



**Verificação periódica do Espectrômetro Gama de alta  
resolução do laboratório de Radônio**

**PN - LAPOC - 8002 Revisão: 01**

**12/MAIO/2014**

**COORDENAÇÃO DO LABORATÓRIO DE POÇOS DE CALDAS**

**◆ VÁLIDO SOMENTE NA WEB – IMPRESSÃO NÃO OFICIAL ◆**

## **SUMÁRIO**

- 1 - OBJETIVO
- 2 - CAMPO DE APLICAÇÃO
- 3 - REFERÊNCIAS
- 4 - DEFINIÇÕES
- 5 - DOCUMENTOS COMPLEMENTARES
- 6 - ROTINAS
  - 6.1 - INTRODUÇÃO
  - 6.2 - PLANEJAMENTO DA VERIFICAÇÃO PERIÓDICA
  - 6.3 - CONTROLE DE MEDIÇÃO
  - 6.4 - TRANSFERÊNCIA DOS RESULTADOS DA ANÁLISE DE CONTROLE PARA O SOFTWARE QUALITY ASSURANCE
  - 6.5 - CARTA DE CONTROLE DE PROCESSO - CCP OBTIDO NO SOFTWARE QUALITY ASSURANCE
- 7 - QUADRO DE EDIÇÃO
- 8 - ANEXOS

## **1 - OBJETIVO**

Descrever o procedimento para verificação periódica dos espectrômetros gama de alta resolução do laboratório de Radônio.

## **2 - CAMPO DE APLICAÇÃO**

Setor de Radônio.

## **3 - REFERÊNCIAS**

- 3.1 - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C1402-04**. Standard Guide for High- Resolution Gamma-ray Spectrometry of Soil Samples, 2009.
- 3.2 - Canberra. Customization Tools Manual – GenieTM 2000 3.1. 2006.
- 3.3 - Canberra. Operations Manual – GenieTM 2000 3.1. 2006.
- 3.4 - Canberra. User's Manual – Model ISOXSRCE Check Source Fixture. 2004.
- 3.5 - Canberra. User's Manual – Model S505 QA Software. 2002.
- 3.6 - Canberra. User's Manual – Model S573 ISOCS Calibration Software. 2002.
- 3.7 - Canberra. Hardware Manual – Model 1300/InSpector 2000. 2001.
- 3.8 - Canberra. Hardware Manual – Model ISOXSHLD/ISOCS Shield System. 2000.
- 3.9 - Canberra. Validation & Verification Manual. Model S573/S574/ISOCS/LabSOCS. 2002.

## **4 - DEFINIÇÕES**

- 4.1 - Espectrômetro Gama: equipamento utilizado para determinação de radionuclídeos gama emissores.
- 4.2 - Bg: background.
- 4.3 - Cryostat end caps: parte superior do encapsulamento do detector.

## **5 - DOCUMENTOS COMPLEMENTARES**

- 5.1 - FT-LAPOC-8002-01 - Formulário de registros manuais de verificação periódica da energia e eficiência do espectrômetro gama de alta resolução.
- 5.2 - FT-LAPOC-8002-02 - Formulário de registros manuais de verificação periódica do background do espectrômetro gama de alta resolução.
- 5.3 - FT-LAPOC-8002-03 - Formulário de registros manuais de verificação periódica espectrômetro gama de alta resolução com material de referência certificado – CRM.
- 5.4 – PN-LAPOC-5901 – Uso de Cartas de Controle, em sua revisão vigente

## **6 - ROTINAS**

### **6.1 - INTRODUÇÃO**

6.1.1 A verificação periódica do espectrômetro gama é de responsabilidade dos técnicos autorizados para realização dos ensaios que utilizam estes equipamentos.

## 6.2 - PLANEJAMENTO DA VERIFICAÇÃO PERIÓDICA

6.2.1 Os itens relacionados à verificação periódica do equipamento devem ser realizados de acordo com a necessidade ou prazo estipulado na Tabela 1 para cada um dos parâmetros a serem avaliados.

