

Exercício de Comparação Laboratorial de Calibração de Monitores de Contaminação entre o LNMRI/IRD e LCR/UERJ – 2016.

Cabral, T.S.¹, David, M.²

¹ Instituto de Radioproteção e Dosimetria; ² Universidade Estadual do Rio de Janeiro

E-mail: tschirn@ird.gov.br

Resumo: Este trabalho teve como motivação a necessidade de se decidir qual a melhor metodologia a se aplicar nas próximas comparações de calibração de monitores de contaminação realizadas com a rede brasileira de calibração de monitores de radiação. O fator de calibração foi escolhido como resposta da calibração realizada nos quatro monitores utilizados nesta comparação, porque não necessita da área do detector ou sonda diminuindo assim uma variável importante. Foi observado que a variação do sistema de posicionamento pode ter uma influência de até 10% na calibração.

Os resultados obtidos para o fator de calibração apresentaram uma diferença de até 31,2%.

Palavras-chave: calibração, comparação e monitor de contaminação.

Abstract: This work was motivated by the need to decide on the best methodology to be applied in the next contamination monitor calibration comparisons with the Brazilian network of calibration radiation monitors. The calibration factor was chosen as a response calibration performed in the four monitors used in this comparison because it does not require the detector area or probe thereby reducing an important variable. It was observed that the variation of the positioning system may have an influence up to 10% in calibration.

The results obtained for the calibration factor showed a difference of up to 31.2%.

Keywords: calibration, comparison and contamination monitor.

1. INTRODUÇÃO

Este relatório apresenta o resultado do exercício de comparação de calibração de monitores de contaminação de superfície, realizado no Laboratório Nacional de Metrologia das Radiações Ionizantes (LNMRI) do IRD/CNEN, na semana de 11 a 15 de julho de 2016.

Participou deste exercício, além do próprio LNMRI, o Laboratório de Ciências Radiológicas do Departamento de Biofísica e Biometria da UERJ.

A intercomparação laboratorial é uma ferramenta fundamental para a garantia da credibilidade dos resultados das medições e o estabelecimento da confiança mútua entre os laboratórios. Por esse motivo, a participação neste tipo de programa é uma das sugestões da norma ABNT BR ISO/IEC 17025:20051 para o controle da qualidade dos resultados.

Este exercício teve por objetivo decidir qual a melhor metodologia a ser aplicada nas próximas comparações de calibração de monitores de

contaminação realizadas com a rede brasileira de calibração de monitores de radiação.

1.1. Instrumentos utilizados

O objetivo deste trabalho não foi de comparar modelos de instrumentos ou fabricantes. Os instrumentos foram apenas uma ferramenta para fazer este exercício possível. Quatro instrumentos foram utilizados na comparação, conforme listado na tabela 1, sendo todas sondas com tubos Geiger Mueller do tipo panqueca.

Tabela 1: Resumo dos instrumentos dos laboratórios participantes

LABORATÓRIO	Instrumento / modelo
LNMRI/IRD	Thermo Electron E600 + Sonda SHP360 e MIR 7026 + Sonda SQP
LCR/UERJ	Technical Associates PUG-7A + Sonda P-15 e TRACERCO T401

2. FONTES DE CONTAMINAÇÃO CALIBRADAS.

Este exercício trata apenas da calibração de monitores de contaminação e não inclui a calibração das fontes extensas de referência. As fontes de referência utilizadas para a calibração dos monitores foram ^{14}C , ^{36}Cl e $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$.

Tabela 2: Características das fontes calibradas para o exercício de comparação

Laboratório	Fonte	Taxa de Emissão (s⁻¹)	Data	Area (cm²)	Calibração
LCR/UERJ	$\text{Sr}^{90}/\text{Y}^{90}$	2997	10/08/1989	63*	LMRI France
	Cl^{36}	3066	30/08/1989	63*	
	C^{14}	2873	18/08/1989	63*	
LNMRI/IRD	$\text{Sr}^{90}/\text{Y}^{90}$	2620	02/03/1994	150**	PTB/DKD Germany
	Cl^{36}	3170	02/03/1994	150**	
	C^{14}	2540	04/03/1994	150**	

*Fontes circulares **Fontes retangulares



Figura 1 - Apresenta algumas das fontes de retangulares e circulares extensas.

