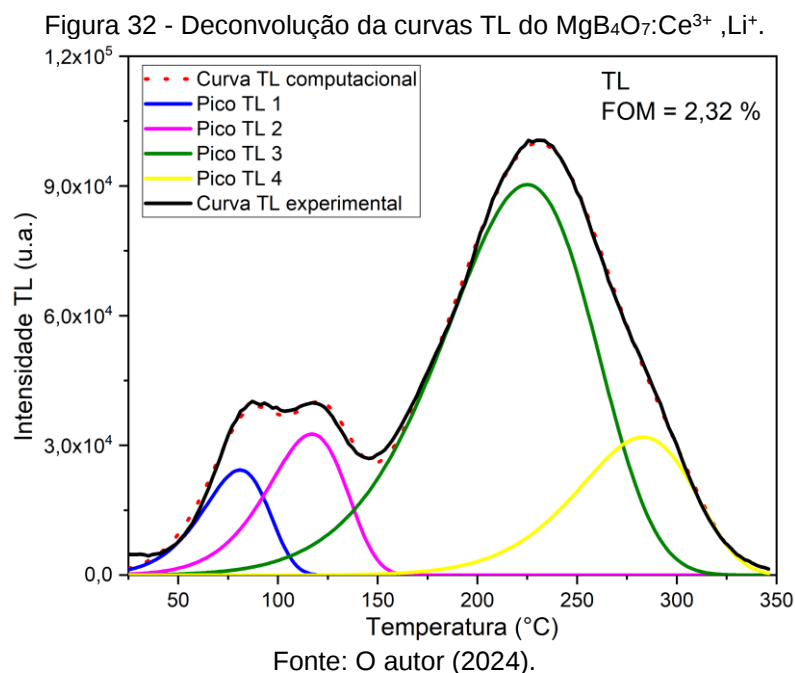
A curva de emissão termoluminescente do $MgB_4O_7:0,3\% Ce^{3+}, 10\% Li^+$ está mostrada na Figura 31. Essa curva foi obtida a partir da irradiação de pastilhas com 2,4 Gy em uma fonte de estrôncio-90 / Ítrio-90 (Sr^{90}/Y^{90}) e lidas na Lexsyg Smart TL/OSL reader da Freiberg Instruments. Nesta curva de emissão TL, observa-se a presença de, no mínimo, três picos aparentes localizados a 84 °C, 115 °C e 226 °C, sendo este último o de maior intensidade do sinal TL.

Figura 31 - Curvas de emissão TL e TL pós estímulos ópticos.



Fonte: O autor (2024).

Para saber a quantidade de picos TL desta curva foi feita a deconvolução TL utilizando o software GlowFit. Em que foi possível definir os parâmetros cinéticos, tais como: energia de ativação, intensidade máxima e temperatura de intensidade máxima. A Figura 32 mostra a deconvolução TL, de forma computacional, do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$.



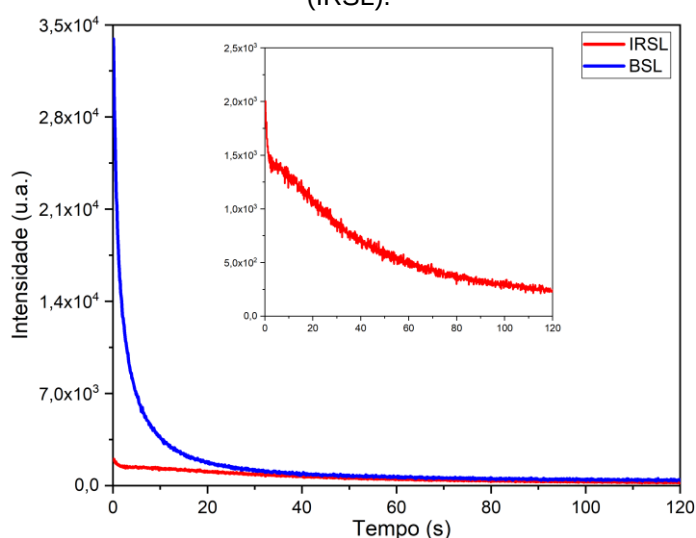
A partir desta deconvolução TL, observa-se a presença de quatro picos TL com FOM de 2,32 %, sendo considerado bom ajuste FOM abaixo de 5 %. Os parâmetros cinéticos encontrados computacionalmente foram:

- Pico 1:
 - Intensidade máxima: $2,43 \times 10^4$ u.a.;
 - Temperatura de intensidade máxima: 84 °C;
 - Energia de ativação: 0,63 eV;
- Pico 2:
 - Intensidade máxima: $3,30 \times 10^4$ u.a.;
 - Temperatura de intensidade máxima: 117 °C;
 - Energia de ativação: 0,64 eV;
- Pico 3:
 - Intensidade máxima: $9,03 \times 10^4$ u.a.;
 - Temperatura de intensidade máxima: 225 °C;

- Energia de ativação: 0,53 eV;
- Pico 4:
 - Intensidade máxima: $3,20 \times 10^4$ u.a.;
 - Temperatura de intensidade máxima: 283 °C;
 - Energia de ativação: 0,86 eV;

Esta mesma amostra foi irradiada com 2,4 Gy, submetida a estímulos ópticos no azul (BSL) durante 120 segundos e feito a leitura TL residual a fim de observar a capacidade da luz em apagar o sinal de cada pico TL mostrado anteriormente. Este mesmo procedimento foi repetido para o estímulo óptico no infravermelho (IRSL). A Figura 33 mostra a resposta BSL e IRSL do $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$.

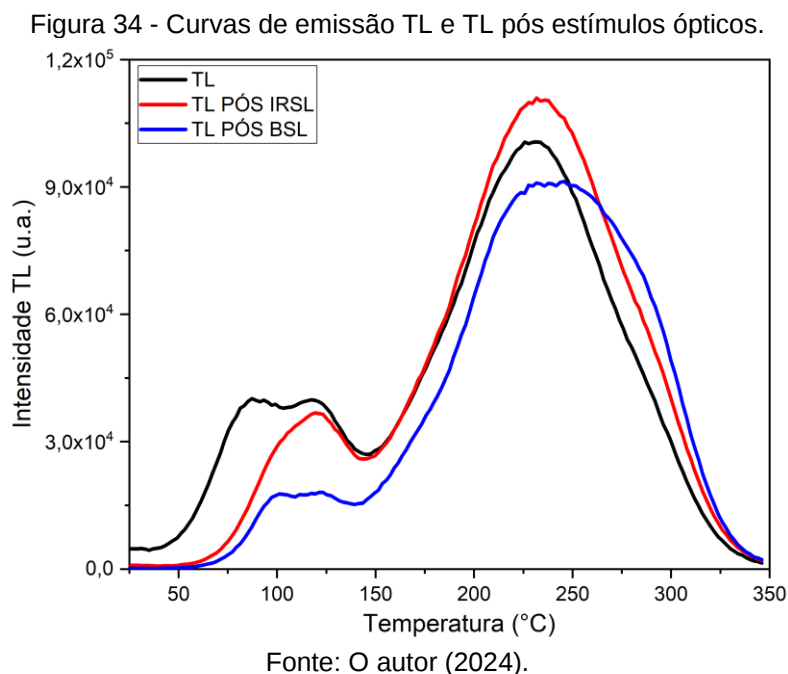
Figura 33 - Curvas de emissão OSL com estímulo óptico na região do azul (BSL) e no infravermelho (IRSL).



Fonte: O autor (2024).

