

Garantia da qualidade em espectrometria gama: obter atividade de radionuclídeos e avaliar incerteza

D A Conceição¹, J U Delgado¹, R S Gomes¹, O L T Filho¹

¹ Instituto de Radioproteção e Dosimetria

E-mail: dayana.azeredo@hotmail.com

Resumo: Um procedimento geral de fácil implementação, validado com dados nucleares de ¹³³Ba para a técnica de espectrometria gama com detectores HPGE ou NaI (Tl), foi desenvolvido a fim de garantir a qualidade da análise de radionuclídeos aplicada a programas de monitoração ambiental com amostras de filtro de ar, água, solo e sedimento; a análise de materiais NORM e TENORM; a identificação de produtos de fissão; em inspeções de salvaguardas nucleares; aplicações por ativação neutrônica ou medicina nuclear. Este procedimento utiliza uma planilha como rotina de cálculo para determinar a grandeza atividade de fontes gama-emissoras, além de avaliar as respectivas incertezas.

Palavras-chave: Espectrometria gama; Incerteza; Validação; Qualidade, ¹³³Ba

Abstract: A general procedure of easy implementation which was validated with ¹³³Ba nuclear data to the technique of gamma-ray spectrometry with HPGE detectors or NaI (Tl) was developed in order to ensure the quality of the radionuclide analysis. This procedure can be applied to: environmental monitoring programs with air filter samples, water, soil and sediment; NORM and TENORM materials; identification of fission products; nuclear safeguards; neutron activation; or nuclear medicine. It was developed the calculation routine to determine the activity of gamma sources, emission probabilities of photons and half-lives or even identify radionuclídic impurity, as well as assess their associated uncertainties.

Keywords: Gamma-ray spectrometry; Uncertainty; Validation; Quality; Ba-133

1. INTRODUÇÃO

A espectrometria de fótons é uma técnica nuclear utilizada amplamente em laboratórios que participam de programas de controle dos níveis de referência de efluentes em instalações radioativas ou nucleares, é usada em laboratórios de pesquisa, em exercícios de ensaios de proficiência para análise de diversos radionuclídeos, em aplicações de radiofármacos em medicina nuclear e dosimetria interna *in vivo* e *in vitro*. A implementação do sistema de gestão da qualidade baseado nos requisitos da **Norma 17025** em Espectrometria Gama e X representa um passo fundamental para que estes

laboratórios que atuam em calibração ou ensaio mantenham a acreditação e pratiquem medições confiáveis suportados por métodos analíticos validados.

A literatura especializada, contudo, tem mostrado muitas vezes a divergência entre os resultados obtidos de laboratório para laboratório na determinação da atividade e na estimativa da incerteza e isto pode inviabilizar o cumprimento das exigências da Norma 17025:2017 (ISO, 2017; DDEP, 2016).

Para evitar erros sistemáticos ao longo do uso rotineiro da técnica de espectrometria gama e validar o procedimento de cálculo podem-se aplicar as cláusulas 6.4.1, 6.4.5 e 7.2.1 da Norma 17025, que tratam do uso de *softwares* com o mesmo rigor utilizado em equipamentos de laboratório. Portanto, foi aqui considerado que “as planilhas utilizadas para a medição devem ser capazes de alcançar a exatidão de medição ou incerteza”. Segundo as cláusulas 5.4.6, 7.2.1, 7.2.2.1, 7.2.2.3, 7.5.1 e 7.6, uma avaliação essencial no processo, além da medição da grandeza atividade, é a estimativa da incerteza de medição em laboratórios de calibração ou ensaio, os quais são indicadores quantitativos da confiabilidade e qualidade dos resultados de medição, e um dos sustentáculos do sistema de gestão da qualidade nos laboratório de medição. Além disso, a estimativa da incerteza exige a realização de um conhecimento de todas as fontes potenciais de incerteza bem como a quantificação adequada de cada componente que contribui para a incerteza combinada (GILMORE, 2008).