**Tabela 1:** Frequência e parâmetros a serem avaliados na verificação periódica do espectrômetro gama do laboratório de radônio

| Parâmetro                                        | Tipo do teste | Frequência                  |
|--------------------------------------------------|---------------|-----------------------------|
| Resposta de energia (fonte ISOXSRCE)             | Bias Test     | trimestral                  |
| Resposta de resolução (fonte ISOXSRCE)           | Sample Driven | trimestral                  |
| Resposta de Eficiência (fonte ISOXSRCE)          | Sample Driven | trimestral                  |
| Medição de background                            | Sample Driven | trimestral                  |
| Medição de um material de referência certificado | Bias Test     | A cada novo lote de amostra |

6.2.2 No tipo de teste identificado pelo software QAS como “sample driven”, o valor central (média histórica) e os limites de controle da carta serão calculados com base nos valores históricos do parâmetro em questão no intervalo de tempo especificado. Os cálculos do valor central e dos limites da carta são realizados automaticamente pelo software, seguindo a mesma metodologia definida no PN-LAPOC-5901.

6.2.3 No tipo de teste identificado pelo software QAS como “Bias test”, o parâmetro controlado é comparado a um valor verdadeiro. A comparação é realizada a partir da diferença (bias) entre o valor medido e o valor verdadeiro, o qual é normalizado a partir da divisão do desvio pela incerteza da medição que o originou. O valor normalizado é então comparado aos limites de 2 sigma (ou 2 desvios do valor medido em relação ao valor verdadeiro normalizado) como limite de atenção (investigação) e 3 sigma como limite de controle (ação). Os demais critérios de avaliação definidos no PN-LAPOC-5901 são igualmente válidos para avaliação da carta de controle assim obtida.

## 6.3 CONTROLE DE MEDIÇÃO

### 6.3.1 Fonte de radiação de controle marca Canberra modelo ISOXSRCE

6.3.1.1 Utilizada para avaliar a resposta de energia, resolução e eficiência do detector. Ela contém os radionuclídeos Eu-155 (emissão dos fotopicos 86,5 keV e 105,3 keV) e Na-22 (emissão dos fotopicos 511 keV e 1275 keV), cada uma com atividade nominal de 37000 Bq (1  $\mu$ Ci)  $\pm$  20% (agosto/2008).

### 6.3.2 Montagem da fonte no detector

6.3.2.1 Posicionar a fonte na parte frontal do detector utilizando a haste e a cinta para fixação, conforme mostrado na Figura 1. Nesta geometria a fonte estará localizada a 10 cm do cryostat end caps.

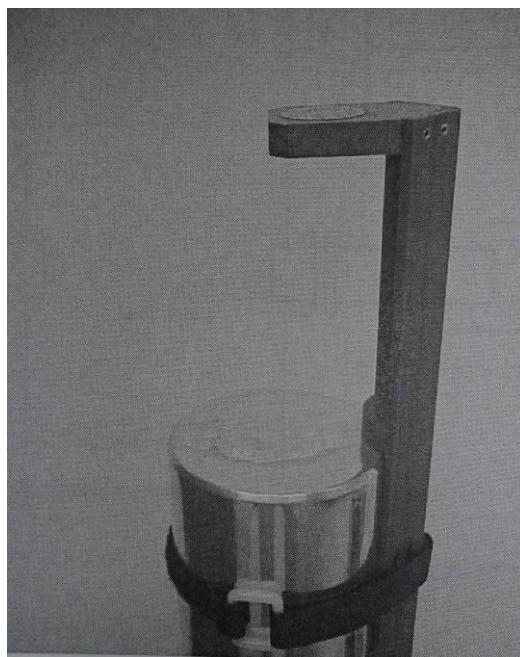


Figura 1. Posicionamento da fonte Canberra ISOXSRCE em frente ao detector.