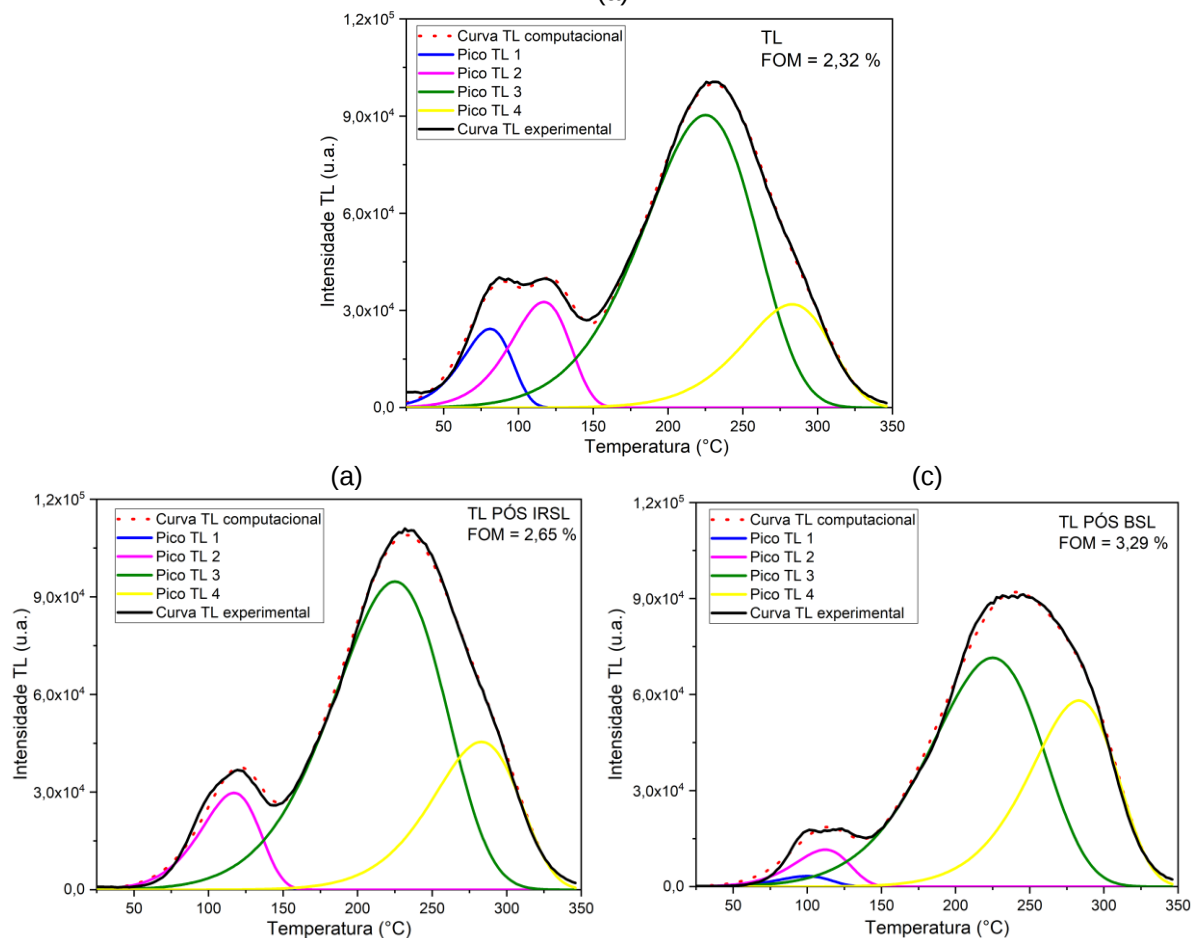
Comparando os sinais OSL (BSL e IRSL), o material se mostrou sensível a radiação ionizante e a estimulação na região do azul apresentou maior intensidade de sinal do que a estimulação na região do infravermelho. Além disso, observa-se também a rapidez do decaimento BSL em, aproximadamente, 20 segundos grande parte do sinal OSL foi apagado. Assim, devido a intensidade do sinal e rapidez do decaimento de sua resposta OSL, a estimulação BSL foi escolhida para ser utilizada neste trabalho. Desta forma, visando a rapidez das leituras e minimização da influência do ruído no sinal OSL, o tempo de leitura padrão escolhido para os estudos posteriores foi de 10 segundos de estimulação.

Em relação as curvas de emissão TL residuais, a Figura 34 mostra a comparação entre a curva de emissão TL e as curvas de emissão TL residuais pós estímulos ópticos.



Com base na Figura 34, verifica-se que os estímulos ópticos apagam parte do sinal dos picos TL de baixa temperatura na faixa de 50 a 150 °C e, também, provoca modificações de intensidade e no formato das curvas de emissão TL para os picos de alta temperatura na faixa de 150 a 350 °C. Para melhor compreender este fenômeno, as deconvoluções das três curvas de emissão TL foram feitas e estão mostradas na Figura 35. Os parâmetros cinéticos de temperatura de intensidade máxima, energia de ativação, intensidade máxima e área total do pico TL estão mostrados na Tabela 4. Para todas as deconvoluções TL estudadas, o FOM permaneceu abaixo de 5 %, sendo 2,32 % para curva de emissão TL, 2,65 % para a curva de emissão TL pós IRSL e de 3,29 % para a curva de emissão TL pós BSL.

Figura 35 - Deconvoluções TL das curvas de emissão: (a) TL, (b) TL pós IRSL e (c) TL pós BSL.



Fonte: O autor (2024).

Segundo a Figura 35, observa-se que tanto o estímulo IRSL quanto BSL apaga o sinal do pico TL 1, localizado a $\sim 84^\circ\text{C}$ e do pico TL 2 localizado a $\sim 117^\circ\text{C}$. Estes picos são provenientes de armadilhas de baixa temperatura, o que pode indicar que o sinal OSL observado pode ser instável.

Nos picos TL 2 e 3 localizados a $\sim 225^\circ\text{C}$ e $\sim 282^\circ\text{C}$, respectivamente, observa-se um comportamento diferente. Na estimulação IRSL, ocorre o aumento da intensidade TL dos picos a $\sim 225^\circ\text{C}$ e a $\sim 282^\circ\text{C}$, modificando o formato da curva deixando-o mais intenso e largo. Isso pode indicar a ocorrência do fenômeno da foto transferência de cargas entre as armadilhas rasas e profundas. Na estimulação BSL, o estímulo na região do azul apaga parte do sinal do pico TL também a temperatura de $\sim 225^\circ\text{C}$, porém a foto transferência ocorre entre dos picos TL 1,2 e 3 para o pico TL a temperatura de $\sim 282^\circ\text{C}$. Isto diminui a intensidade do pico TL a 225°C e aumenta

a intensidade do pico TL a 282 °C, o que modifica o formato do pico TL. A Tabela 4 mostra os valores de área total do pico TL.

Tabela 4 - Parâmetros da deconvolução das curvas de emissão TL.				
Picos TL	Leitura	Intensidade máxima do pico (u.a.)	Temperatura de intensidade máxima (°C)	Energia de ativação (eV)
Pico 1	TL	2,4 E+04	84	0,63
	TL pós IRSL	0,0 E+00	84	0,63
	TL pós BSL	3,3 E+03	86	0,64
Pico 2	TL	3,3 E+04	117	0,63
	TL pós IRSL	2,9 E+04	117	0,64
	TL pós BSL	1,1 E+04	116	0,66
Pico 3	TL	9,0 E+04	224	0,53
	TL pós IRSL	9,5 E+04	225	0,53
	TL pós BSL	7,1 E+04	225	0,53
Pico 4	TL	3,2 E+04	282	0,86
	TL pós IRSL	4,5 E+04	283	0,86
	TL pós BSL	5,8 E+04	283	0,87