Em espectrometria de fótons existem alguns componentes de incerteza específicos, além daqueles mais comuns, como estatística de contagens, determinação da massa da amostra, eficiência de detecção, fatores de correção relacionados à instrumentação e aos parâmetros de decaimento do radionuclídeos (NIST, 2000).

2. OBJETIVO

O objetivo é elaborar uma planilha de cálculo validada com os dados nucleares de ^{133}Ba como exemplo de radionuclídeo multigama para evidenciar diferentes valores de energias. Isto contribui para determinar não somente a atividade de amostras radioativas, e por extensão, obter a probabilidade de emissão de fótons, também calcular meias-vidas de radiofármacos ou controlar a presença de impurezas gama-emissoras, além de estimar os componentes relevantes de incerteza associados, de modo a capacitar os laboratórios de espectrometria gama, tendo como meta a acreditação apoiada nos requisitos da Norma 17025:2017.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Elaboração de planilhas estruturadas para cálculo da grandeza atividade com respectivos fatores de correções e avaliação de incertezas associadas, considerando todos os componentes relevantes que contribuem para a incerteza padrão combinada e sua validação numérica.

3.1. Detalhamento do cálculo da atividade

O núcleo de um átomo é instável, esta instabilidade chama-se Radioatividade e para buscar sua estabilidade realizam transformações de modo aleatório. Contudo, para uma grande quantidade de átomos, o número de transformações por segundo é proporcional ao número de átomos que estão por se transformar naquele instante. A probabilidade de decaimento por núcleo por segundo deve ser

constante, que é denominada de Constante de Decaimento (λ). A taxa de mudanças, ou transformações por unidade de tempo dos átomos instáveis é chamada de Atividade (GILMORE, 2008). Assim $n(t)$ é o número de átomos de uma amostra, no instante t , sendo a atividade $A(t)$ expressa por:

$$A(t) = \frac{dn(t)}{dt} = -\lambda n(t) \quad (1)$$

A unidade de atividade é o becquerel (Bq), que corresponde a uma desintegração por segundo, definida pelo Sistema Internacional (SI). A atividade depende então do número de núcleos presentes e da constante de decaimento. Se A_0 é a atividade no instante $t = 0$, ao integrar a equação anterior, calcula-se a atividade no instante t , por:

$$A(t) = A_0 \cdot e^{-\lambda t} \quad (2)$$

3.2. Método comparativo amostra-padrão

A obtenção dos espectros para amostra e padrão é feita utilizando-se programa de aquisição e análise de dados, *Maestro for Windows*, o qual é previamente calibrado. Os espectros obtidos são armazenados em arquivos eletrônicos. O tempo de contagem deve ser estabelecido de modo a se acumular, acima de 10000 contagens, para cada fotopico. Para medições repetidas, a taxa de contagem para o padrão deve ser determinada a partir da média aritmética destas medições, no tempo de contagem definido e obter o desvio padrão. São corrigidas as contagens para o decaimento radioativo, usando a data de referência, subtraindo as contagens da radiação de fundo na mesma região de interesse. O tempo de contagem para a radiação de fundo pode ser suficiente para acumular uma taxa de contagem com a menor incerteza possível, por exemplo, cerca de 180.000 segundos. A atividade é calculada quando em ampola ou frasco pela relação:

$$A(a) = A(Pm) \frac{m(P) \cdot cps(a)}{m(a) \cdot cps(P)} \cdot Fc \quad (3)$$

em que:

$A(Pm)$: atividade por unidade de massa do padrão (Bq/g), corrigida para a data de referência.

$cps(a), cps(p)$: taxa de contagem de fotopico (contagens por segundo) na energia E selecionada, para amostra e padrão, respectivamente, já subtraída da radiação de fundo.

E quando fonte puntiforme:

$$A(a) = A(Pd) \frac{cps(a)}{cps(P)} \cdot Fc \quad (4)$$

em que:

$A(Pd)$: atividade total do padrão (Bq), corrigida para a data de referência.