6.3.2.2 Durante as medições será removida a blindagem contendo chumbo das proximidades do detector. A radiação absorvida pelo chumbo pode induzir a emissão de Raios-X de 87,2 keV de energia, que é indistinguível do pico de 86,5 keV produzido pelo Eu-155 e, portanto distorcerá o resultado.

### **6.3.3 Contagem da fonte de controle modelo ISOXSRCE**

6.3.3.1 Realizá-la por um tempo mínimo 20 minutos, suficiente para que as contagens nos fotopicos de interesses sejam superiores a 10000.

### **6.3.4 Software Canberra de Garantia de qualidade (Quality Assurance Software – QAS)**

6.3.4.1 O controle de qualidade (registro) será realizado utilizando o software proprietário da Canberra desenvolvido para este fim. Para o seu uso será necessário estabelecer um Programa de Garantia da Qualidade – QAP, onde serão definidos os parâmetros que serão controlados assim como os tipos de controle e os níveis de investigação e de ação. Uma vez estabelecido o QAP, as informações deverão ser transferidas dos arquivos de aquisição de dados (contagem) do programa CANBERRA Genie 2000 (arquivos CAM ou CAM files) para o QAS.

### **6.3.5 Controle da resposta de energia (calibração da energia)**

6.3.5.1 Assegura que a calibração de energia continue válida para a análise/determinação a ser realizada.

6.3.5.2 Para inserção do controle de energia no QAP acessar o QAS e abrir a aba Add-def → peak search→ peak energy, conforme é mostrado na Figura 2.

6.3.5.3 Inserir os valores dos picos de energia que serão controlados (86,5, 105,3, 511 e 1275 keV) no campo Energy Line, sendo que a inserção será realizada uma por vez. Escolher apenas a opção BIAS TEST, onde o valor medido da energia será comparado com valor verdadeiro.

6.3.5.4 Entrar com os valores verdadeiros (True value) da energia (86,5;105,3; 511 e 1275 keV).

6.3.5.5 – Manter os valores dos limites de controle como 3 sigma para o nível de ação e 2 sigma para o nível de investigação nos campos INVESTIGATE e ACTION conforme figura 2.

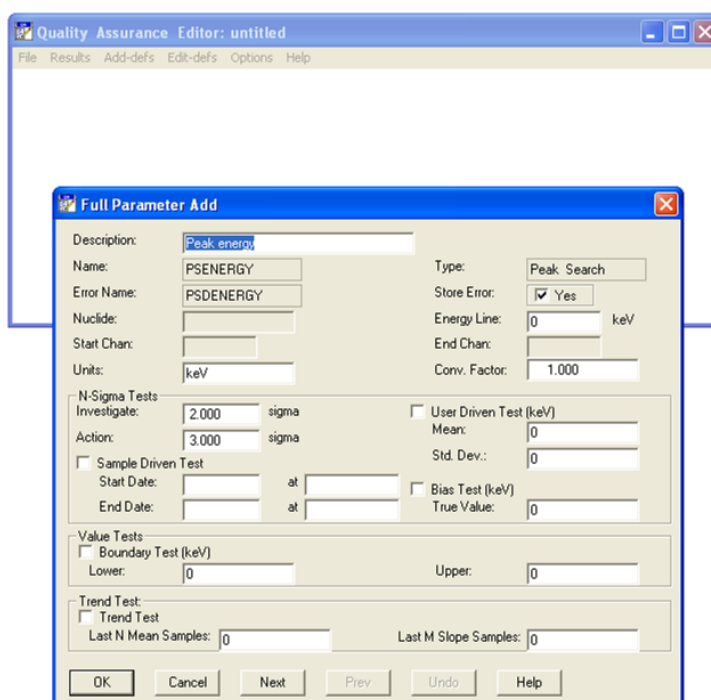


Figura 2. Definição dos parâmetros de controle para energia dos fotopicos

### 6.3.6 Controle da resposta da resolução em energia do fotopico

6.3.6.1 Objetiva assegurar que a resolução em energia continue válida para a análise/determinação a ser realizada. O software calcula a largura do fotopico na metade de sua altura (full width at half maximum – FWHM) assegurando que não ocorreu degeneração na qualidade do sinal gerado pelo detector.