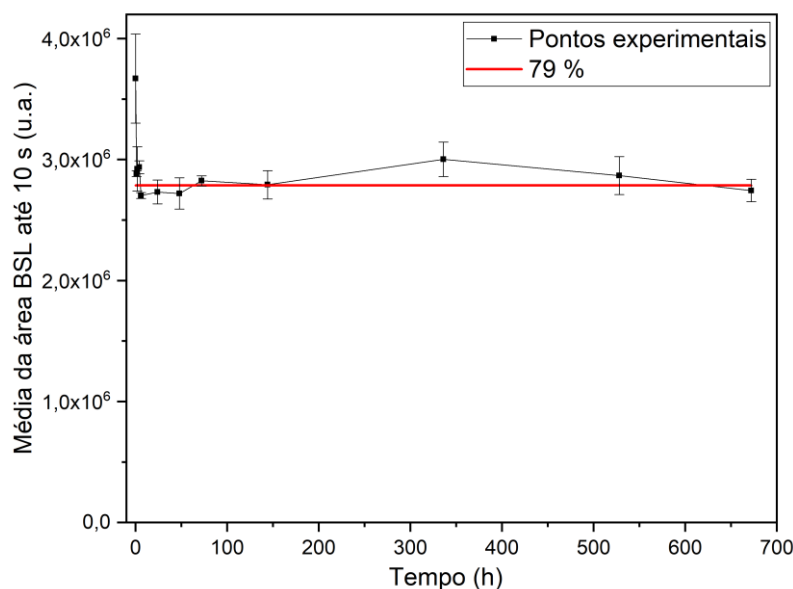
Fonte: O autor (2024).

Segundo Bossin et al., (2023), este fenômeno da fototransferência ocorre no sinal TL após estímulos ópticos, em que algumas armadilhas podem atuar concorrendo com os centros de captura de cargas. Tendo como consequência o aparecimento de picos TL ou aumento de intensidade dos picos TL.

4.3.1 Desvanecimento de sinal (Fading)

O estudo de desvanecimento do sinal BSL das amostras de tetraborato de magnésio dopado com cério e lítio foi analisado irradiando as amostras com a dose de 50 Gy, armazenando-as no escuro e lendo três pastilhas a cada tempo de fading no escuro. A Figura 36 mostra a área média e o desvio padrão de três pastilhas para cada tempo de fading analisado, considerando a área de 10 segundos de estimulação.

Figura 36 - Relação entre a área BSL e o tempo de desvanecimento.



Fonte: O autor (2024).

Com base na Figura 36, observa-se a diminuição do sinal BSL nas primeiras horas de armazenamento. Essa diminuição ocorre até 6 horas de fading, desvanecendo cerca de 21 % da sua resposta BSL em relação a leitura de 0 h (leitura imediatamente após irradiação). Esse fading de 21 % pode estar relacionado a armadilhas rasas que apresentam respostas luminescentes instáveis. Após 6 horas de fading, o sinal BSL se mantém estável até o tempo de 1 mês, restando em média 79 % da sua resposta inicial. Dessa forma, as análises posteriores foram desenvolvidas aguardando mais de 6 horas após irradiação para que ocorresse a eliminação de todo o sinal instável.

A partir destes resultados, é possível compará-los com o trabalho desenvolvido por Yukihiro et al., (2017), que produziram o $\text{MgB}_4\text{O}_7:0,3\%\text{Ce}^{3+},10\%\text{Li}^+$ por combustão, e com o trabalho desenvolvido por Souza et al., (2017), que produziram o $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+},\text{Li}^+$ pela rota de estado sólido. Estes trabalhos avaliaram o desvanecimento do sinal OSL. A Tabela 5 mostra as especificações da instrumentação usada e o resultado do estudo de fading.

Tabela 5 - Comparativo do desvanecimento do sinal OSL do tetraborato de magnésio.

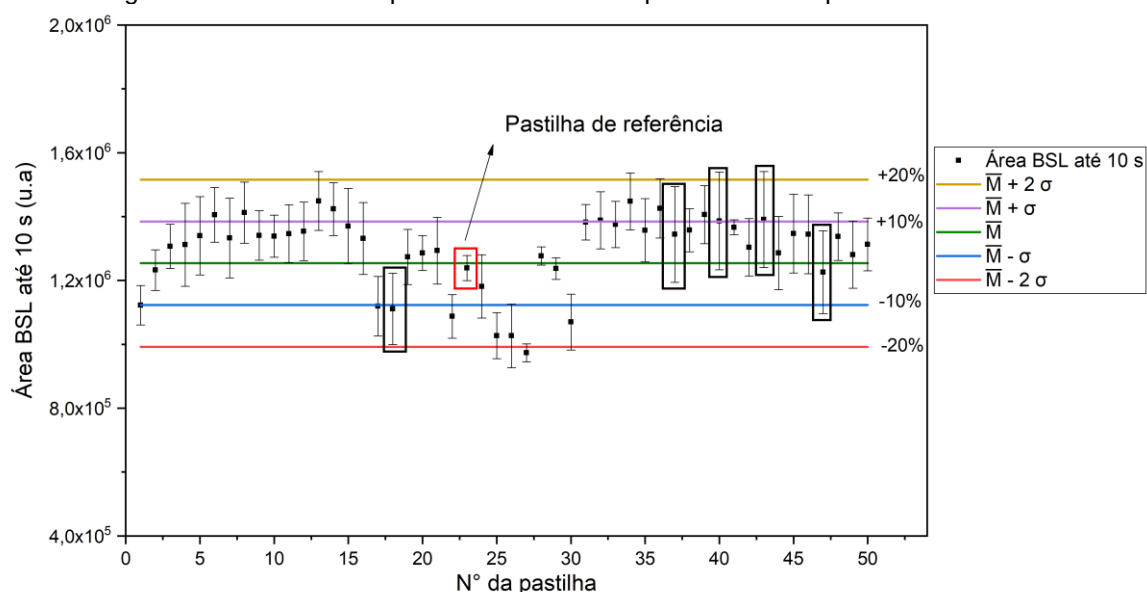
Fonte	Filtro	Estimulação óptica	Fading
Este trabalho (2024)	PU-11 (passa banda centrado em 340 nm)	Azul centrado em 470 nm	21 % em 6 h
Yukihara et al., (2017)	U-340 (passa banda centrado em 340 nm)	Verde centrado em 525 nm	10-15 % em 140 h
Souza et al., (2017)	PU-11 (passa banda centrado em 340 nm)	Azul centrado em 470 nm	Não foi observado fading em 40 dias

Segundo Yukihara et al., (2017), o desvanecimento de 15 % nas primeiras 140 horas foi observado devido à instabilidade das armadilhas rasas. Já Souza et al., (2017) mostraram que não foi observado desvanecimento de sinal OSL nos primeiros 40 dias e atribuem esse resultado a presença de armadilhas estáveis. Neste ponto, destaca-se que estes trabalhos utilizaram de rotas diferentes de produção e fontes de estimulação ópticas diferentes, o que podem ter contribuído para a diferença entre os resultados mostrados.

4.3.2 Reprodutibilidade do sinal BSL

Em relação ao estudo da reprodutibilidade da resposta BSL, um grupo de 50 pastilhas de 4 mm de diâmetro foram irradiadas com uma dose fixa de 30 Gy lidas após 24 horas entre irradiação e leitura. Este processo foi repetido 3 vezes com o intuito de verificar a variação da pastilha em relação a ela mesma e estimar o coeficiente de sensibilidade de cada pastilha (ECC). A Figura 37 mostra a resposta média de cada pastilha para os três ciclos e seu desvio padrão. As linhas representam a média, média somado a um desvio padrão, média somado a dois desvios padrões, média subtraído um desvio padrão e média subtraídos dois desvios padrões.

Figura 37 - Estudo de reprodutibilidade da resposta BSL das pastilhas de 4 mm.



Fonte: O autor (2024).