3. METODOLOGIA

3.1. Protocolos de Medição adotados

Este exercício se desenvolveu em várias etapas com o objetivo de se poder escolher o melhor procedimento para realizar e analisar a próxima comparação nacional:

- Cada laboratório realizou a calibração dos seus instrumentos conforme seus procedimentos, utilizando suas próprias fontes e sistema de posicionamento. As componentes de incerteza e os cálculos também foram requisitados.
- Na sequência, houve uma troca dos instrumentos e cada laboratório repetiu o procedimento anterior. Ou seja, o LNMRI mediu com o instrumento do LCR e vice versa.
- Na terceira etapa, a troca foi das fontes. Cada laboratório usou seu próprio instrumento, porém as fontes do outro laboratório.
- Houve também medições com sistemas de posicionamento diferentes, mas com a distância fonte - detector de 3 mm.

Para efeitos de comparação, os instrumentos foram testados de acordo com a norma ISO 7503-1³, usando o fator de calibração do instrumento em termos de taxa de emissão superficial $FC(E)$ que é:

$$FC(E) = \frac{(R_c / S_c)}{n - n_B} \quad (1)$$

Onde:

n = média das leituras do monitor (s^{-1})

n_B = média das leituras do background (s^{-1})

R_C = taxa de emissão da fonte de referência (s^{-1})

S_c = área da fonte de referência (cm^2).

3.2. Geometria de irradiação

Os instrumentos foram posicionados com as janelas do detector paralelas à superfície ativa da fonte radioativa. Conforme informado anteriormente, foram utilizados dois sistemas de posicionamento diferentes. Apesar de terem a mesma espessura de 3 mm, diferem na forma, como pode ser visto nas fotos abaixo.

No primeiro sistema de posicionamento, chamado de antigo, a fonte foi mantida em 3 mm distante da janela do detector com a ajuda de duas ou três placas de PMMA com 10 cm de comprimento, 1 cm de largura e 3 mm de espessura. Um exemplo da configuração experimental é mostrado na figura 2, com uma sonda de panqueca sobre uma fonte de circular e duas placas de PMMA. Este sistema de posicionamento é o utilizado pelo LNMRI e o LCR tem um sistema semelhante.

No segundo sistema de posicionamento, chamado de novo, a fonte também é mantida a 3 mm mas é uma placa inteira de PMMA com uma abertura circular onde se apoia a sonda. Um exemplo da configuração experimental pode ser vista na figura 3, este sistema de posicionamento é do LCR/UERJ.



Figura 2 - Fotos do sistema de posicionamento antigo utilizado no exercício de comparação.



Figura 3 - Fotos do sistema de posicionamento novo utilizado no exercício de comparação.

4. RESULTADOS

4.1. Comparação entre os sistemas de posicionamento.

Foram realizadas medições com o sistema de posicionamento novo e antigo, ver figuras 2 e 3, para verificar a influência deste parâmetro no resultado final. Os resultados podem ser conferidos nas tabelas 4 e 5.

Tabela 4 – Medições realizadas com os diferentes sistema de posicionamento com os instrumentos e fontes do LCR/UERJ.

Equip. do LCR: Tracerco T401 S/N 112244					
FONTE LCR	Sistema de posicionamento Antigo		Sistema de posicionamento Novo		Sistema de posicionamento antigo/ novo (%)
	FC (E) ($\beta \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}/\text{s}^{-1}$)	U	FC (E) ($\beta \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}/\text{s}^{-1}$)	U	
Sr-90 + Y-90	0,0947	0,0038	0,1085	0,0046	12,8
Cl-36	0,0974	0,0037	0,1039	0,0039	6,3
C-14	0,3143	0,0125	0,3444	0,0173	8,7

Equip. do LCR: Techn. Assoc PUG-7A S/N 004716 Sd P-15 004717					
FONTE LCR	Sistema de posicionamento Antigo		Sistema de posicionamento Novo		Sistema de posicionamento antigo/ novo (%)
	FC (E) ($\beta \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}/\text{s}^{-1}$)	U	FC (E) ($\beta \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}/\text{s}^{-1}$)	U	
Sr-90 + Y-90	0,0787	0,0033	0,0833	0,0037	5,5
Cl-36	0,0802	0,0029	0,0846	0,0029	5,2
C-14	0,2315	0,0105	0,2439	0,0116	5,1

Tabela 5 – Medições realizadas com os diferentes sistemas de posicionamento com os instrumentos do LNMRI/IRD e fontes do LCR/UERJ.