6.3.6.2 Para inserção do controle de resolução de energia acessar o QAS e abrir a aba Add-def → peak search→ Peak FWHM), conforme mostrado na Figura 3. Inserir no espaço Energy Line o valor da energia do fotopico que será controlado (1275 keV).

6.3.6.3 O valor FWHM do fotopico 1275 keV de energia será controlado pelo valor histórico deste parâmetro. Portanto, escolher apenas a opção Sample Driven Test.

Destaca-se que após a sua fabricação o valor de FWHM para o fotopico 1333 keV do Co-60 foi de 1,77 keV.

6.3.6.4 Manter os valores dos limites de controle como 3 sigma para o nível de ação e 2 sigma para o nível de investigação nos campos INVESTIGATE e ACTION conforme figura 3.

Figura 3. Definição dos parâmetros de controle da resolução do detector

### 6.3.7 Controle da resposta para eficiência (Decay Corrected Activity)

6.3.7.1 Objetiva assegurar que a calibração de eficiência do detector continua válida para a análise/determinação a ser realizada. Destaca-se que a eficiência é um dos parâmetros críticos na análise por espectrometria gama.

6.3.7.2 Para inserção do controle de eficiência acessar o QAS e abrir a aba Add-def → Energy Line → Decay Corrected Activity, conforme é mostrado na Figura 4. Inserir no espaço Nuclide e Energy Line os nuclídeos que serão controlados e suas respectivas energias (Eu-155 86,5 e 105.3 keV e Na-22 511 e 1275 keV), sendo a inserção realizada uma por vez. A unidade de controle será o Bequerel (e o fator de conversão será 37000 (1  $\mu$ Ci= 37000 Bq)

6.3.7.3 Uma vez que a fonte não é calibrada, a sua atividade será controlada pelo valor histórico deste parâmetro. Portanto, escolher apenas a opção Sample Driven Test.

6.3.7.4 Manter os valores dos limites de controle como 3 sigma para o nível de ação e 2 sigma para o nível de investigação nos campos INVESTIGATE e ACTION conforme figura 4.

Figura 4. Definição dos parâmetros de controle da eficiência do detector

### 6.3.8 Controle de Background

6.3.8.1 Assegura que ruído externo ou fonte externa (ou contaminação) não usual não afetaram as análises de amostras de rotina. O controle é realizado através da contagem na região de baixa energia (25 a 100 keV), média energia (101-500 keV) e alta energia (501 – 2000 keV). Para realização deste controle será obtido espectro, tempo de contagem de 24 h, sem presença de amostra, ou seja, o recipiente da amostra estará vazio.

6.3.8.2 Para inserção do controle de background acessar QAS e abrir a aba Add-def → Peak Background → Background counts, conforme mostrado na Figura 5. Inserir os canais correspondentes as energias de interesse (25 a 100 keV → canal 106 a 410, 100 a 500 keV → canal 411 a 2050 e 500 a 2000 keV → canal 2051 a 8190) no espaço Start Chan e End Chan, sendo as inserções realizadas uma por vez.

6.3.8.3 Uma vez que não existe valor verdadeiro para o Background, a sua contagem será controlada pelo valor histórico deste parâmetro. Portanto, escolher apenas a opção Sample Driven Test.

6.3.8.4 Manter os valores dos limites de controle como 3 sigma para o nível de ação e 2 sigma para o nível de investigação nos campos INVESTIGATE e ACTION conforme figura 5.