Neste estudo, o critério adotado para exclusão das amostras foi que o coeficiente de variação (C.V.) individual das pastilhas não pudesse ultrapassar 10 %. Com isso, 5 amostras apresentaram coeficiente de variação maior que 10 %, para as pastilhas P18, P37, P40, P43 e P47, respectivamente. Ao final destas exclusões, obteve-se um grupo de pastilha com C.V. individual máximo 9,9 % para amostra P4 e C.V. individual mínimo 1,7 % para a amostra P41.

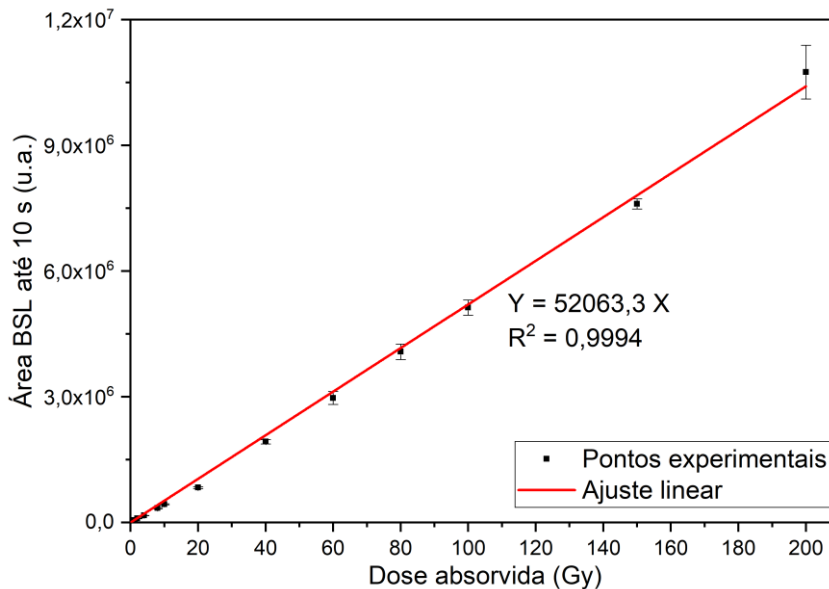
Após isso, a amostra P23 foi escolhida como pastilha de referência devido a estar mais próxima da média global do lote e por ter seu C.V. individual baixo de 3,2 %. Com base nesta resposta média da pastilha de referência, o coeficiente de sensibilidade (ECC) foi estimado para todas as outras pastilhas, adotando como base a razão entre a média das 3 leituras da referência e da média das 3 leituras da amostra. Todas as medidas desenvolvidas neste trabalho foram corrigidas por este fator de sensibilidade. A aplicação deste fator de sensibilidade leva os valores de leitura BSL para próximo do valor médio, minimizando as variações entre o grupo de todas as pastilhas.

4.3.3 Avaliação da resposta OSL versus dose

A Figura 38 mostra a correlação entre a dose absorvida e a resposta BSL média de 3 pastilhas irradiadas com feixe de radiação gama do Co^{60} . Nesta Figura são

apresentados os valores da média e do desvio padrão. Observa-se pelos dados que a resposta é linear até a dose de 200 Gy com um fator de regressão R^2 igual a 0,9994.

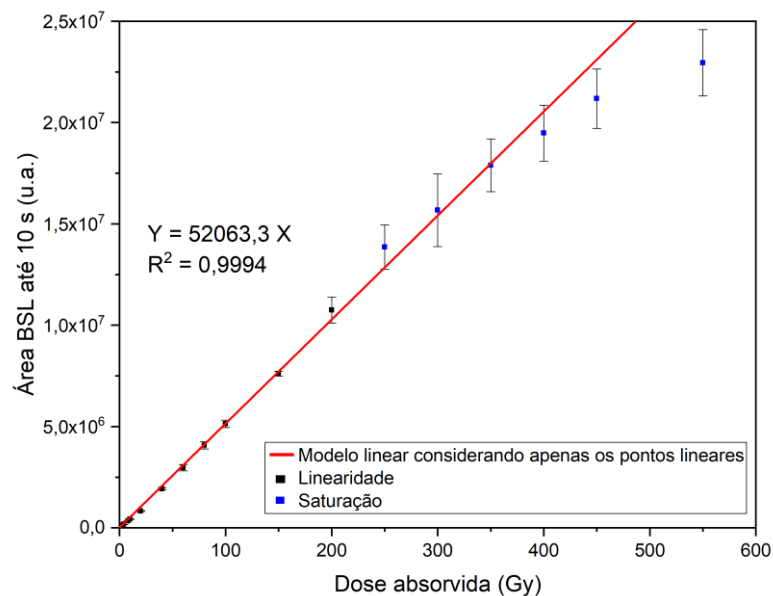
Figura 38 - Correlação linear entre dose e área BSL.



Fonte: O autor (2024).

A partir de 200 Gy foi observada a saturação do sinal , conforme mostra a Figura 39.

Figura 39 - Estudo da saturação do sinal BSL.



Fonte: O autor (2024).

A partir da Figura 39, observa-se o aumento da variação das leituras de cada dose a partir de 200 Gy. Isso não é esperado da região de linearidade pois a flutuação de cada medição deve diminuir ao aumentar a dose, o que indica uma possível região de saturação do sinal. A Tabela 6, mostra a comparação entre a faixa de linearidade deste trabalho com os trabalhos de Souza et al., (2017), Souza et al., (2019) e Yukihiro et al., (2017) com as devidas diferenças das metodologias de cada trabalho.

Tabela 6 - Comparação da linearidade do tetraborato de magnésio dopado com cério e lítio.				
Autores (ano)	Dopagem	Linearidade (Gy)	Rota de produção	Estimulação e filtros
Este trabalho (2024)	0,3%Ce 10% Li	0,2 a 200	Combustão	470 nm, PU-11 (UV)
Souza et al., (2017)	Ce, Li	0,2 a 100	Estado sólido	470 nm, UV
Yukihiro et al., (2017)	0,3%Ce 10% Li	0,5 a 100	Combustão	525 nm, U340 (UV)
Souza et al., (2019)	0,5%Ce 0,5% Li	0,1 a 100	Estado sólido	470 nm, UV

Observa-se que a faixa de linearidade obtida neste trabalho compreende uma faixa maior que os trabalhos de Souza et al., (2017), Souza et al., (2019) e Yukihiro et al., (2017), ampliando em 100 Gy em relação a estes. Isso destaca a possibilidade de utilização desse material em doses até 200 Gy.

4.3.4 Avaliação da menor dose mensurável

A menor dose mensurável (MDM) foi calculada usando a Equação 8, em que a MDM é dada pelo valor correspondente à leitura do dosímetro background somado a 3 vezes o valor do desvio padrão do background. Onde $\bar{X}$ é a média do background (pastilha não irradiada) e S_x é o desvio padrão do branco.

$$\text{MDM} = \frac{(X+3 Sx)}{52063,3} = \frac{(4,3 \times 10^3 + 3 \times 1,25 \times 10^3)}{52063,3} \cong 155 \text{ mGy} \quad (\text{Eq. 8})$$

Assim, observa-se que o tetraborato de magnésio dopado com cério e lítio apresenta uma faixa de linearidade de 155 mGy até 200 Gy, o que permite sua utilização para as aplicações nesta faixa de dose. A Tabela 7 compara a MDM deste trabalho com referências da literatura.

Tabela 7 - Comparação da menor dose mensurável do tetraborato de magnésio dopado com cério e lítio.