Equip. do IRD: Thermo Eber. E600 S/N003671 Sd SHP-360 003707					
FONTE LCR	Sistema de posicionamento Antigo		Sistema de posicionamento Novo		Sistema de posicionamento antigo/ novo (%)
	FC (E) ($\beta \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}/\text{s}^{-1}$)	U	FC (E) ($\beta \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}/\text{s}^{-1}$)	U	
Sr-90 + Y-90	0,0912	0,0034	0,0986	0,0038	7,5
Cl-36	0,0912	0,0033	0,0965	0,0033	5,5
C-14	0,2722	0,0100	0,2934	0,0112	7,2

Equip. do IRD: MIR/MRA 7026 S/N 095 Sonda SPQ-011					
FONTE LCR	Sistema de posicionamento Antigo		Sistema de posicionamento Novo		Sistema de posicionamento antigo/ novo (%)
	FC (E) ($\beta \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}/\text{s}^{-1}$)	U	FC (E) ($\beta \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}/\text{s}^{-1}$)	U	
Sr-90 + Y-90	0,1228	0,0045	0,1298	0,0047	5,4
Cl-36	0,1196	0,0048	0,1278	0,0042	6,4
C-14	0,4063	0,0135	0,4179	0,0143	2,8

A variação de resposta dos instrumentos entre os sistemas de posicionamentos utilizados é de 2,8% a 8,7% em C¹⁴, de 5,2% a 6,4% em Cl³⁶ e de 5,4% a 12,8% em Sr⁹⁰.

4.2. E_n

Os resultados foram comparados utilizando a metodologia recomendada na ISO/IEC 170435, onde o número E_n é usado para avaliação. O número E_n combina a influência da diferença entre os valores do fator de calibração e as incertezas calculadas pelo LNMRI e o do LCR. Esse número é calculado pela fórmula a seguir:

$$E_n = \frac{FC_{i,LCR} - FC_{i,LNMRI}}{\sqrt{u_{i,LNMRI}^2 + u_{i,Participante}^2}} \quad (2)$$

Onde:

$FC_{i,LNMRI}$ = Fator de calibração do LNMRI

$FC_{i,LCR}$ = Fator de calibração do LCR

$u_{i,LNMRI}$ = incerteza padrão combinada informada pelo LNMRI com 95% de nível de confiança.

$u_{i,LCR}$ = incerteza padrão combinada informada pelo LCR com 95% de nível de confiança

Valores de $E_n \leq 1$ são considerados satisfatórios e $E_n > 1$ não são satisfatórios.

Os Fatores de Calibração encontrados pelo LCR e comparados foram os obtidos com o sistema de posicionamento antigo, que é semelhante ao do LNMRI, pois como vimos no item acima o sistema de posicionamento interfere nas medidas.

Tabela 6: Fatores de Calibração encontrados pelos Laboratórios.

Instrumento	Radionuclideo	FC (E) ($\beta \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}/\text{s}^{-1}$) \pm U (%)	
		LNMRI	LCR
E600	C-14	0,3611 \pm 0,016	0,2722 \pm 0,010
+	Sr-90	0,1043 \pm 0,005	0,0912 \pm 0,003
SHP360	Cl-36	0,1165 \pm 0,005	0,0912 \pm 0,003
MIR	C-14	0,5870 \pm 0,024	0,4063 \pm 0,014
+	Sr-90	0,1423 \pm 0,006	0,1228 \pm 0,005
SPQ	Cl-36	0,1739 \pm 0,007	0,1196 \pm 0,005
PUG-7A	C-14	0,3081 \pm 0,023	0,2315 \pm 0,011
+	Sr-90	0,0843 \pm 0,008	0,0787 \pm 0,003
P-15	Cl-36	0,0998 \pm 0,007	0,0802 \pm 0,003
TRACERCO	C-14	0,3925 \pm 0,020	0,3143 \pm 0,013
T401	Sr-90	0,1163 \pm 0,005	0,0947 \pm 0,004
	Cl-36	0,1410 \pm 0,007	0,0974 \pm 0,004

Tabela 7: Resultados do exercício de comparação

Instrumento	Radionuclideo	E_n	D(%)
E600	C-14	4,7	24,6
+	Sr-90	2,3	12,6
SHP360	Cl-36	4,4	21,7
MIR	C-14	6,6	30,8
+	Sr-90	2,7	13,7
SPQ	Cl-36	6,7	31,2
PUG-7A	C-14	3	24,9
+	Sr-90	0,6	6,6
P-15	Cl-36	2,5	19,6
TRACERCO	C-14	3,3	19,9
T401	Sr-90	3,4	18,6
	Cl-36	5,6	30,9

Os valores encontrados para o E_n foram insatisfatórios

A diferença percentual D(%) foi calculada para se ter uma visão da diferença entre as respostas encontradas, sendo a maior 31,2% para ^{36}Cl com o MIR 7026 e a menor 6,6% para ^{90}Sr com o PUG-7A.

5. CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

A documentação de referência utilizada neste exercício foram as normas ISO 7503-1,2 e 3, IEC ISO 8769, AIEA Safety Report Series n°16⁶ e dois artigos de exercícios de comparação do NPL ^{7,8} e outros^{9, 10}. Os dois últimos documentos recomendam que o instrumento seja calibrado em termos de resposta do instrumento ou fator de calibração. O resultado da calibração pode ser expresso em eficiência e/ou fatores de calibração ambos são corretos e uma conversão de um para outro é possível se a área da janela do detector e as medições da calibração são mencionadas no certificado.

O procedimento de determinação do fator de calibração foi escolhido porque não necessita da área do detector ou sonda diminuindo assim

uma variável importante nos cálculos e mais uma fonte de possíveis divergências.

De acordo com os resultados apresentados nas tabelas 4 e 5, foi encontrado uma variação de mais de 10 % entre os diferentes sistemas de posicionamento, comprovando a influência deste parâmetro no processo de medição.

Os resultados obtidos para o fator de calibração apresentaram uma diferença de até 31,2%, ou seja, insatisfatórios. A explicação para esta diferença reside:

- na distância fonte-sonda, que apesar dos sistemas de posicionamento serem semelhantes em relação ao material e geometria, a espessura não foi verificada;
- no fato da área ativa da fonte do LCR/UERJ não estar informada no

certificado, o que gera uma estimativa da área sem a exatidão necessária.

Com base no resultado deste exercício e em outros já realizados por outros autores, a Comparação de Calibração de Monitores de Contaminação, que será realizada em setembro de 2016, será realizada considerando o seguinte:

- Equipamento e sistema de posicionamentos únicos que serão enviados para os laboratórios participantes para a realização das medições;
- Os certificados dos radionuclídeos utilizados na comparação, pertencentes aos participantes, deverão apresentar: taxa de emissão e sua incerteza, classe da fonte, área e área ativa da fonte.

Seria aconselhável realizar um workshop sobre este tema, a fim de uniformizar os procedimentos, incluindo a padronização do certificado de calibração emitido pelos laboratórios.

Também se deve estipular um intervalo para a realização de novo exercício de comparação.

6. REFERÊNCIAS

1. ABNT NBR ISO/IEC 17025. Requisitos Gerais para a competência de laboratórios de ensaios e calibração, 2005.
2. BS ISO 8769. Reference Sources for calibration of surface contamination monitors. Beta – emitters (maximum beta energy greater than 0.15 MeV) and alpha-emitters, 2016.
3. ISO 7503-1. Measurement of radioactivity —Measurement and evaluation of Surface contamination International Standardization Organization, 2016.
4. BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, and OIML, Guide to Expression of Uncertainty

in Measurement, International Organization for Standardisation, Geneva, Switzerland, Second Edition, 1995

5. ISO/IEC 17043-1. Proficiency testing interlaboratory comparisons. Part-1, Development and operation of proficiency testing schemes. Switzerland, 1997.

6. Safety Reports Series No. 16 – Calibration of Radiation Protection Monitoring Instruments, 2000.

7. Scott, C.J.: Second IRMF comparison of surface contamination monitor calibrations 2000-2001. NPL Report CIRM 54, November 2002.

8. Collins, S., and Lee, C.; Third IRMF Comparison of Surface Contamination Monitor Calibrations 2004 – 2005. NPL Report DQL-RN 016 (2006).

9. Burgess, P. H., Belton, I., Rawlings, D. C.; and Walker, A.; An ISPN sponsored intercomparison of surface contamination monitoring test results. J. Radiol. Prot. Vol 18 No. 4, 287–292 (1998).

10. Cabral TS, Ramos MM, Laranjeira AS, Santos DS, Suarez RC. Latin American and Caribbean intercomparison of surface contamination monitoring equipment. Radiat. Prot. Dosimetry. 2011 Mar; 144(1-4):310-3.