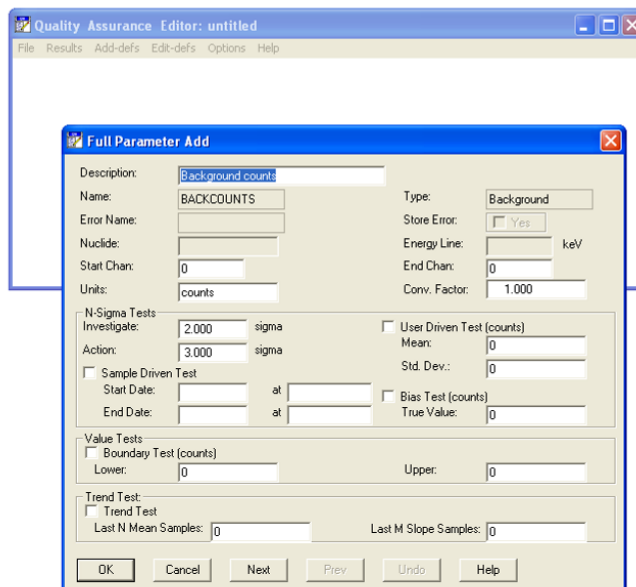


Figura 5. Definição dos parâmetros de controle do background do detector

### 6.3.9 Medição de um material de referência certificado - CRM

6.3.9.1 A medição de um material de referência certificado (IAEA 447 para solo e IAEA 385 para sedimento) mostra se existe uma tendência nos resultados. Realizar a medição de um CRM a cada novo lote de amostras. O decaimento radioativo do material de referência deve ser levado em consideração.

6.3.9.2 Para inserção do controle da atividade do CRM acessar QAS e abrir a aba Add-def → Energy Line → Decay Corrected Activity, conforme é mostrado na Figura 4. Inserir os nuclídeos que serão controlados e suas respectivas energias (Pb-210 46,5 keV, Bi-214 609,3 e 1120,3 keV e Ac-228 911,2 keV e 969 keV) no espaço Nuclide e Energy line, sendo que a inserção será realizada um por vez. A unidade de controle será o Becquerel e o fator de conversão será 37000 (1  $\mu\text{Ci}$  = 37000 Bq).

6.3.9.3 Escolher apenas a opção Bias Test, uma vez que o material de referência é certificado, a sua atividade será controlada pelo valor verdadeiro deste parâmetro.

6.3.9.4 Extrair as atividades dos radionuclídeos dos seus certificados e inseri-las no campo True value.

6.3.9.5 Manter os valores dos limites de controle como 3 sigma para o nível de ação e 2 sigma para o nível de investigação nos campos INVESTIGATE e ACTION conforme figura 6.

The screenshot shows the 'Quality Assurance Editor: untitled' window with the 'Full Parameter Add' dialog box open. The dialog contains the following fields and options:

- Description:** Decay corrected activity
- Name:** NLACTVY
- Error Name:** NLERR
- Nuclide:** (empty)
- Start Chan:** (empty)
- Units:** uCi/unit
- Type:** Energy line
- Store Error:** ☒ Yes
- Energy Line:** 0 keV
- End Chan:** (empty)
- Conv. Factor:** 1.000
- N-Sigma Tests:** Investigate: 2.000 sigma, Action: 3.000 sigma
- Sample Driven Test:** ☐ (unchecked)
- Start Date:** (empty) at (empty)
- End Date:** (empty) at (empty)
- User Driven Test (uCi/unit):** ☐ (unchecked), Mean: 0, Std. Dev.: 0
- Bias Test (uCi/unit):** ☐ (unchecked), True Value: 0
- Value Tests:** ☐ Boundary Test (uCi/unit), Lower: 0, Upper: 0
- Trend Test:** ☐ Trend Test, Last N Mean Samples: 0, Last M Slope Samples: 0

Buttons at the bottom: OK, Cancel, Next, Prev, Undo, Help.

Figura 6. Definição dos parâmetros de controle da atividade do material de referência.