Autores (ano)	Dopagem	MDM (mGy)	Rota de produção	Estimulação e filtros
Este trabalho (2024)	0,3%Ce 10% Li	~ 155	Combustão	470 nm, PU-11 (UV)
Yukihara et al., (2017)	0,3%Ce 10% Li	~ 1	Combustão	525 nm, U340 (UV)
Souza et al., (2019)	0,5%Ce 0,5% Li	~ 1	Estado sólido	470 nm, UV

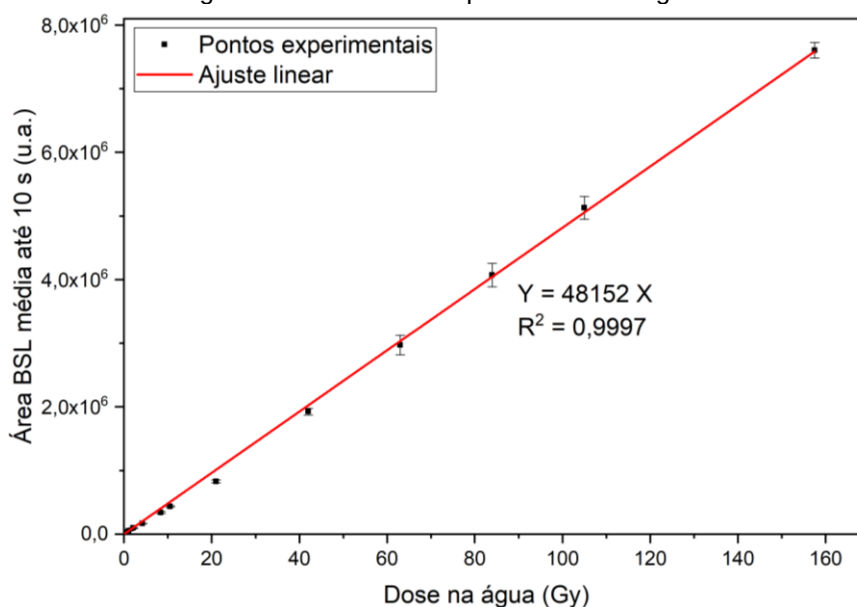
Pela Tabela 7, verifica-se que este trabalho mostrou MDM (~155 mGy) maior do que os trabalhos de Yukihara et al., (2017) e Souza et al., (2019) (~1 mGy).

4.4 APLICAÇÃO NA DOSIMETRIA DE IRRADIAÇÃO DE INSETOS

A dose nominal necessária para esterilização dos mosquitos adultos machos de *Aedes Aegypt* utilizada foi de 65 Gy. Foram irradiadas 2 pastilhas do dosímetro de referência (alanina) e 4 pastilhas de tetraborato de magnésio dopado com cério e lítio (MBO:Ce³⁺,Li⁺) em cada posição do protótipo apresentado na Figura 40. Essas pastilhas foram alocadas no protótipo contendo arroz arbóreo.

Com os dados da curva de resposta dose no ar, foi possível construir a curva de resposta dose na água, mostrada na Figura 40, para feixes de Co⁶⁰:

Figura 40 - Curva de resposta dose na água.

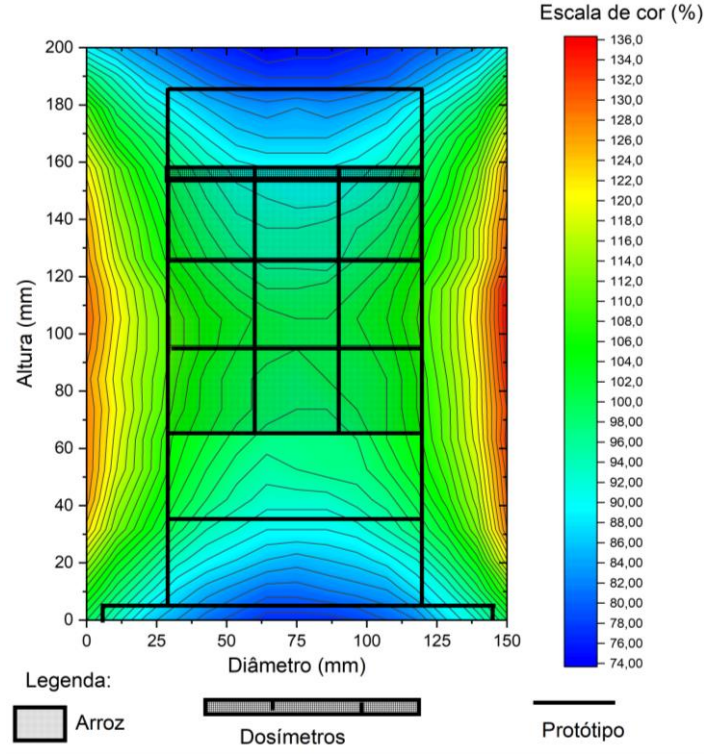


Fonte: O autor (2024).

Verifica-se, na Figura 40, uma resposta linear para faixa de dose entre 0,21 e 160 Gy com coeficiente de linearidade R^2 igual a 0,9997. A área OSL foi convertida em dose na água estimada com base no modelo linear construído.

A Figura 41 mostra o esquema do arranjo de irradiação no mapa de dose do irradiador. Neste processo inicial de irradiação, a posição do protótipo no interior do irradiador foi fixada, sendo sempre as posições L1, L2 e L3 direcionadas para o fundo do irradiador. Dessa forma, espera-se, com base no mapa de dose do irradiador, que os valores de dose estimada pelo dosímetro de referência não sejam maiores que ~ 112 % da dose nominal e nem menor que ~ 88 % da dose nominal devido a suas posições no irradiador conforme mostra a Figura 41.

Figura 41 - Mapa de dose do irradiador de Co60 no ar usado neste trabalho.



Fonte: O autor (2024).

A Tabela 8 mostra a dose média ($\bar{D}$), o desvio padrão das medições e o erro percentual.

Tabela 8 - Resultados da estimativa de dose da alanina e $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce}^{3+}, \text{Li}^+$.					
Alanina			MBO: $\text{Ce}^{3+}, \text{Li}^+$		Erro (%)
Dose (Gy)	Desvio padrão (Gy)		Dose (Gy)	Desvio padrão (Gy)	
L1	66	1,2	66,4	6,1	0,61%
L2	64,2	0,7	56,0	3,3	-12,77%
L3	67,5	1,6	60,9	2,5	-9,78%
L4	63,2	0,6	56,7	3,5	-10,28%
L5	61,5	0,0	58,7	2,9	-4,55%
L6	63,6	1,2	63,3	1,4	-0,47%
L7	63,6	1,4	59,1	1,9	-7,08%
L8	61,7	0,4	57,9	2,3	-6,16%
L9	63,8	1,1	60,2	1,0	-5,64%

Fonte: O autor (2024).

Nesta Tabela, observa-se que para a alanina o maior valor de dose média foi de 67,5 Gy, obtido na posição L3, enquanto que o menor foi 61,5 Gy, registrado na posição L5. Os valores de dose da alanina tiveram um desvio máximo da dose nominal (65 Gy) de + 3,8 % e mínimo de - 5,4 %. Isso indica que estes valores de dose da alanina estão coerentes com o mapa de dose mostrado na Figura 41. Já para o MBO:Ce³⁺,Li⁺, a menor dose estimada foi de 56 Gy para a posição L2 e a maior dose estimada foi de 66,4 Gy para a posição L1. O erro percentual do MBO:Ce³⁺,Li⁺ foi calculado em relação aos valores da alanina e apresentou erro máximo de -12,77 % na posição L2 e mínimo de -0,47 % na posição L6. Estes valores também estão coerentes com o mapa de dose do irradiador.

Os valores de dose estimados com o MBO: Ce³⁺,Li⁺ foram comparados posição a posição com os valores de dose obtidos para a alanina. Para tanto, foi utilizado o teste estatístico t student considerando que os dados apresentam o comportamento normal, o desvio padrão populacional é desconhecido e as variâncias entre os dois grupos são diferentes. Assim, foi aplicado o seguinte teste de hipóteses com o nível de confiança de 95 %, e o número de amostras da alanina e do MBO: Ce³⁺,Li⁺ sendo 2 e 4, respectivamente.