#### 6.4 Transferência dos resultados da análise de controle para o Software Quality Assurance

6.4.1 Após a contagem e análise da fonte de ISOXSRC, background e os CRM's, transferir os resultados devidamente conferidos para o software QAS através da ferramenta transfer.

6.4.2 Para proceder a transferência acessar o QAS abra a aba Add-def → results → transfer e selecionar o arquivo CAM (extensão dos arquivos de análise da CANBERRA) que contém os dados de interesse.

#### 6.5 Carta de controle de processo - CCP obtido no Software Quality Assurance

6.5.1 O controle de todos os parâmetros específicos nesta PN (Energia, resolução, Atividade da fonte ISOXSRC, background e atividade dos CRM's) será realizado através da carta de controle de processo similar a apresentada a na figura 7. Para exibição da Carta de controle acessar o QAS e aba Results → Show Chart.

6.5.2 Uma nova CCP impressa deverá ser produzida quando for acrescida nova informação aos QAS. A obtenção de valor superior ao nível investigação deverá desencadear um processo de verificação/identificação de problema assim como um valor superior ao nível de ação deverá desencadear um processo de trabalho não conforme e um plano de ação para correção do problema.

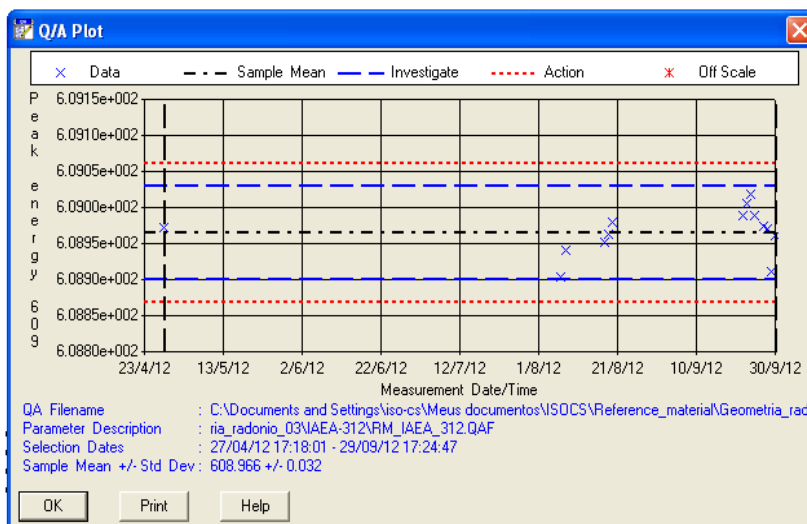


Figura 7. Carta de controle de processo para o controle de resposta à energia.

## 7 - QUADRO DE EDIÇÃO

| REVI-SÃO | PÁGI-NA | DATA       | ELABO-RAÇÃO         | OBSERVAÇÕES                                                                                                                   |
|----------|---------|------------|---------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| -        | Todas   | 20/02/2014 | Nivaldo C. da Silva | Versão preliminar do documento apresentada para comentários                                                                   |
| 01       | 03      | 12/05/2014 | Nivaldo C. Silva    | Inserido PN-LAPOC-5901 como documento complementar, definindo os critérios de aceitação e de avaliação das cartas de controle |
| 01       | 04      | 12/05/2014 | Nivaldo C. Silva    | Modificada tabela 1.                                                                                                          |
| 01       | 04      | 12/05/2014 | Nivaldo C. Silva    | Inseridos itens 6.2.2 e 6.2.3 descrevendo os testes estatísticos utilizados pelo software QAS                                 |
| 01       | 6,7,8,9 | 12/05/2014 | Nivaldo C. Silva    | Inserida instrução para configuração dos níveis de ação e investigação                                                        |
| 01       | 04      | 12/05/2014 | Nivaldo C. Silva    | Eliminado item 6.3.1 “Controle da resposta de energia, resolução e eficiência”, com renumeração dos demais itens subsequentes |

## 8 - ANEXOS

**FIM DE DOCUMENTO**