Na Equação 11, μ é a dose média populacional, $\bar{D}$ é a dose média amostral, s é o desvio padrão amostral, n é o número de amostras e t é o coeficiente do teste estatístico.

Teste de hipóteses:

- $H_0: \mu_{\text{ALANINA}} - \mu_{\text{MBO}} = 0$
- $H_1: \mu_{\text{ALANINA}} \neq \mu_{\text{MBO}}$

$$t_{\text{calculado}} = \frac{(\bar{D}_{\text{ALANINA}} - \bar{D}_{\text{MBO}}) - (\mu_{\text{ALANINA}} - \mu_{\text{MBO}})}{\sqrt{\frac{s_{\text{ALANINA}}^2}{n_{\text{ALANINA}}} + \frac{s_{\text{MBO}}^2}{n_{\text{MBO}}}}} \quad (\text{Eq. 11})$$

Os valores para aplicação do teste e os respectivos valores de t calculado estão mostrados na Tabela 9:

Tabela 9 - Valores calculados para aplicação do teste t student.

	$\bar{D}_{\text{ALANINA}} - \bar{D}_{\text{MBO}}$ (Gy)	S^2_{ALANINA} (Gy ²)	S^2_{MBO} (Gy ²)	$\sqrt{\frac{S^2_{\text{ALANINA}}}{n_{\text{ALANINA}}} + \frac{S^2_{\text{MBO}}}{n_{\text{MBO}}}}$	$t_{\text{calculado}}$
L1	-0,4	1,4	37,4	3,2	-0,1
L2	8,2	0,5	11,2	1,7	4,7
L3	6,6	2,6	6,1	1,7	3,9
L4	6,5	0,4	11,9	1,8	3,7
L5	2,8	0,0	8,2	1,4	2,0
L6	0,3	1,4	1,9	1,1	0,3
L7	4,5	2,0	3,6	1,4	3,3
L8	3,8	0,2	5,1	1,2	3,3
L9	3,6	1,2	1,1	0,9	3,9

Fonte: O autor (2024).

Por meio da tabela t student com 95 % de confiança, bilateral e graus de liberdade de 1, o valor de t tabelado foi de 12,7. Como todos os valores de t calculados estão entre o intervalo de $-12,7 < t < 12,7$, não há indícios estatísticos de diferença entre os valores médios para cada posição analisada. Portanto, não é possível descartar a hipótese nula (H_0) e pode-se afirmar que os valores de dose média estimada são equivalentes estatisticamente.

Cruz et al., (2022), estudaram o mapa de dose do mesmo irradiador utilizado neste trabalho e mostraram, através da dosimetria EPR com alanina, que os valores de dose encontrados estão coerentes com o mapa de dose do irradiador. Além disso, também estudaram a viabilidade da aplicação de dosímetros luminescentes comerciais (MTS-N, referência TL) e de produção própria (tetraborato de lítio dopado com cobre e prata- OSL). Para isso, os autores irradiaram um protótipo semelhante ao deste trabalho com 9 posições colocando em cada posição dosímetro de alanina, MTS-N e tetraborato de lítio. A Tabela 10 reúne os erros percentuais das estimativas de cada região para os dosímetros de Cruz et al., (2022), e para este trabalho. Este erro foi calculado em relação a alanina segundo a Equação 10.

Tabela 10 - Resultados da estimativa de dose da alanina e $\text{MgB}_4\text{O}_7:\text{Ce}^{3+}, \text{Li}^+$.
Este trabalho (2024) Cruz et. al. (2022)

Dose (Gy)				Dose (Gy)				
Alanina	MBO: $\text{Ce}^{3+}, \text{Li}^+$		Erro	Alanina	MTS- N	Erro	LBO: Cu, Ag	Erro (%)
L1	66	66,4	+ 0,61 %	68,1	71,2	+ 4,55 %	71,4	+ 4,84 %
L2	64,2	56,0	-12,77 %	67,2	62,7	- 6,7 %	71,1	+ 5,80 %
L3	67,5	60,9	-9,78 %	70,5	69,4	- 1,56 %	78,0	+ 10,6 %
L4	63,2	56,7	-10,28 %	66,3	66,2	- 0,15 %	62,3	- 6,03 %
L5	61,5	58,7	-4,55 %	66,4	68,5	+ 3,16 %	72,0	+ 8,43 %
L6	63,6	63,3	-0,47 %	68,5	64,1	- 6,42 %	63,4	- 7,44 %
L7	63,6	59,1	-7,08 %	70,8	70,8	0,00 %	74,3	+ 4,94 %
L8	61,7	57,9	-6,16 %	68,8	67,9	- 1,31 %	51,2	- 25,6 %
L9	63,8	60,2	-5,64 %	71,3	76,1	+ 6,73 %	73,8	+ 3,51 %

Fonte: O autor (2024).

Como principais resultados, os autores indicam que não há indícios estatísticos que os valores de dose dos três dosímetros utilizados são diferentes, ou seja, os valores da alanina, MTS-N e tetraborato de lítio estão coerentes estatisticamente entre si. Quanto aos erros percentuais, o MTS-N mostrou erro percentual máximo de + 6,73 % e o tetraborato de lítio de + 25,6 %.

Portanto, é possível utilizar o tetraborato de magnésio dopado com cério e lítio na dosimetria da técnica do inseto estéril. Neste estudo, destaca-se o seu potencial para atuar como dosímetro de rotina, obtendo resultados comparáveis aos da alanina.

5 CONCLUSÕES

O desenvolvimento do trabalho Avaliação e caracterização do tetraborato de magnésio para aplicação na dosimetria de altas doses permitiu concluir que:

1. A técnica de combustão mostrou ser uma rota eficaz para produção do tetraborato de magnésio dopado com 0,3% de Ce^{3+} e 10% de Li^+ , devido a confirmação da fase cristalina de interesse pela difração de raios X e mostrou que a estrutura cristalina não sofreu deformação devido a presença do dopante e do codopante.
2. Para caracterização dosimétrica, o desvanecimento do sinal BSL foi de 21 % nas primeiras 6 horas de fading no escuro, após isso o sinal permaneceu estável até o tempo de 1 mês de fading no escuro. A linearidade do sinal BSL com a dose foi observada para a faixa de 155 mGy até 200 Gy com menor dose mensurável de 155 mGy. Acima de 200 Gy, observou-se a região de saturação do sinal até a dose de 550 Gy, em que a dose foi subestimada. Isso mostrou que há possibilidades de aplicação do material no campo de altas doses nesta região de linearidade
3. A aplicação do material na realização da dosimetria OSL na técnica do inseto estéril mostrou grande potencial com resultados semelhantes aos da alanina. No centro do irradiador, a dose na água foi estimada com um erro menor que ~ 5 % e nas posições mais distantes do centro do irradiador foram observados erros entre 0,47 % e 12,77 %. Ainda são necessários estudos futuros para verificar as possíveis influências de variáveis na estimativa desta dose na água.

De forma geral, este trabalho concluiu que o tetraborato de magnésio dopado com cério e lítio pode ser utilizado na dosimetria da técnica do inseto estéril com base nas caracterizações desenvolvidas e na comparação entre as estimativas de dose do MBO: Ce^{3+} , Li^+ e do dosímetro de referência, alanina. Este trabalho atingiu os objetivos gerais e específicos propostos, trazendo a utilização de um material dosimétrico para suprir a necessidade de novos dosímetros OSL para dosimetria de aplicações nucleares que utilizam de doses de até centenas de grays.

REFERÊNCIAS

- AKSELROD, M. S. Fundamentals of Materials, Techniques and Instrumentation for OSL and FNTD. **Concepts and Trends in Medical Radiation Dosimetry**, v. 1345, p. 274 – 302, 2011.
- BAFFA, O.; KINOSHITA, A. Clinical applications of alanine/electron spin resonance dosimetry. **Radiat. Environ. Biophys.** v. 53, p. 233–240, 2014.
- BARROS, B.S. **Síntese por reação de combustão, caracterização e propriedades luminescentes do aluminato de zinco (ZnAl_2O_4) dopado com íons terras raras Eu^{3+} e Tb^{3+}** . Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Pós Graduação em Engenharia Química – Universidade Federal da Paraíba – Paraíba, 2005.
- BATISTA, J.V.B.; TROMBINI, H.; OTSUKA, A.; SILVEIRA, I.S.; CALDAS, L.V.E.; SOUZA, A.O.; SOUZA, A.S.; SANTOS, J.L.O.; COELHO, V.; LIMA, H. *Unlocking the effect of Li and Ce ions on the thermoluminescence and optically stimulated luminescence signals of the MgB_4O_7 compound*, **Dalton Transactions**, v. 52, 2023.
- BOND, J.G.; OSORIO, A.R.; AVILA, N.; GOMEZ, S.Y.; MARINA, C.F.; FERNANDEZ, I. Optimization of irradiation dose to *Aedes aegypti* and *Ae. Albopictus* in a sterile insect technique program. **PLOSone**, 2019.
- BOSSIN, L.; PLOKHIKH, I.; CHRISTENSEN, J. B.; GAWRYLUK, D.J.; KITAGAWA, Y.; LEBLANS, P.; TANABE, S.; VANDENBROUCKE, D.; YUKIHARA, E.G. Addressing Current Challenges in OSL Dosimetry Using $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce,Li}$: State of the Art, Limitations and Avenues of Research, **Materials**, v. 16, 2023.
- BOUYER, J.; CULBERT, N. J.; DICKO, A. H.; PACHECO, M. G.; VIRGINIO, J.; PEDROSA, M. C.; GARZIERA, L.; PINTO, A. T. M.; KLAPTOCZ, A.; GERMANN, J.; WALLNER, T.; HERRANZ, G. S.; HERRERO, R. A.; YAMADA, H.; BALESTRINO, F.; VREYSEN, M. J. B. Field performance of sterile male mosquitoes released from na uncrewed aerial vehicle. **Science Robotics**, v. 5, 2020.
- BOTTER-JENSEN. L. Luminescence techniques: instrumentation and methods. **Radiation Measurements**, v. 27, p. 749 – 768, 1997.
- BOTTER-JENSEN, L.; MCKEEVER, S.W.; WINTLE, A.G. **Optically Stimulated Luminescence Dosimetry**. 1º Edição, Amsterdam, Elsevier, 2003.
- BOTTER-JENSEN, L.; THOMSEN, K.J.; JAIN, M. Review of optically stimulated luminescence (OSL) instrumental developments for retrospective dosimetry. **Radiation Measurements**, v. 45, p. 253-257, 2010.
- CARLOS, E.; MARTINS, R.; FORTUNATO, E.; BRANQUINHO, R. Solution combustion synthesis: towards a sustainable approach for metal oxides. **Chemistry: A European Journal**, 2020.

CALLISTER, W.D. **Materials science and engineering: an introduction**. 8ª Edição, Nova Iorque: John Wiley & Sons Inc, 2010.

CHEN, C.; ALDRIDGE, R.L.; GIBSON, S.; KLINE, J.; ARYAPREMA, V.; QUALLS, W.; XUE, R.; BOARDMAN, L.; LINTHICUM, K. J.; HAHN, D.A. Developing the radiation-based sterile insect technique (SIT) for controlling *Aedes aegypti*: identification of a sterilizing dose. **Pest Management Science**, v. 79, n. 3, p. 1175 – 1183, 2022.

CHU, R.; SHARPE, P.; MILLER, A. Dosimetry for industrial radiation processing. **ICRU News**, 2000.

CRUZ, A. R. P.; AMORIM, L. M. F.; SILVA, A. C.; ASFORA, V. K.; BARROS, V. S. M.; PINTO, A. T. M. OLIVEIRA, C. N. P.; VIRGINIO, J. F.; KHOURY, H. J. Evaluation of the application of $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:CuAg}$ optically stimulated dosimeter for sterile insect technique. **Brazilian Journal of Radiation Sciences**, 2022.

DEGANELLO, F.; TYAGI, A. K. Solution combustion synthesis, energy, and environment: Best parameters for better materials. **Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials**, v. 64, p. 23 – 61, 2018.

ERNAWAN, B.; ANGGRAENI, T.; YUSMALINAR, S.; AHMAD, I. Investigation of Developmental Stage/Age, Gamma Irradiation Dose, and Temperature in Sterilization of Male *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae) in a Sterile Insect Technique Program. **Journal of Medical Entomology**, v. 59, p. 320 – 327, 2021.

FLORENCIO, S. G. L. **Potencial de uso de machos esterilizados por radiação gama (^{60}Co) para o controle populacional de *Aedes Aegypti* (DIPTERA-CULICIDAE): Um caminho biotecnológico do laboratório para o campo**. Tese (Doutorado em Ciências) – Programa de Pós Graduação em Tecnologias Energéticas e Nucleares da Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2017.

GATO, R.; MENÉNDEZ, Z.; PRIETO, E.; ARGILÉS, R.; RODRÍGUEZ, M.; BALDOQUÍN, W.; HERNÁNDEZ, Y.; PÉREZ, D.; ANAYA, J.; FUENTES, I.; LORENZO, C.; GONZÁLEZ, K.; CAMPO, Y.; BOUYER, J. Sterile Insect Technique: Successful Suppression of na *Aedes aegypti* Field Population in Cuba. **Insects**, v. 12, 2021.

GUSTAFSON, T.D.; MILLIKEN, E.D.; JACOBSON, L.G.; YUKIHARA, E.G. Progress and challenges towards the development of a new optically stimulated luminescence (OSL) material based on $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce,Li}$. **Journal of Luminescence**, 2019.

HELINSKI, M. E. H.; PARKER, A.G.; KNOLS, B.G.J. Radiation biology of mosquitoes. **Malaria Journal**, v. 8, 2009.

JAIN, S.R.; ADIGA, K.C. A new approach to thermochemical calculations of condensed fuel-oxidizer mixtures. **Combustion and flame**, v. 40, p. 71 – 79, 1981.

KNIPLING, E. F. Possibilities of insect population control through the use of sexually sterile males. **Journal of Economic Entomology**, v.48, p.459-462, 1955.

MACHI, A. R. **Efeitos da radiação ionizante nas fases do ciclo evolutivo de *Aedes aegypti* L. visando o seu controle através da técnica do inseto estéril.** Tese (Doutorado em Ciências na área de Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), Universidade de São Paulo. São Paulo, 2019.

MARINA, C.F.; BOND, J.G.; ARRIAGA, K.H.; VALLE, J.; ULLOA, A.; SALAS, I.F.; CARVALHO, D.O.; BOURTZIS, K.; DOR, A.; WILLIAMS, T.; LIEDO, P. Population dynamics of *Aedes aegypti* and *Aedes albopictus* in two villages in Southern Mexico: Baseline Data for the evaluation of the sterile insect technique. **Insects**, v. 12, 2021.

MULLER, H.J. Artificial transmutation of the gene. **Science**, v. LXVI, n. 1699, p. 84 – 87, 1927.

MUTLUER, T.; TIMUCIN, M. Phase equilibria in the system MgO-B₂O₃. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 58, p. 196-197, 1975.

MOSCAMED BRASIL. A Moscamed inicia uma nova fase do Projeto Aedes Estéril (PAE) na comunidade Brasília Teimosa na Cidade do Recife. Disponível em: < <http://moscamed.org.br/2020/05/11/a-moscamed-inicia-uma-nova-fase-do-projeto-aedes-esteril-pae-na-comunidade-brasilia-teimosa-na-cidade-do-recife/#:~:text=Em%20mar%C3%A7o%20de%202020%20uma,esp%C3%A9cie%20Aedes%20aegypti%20no%20bairro.> >. Acesso em: 16 de Abril de 2023.

ABE, Y.; MORACE, A.; ARIKAWA, Y.; MIRFAYZI, S.R.; GOLOVIN, D.; LAW, K.F.F.; FUJIOKA, S.; YOGO, A.; NAKAI, M. Dosimetric calibration of GafChromic HD-V2, MD-V3, and EBT3 films for dose ranges up to 100 kGy. **Rev. Sci. Instrum.**, v. 92, 2021.

NOVITSKAYA, E.; KELLY, J.P.; BAHDURI, S.; GRAEVE, O.A. A review of solution combustion synthesis: an analysis of parameters controlling powder characteristics. **International Materials Reviews**, 2020.

OLIVEIRA, T.M.; LIMA, A.F.; BRIK, M.G.; SOUZA, S.O.; LALIC, M.V. Electronic structure and optical properties of magnesium tetraborate: an ab initio study. **Computational Materials Science**, v. 124, p. 1-7, 2016.

OLKO, P. Advantages and disadvantages of luminescence dosimetry. **Radiation Measurements**, v. 45, p. 506-511, 2010.

OZA, A.; OJHA, V.; DHALE, S.; DHOLE, S. Photoluminescence and thermoluminescence in Dy³⁺-, Ce³⁺- and Tb³⁺- activated MgB₄O₇ phosphor for dosimetry application. **The Journal of Biological and Chemical Luminescence**, Wiley, 2022.

PATIL, K.C.; ARUNA, S.T.; MIMANI, T. Combustion synthesis: an update. **Solid state & Materials Science**, v. 6, p. 507 – 512, 2002.

PODGORSKAK, E.B. **Radiation Oncology Physics: A Handbook for Teachers and Students**, International Atomic Energy Agency, Viena, 2005.

PROKIC, M. Development of highly sensitive CaSO_4 : Dy/Tm and MgB_4O_7 : Dy/Tm sintered thermoluminescent dosimeters. **Nuclear Instruments and Methods**, v. 175, p. 83-86, 1980.

REGULLA, D. Alanine dosimetry: A versatile dosimetric tool. **Springer Link**, 25, p. 478 – 481, 2009.

REGULLA, D.F.; DEFFNER, U. Dosimetry by ESR Spectroscopy of Alanine. **Int. J. Appl. Radiat. Isop.**, v. 33, p. 1101 – 1114, 1982.

ROBINSON, A.S.; HENDRICH, J.; DYCK, V.A. **Sterile Insect Technique: Principles and Practice in Area-Wide Integrated Pest Management**. Florida: CRC press, segunda edição, 2021.

RUNNER, G.A. Effect of Rontgen rays on the tobacco, or cigarette, beetle and the results of experiments with a new form of Rontgen tube. **Journal of Agricultural Research**, Washington D.C., v. VI, n. II, p. 383 - 388, junho, 1916.

SHIROKANEV, A.S.; KIRSH, D.V.; KUPRIYANOV, A.V. Application of gradient steepest descent method to the problem of Crystal lattice parametric identification, **CEUR Workshop Proceedings**, v. 1638, p. 393 – 400, 2016.

SOUZA, V.C.; SEGADÃES, A.M.; MORELLI, M.R.; KIMINAMI, R.H.G.A. Combustion synthesized ZnO powders for varistor ceramics. **International Journal of Inorganic Materials**, v. 1, p. 235 – 241, 1999.

SOUZA, L.F.; SILVA, A.M.B.; ANTONIO, P.L.; CALDAS, L.V.E.; SOUZA, S.O.; D'ERRICO, F.; SOUZA, D.N. Dosimetric properties of MgB_4O_7 : Dy,Li and MgB_4O_7 : Ce,Li for optically stimulated luminescence applications. **Radiation Measurements**, v. 106, p. 196 – 199, 2017.

SOUZA, L.F.; NOVAIS, A.L.F.; ANTONIO, P.L.; CALDAS, L.V.E.; SOUZA, D. Luminescent properties of MgB_4O_7 :Ce,Li to be Applied in radiation dosimetry. **Radiation Physics and Chemistry**, v. 164, 2019.

SOUZA, S.; SOUZA, D. N.; BAFFA, O.; D'ERRICO, F. Novos materiais dosimétricos para aplicações em física médica. **Revista Brasileira de Física Médica**, v. 13, p. 24-33, 2019.

THOMÉ, R.C.A.; YANG, H.Mo.; ESTEVA, L. Optimal control of *Aedes aegypti* mosquitoes by the sterile insect technique and insecticide. **Mathematical Biosciences**, v. 223, p. 12 – 23, setembro, 2009.

VARMA, A.; MUKASYAN, A.S.; ROGACHEV, A.S.; MANUKYAN, K.V. Solution combustion synthesis of nanoscale materials. **American Chemical Society**, 2016.

YAMADA, H.; DIAS, V. S.; PARKER, A. G.; MAIGA, H.; KRAUPA, C.; VREYSEN, M. J. B.; MAMAI, W.; SCHETELIG, M. F.; SOMDA, N. S. B.; BOUYER, J. Radiation dose-rate is a neglected critical parameter in dose-response of insects. **Nature Scientific Reports**, v. 12, 2022.

YAMADA, H.; MAIGA, H.; JUAREZ, J.; CARVALHO, D. O.; MAMAI, W.; ALI, A.; SOMDA, N. S.; PARKER, A. G.; ZHANG, D.; BOUYER, J. Identification of critical factors that significantly affect the dose-response in mosquitoes irradiated as pupae. **Parasites & Vectors**, v. 12, 2019.

YOSHIMURA, E.M.; YUKIHARA, E.G. Optically stimulated luminescence: searching for new dosimetric materials. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Reasearch Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms**, v. 250, p. 337 – 341, setembro, 2006.

YUKIHARA, E. G.; BOS, A. J. J.; BILSKI, P.; MCKEEVER, S. W. S. The quest for new thermoluminescence and optically stimulated luminescence materials: Needs, strategies and pitfalls. **Radiation Measurements**, 2022a.

YUKIHARA, E. G.; DOULL, B. A.; GUSTAFSON, T.; OLIVEIRA, L. C.; KURT, K.; MILLIKEN, E. D. Optically stimulated luminescence of $\text{MgB}_4\text{O}_7\text{:Ce,Li}$ for gamma and nêutron dosimetry. **Journal of luminescence**, v. 183, p. 525-532, 2017.

YUKIHARA, E.G.; MCKEEVER, S.W. **Optically stimulated luminescence: fundamentals and applications**. Oklahoma: A John Wiley and Sons, Ltd., 2011.

YUKIHARA, E.G., MCKEEVER, S.W.S., AKSELROD, M.S. State of art: Optically stimulated luminescence dosimetry – Frontiers of future research. **Radiation Measurements**, 2014a.

YUKIHARA, E. G.; MCKEEVER, S. W. S.; ANDERSEN, C. E.; BOS, A. J. J.; BAILIFF, I. K.; YOSHIMURA, E. M.; SAWAKUCHI, G. O.; BOSSIN, L.; CHRISTENSEN, J. B. Luminescence dosimetry. **Nature Reviews Methods Primers**, 2022b.

YUKIHARA, E.G.; MILLIKEN, E.D.; DOULL, B.A. Thermally stimulated and recombination process in MgB_4O_7 investigated by sistematic lanthanide doping. **Journal of Luminescence**, v. 154, p. 251 – 259, 2014b.