$cps(a), cps(p)$: taxa de contagem de fotopico (contagens por segundo) na energia E selecionada, para amostra e padrão; e

Fc : são correções para decaimento durante a contagem, para radionuclídeos meias-vidas curtas, e para a data de referência.

3.3. Método da curva de eficiência

Este método é empregado quando o laboratório não dispõe de padrões de mesma natureza do radionuclídeo a ser calibrado. Para cumprir este propósito o padrão deve emitir raios gama em energias bem discriminadas; ter conhecidas suas intensidades relativas com incerteza em torno de 1%; e ter meia-vida longa. Os mais utilizados com energias na região entre 50 e 2000 keV são Eu-152, Ho-166m, Ba-133, Mn-54, Cs-137, Co-57, Co-60, Zn-65, Cd-109, Y-88, Ce-139 e Am-241. Seus parâmetros nucleares são listados em Tabelas de Radionuclídeos (DAMRI, 1991; DELGADO, 2002). O Laboratório de Metrologia de Radionuclídeos dispõe dos padrões como os citados acima em geometrias de ampola e frasco ou puntiformes rastreados ao Sistema Internacional de Referência (SIR/BIPM).

Quando possível devem ser utilizados em arranjos cujas distâncias estejam acima de 10 centímetros do topo do detector, de modo a se negligenciar contribuições devidas ao efeito soma e empilhamento de pulso. Para os radionuclídeos multigamas, consideram-se os fotopicos mais intensos. A obtenção dos espectros para amostra e padrão é feita utilizando-se programa de aquisição de dados, *Maestro for Windows*, o qual é previamente calibrado. Para construir a curva de eficiência do sistema de espectrometria gama, utiliza-se uma planilha em EXCEL com os seguintes dados: energia, intensidade, atividade do padrão, data de referência, data da medição, contagem, tempo de contagem, eficiência calculada. Estes parâmetros de entrada são informados com as incertezas associadas.

Calcular a eficiência, em função da energia, de acordo com a relação:

$$E(E_i) = \frac{cps(E_i)}{A(p) \cdot I(E_i)} \quad (5)$$

em que:

$cps(E_i)$: taxa de contagem em cada energia

$A(Pd)$: atividade do padrão corrigida para data de referência, em Bq

$I(E_i)$: intensidade de emissão gama para cada energia

Com isto se obtém o par ordenado $\varepsilon(E_i)$ versus E_i . Deve-se usar no mínimo 10 pares para construção da curva. Uma vez obtido o conjunto de valores $\varepsilon(E_i) \times E_i$, passa-se a ajustá-los a uma função do tipo:

$$\log(\varepsilon) = \sum_{n=0}^m a_n [\log(E)]^n \quad (6)$$

em que:

ε : eficiência de fotopico

E_i : energia da radiação

$a_0, a_1 \dots a_n$: coeficientes determinados pelo algoritmo de ajuste

Para efetuar o ajuste, faz-se uso do método dos mínimos quadrados. Após a impressão do ajuste dos dados, verifica-se a adequação do mesmo por meio do coeficiente de correlação linear (r) obtido. As medições para a amostra são feitas nas mesmas condições adotadas para o padrão. Interpolar cada energia de interesse da amostra, usando o código de ajuste, de modo a obter a eficiência correspondente (DELGADO, 2000).

A atividade da amostra em cada linha de energia é calculada, conforme relação abaixo:

$$A(a) = \frac{cps(E_i)}{\varepsilon(E_i) \cdot I(E_i)} \cdot Fc \quad (7)$$

em que:

$cps(E_i)$: taxa de contagem da amostra em uma dada energia

$\varepsilon(E_i)$: eficiência interpolada para mesma energia.

$I(E_i)$: intensidade relativa correspondente a energia considerada.

Fc : são correções para decaimento durante a contagem, para radionuclídeos meias-vidas curtas, e para a data de referência.

Quando considerar mais de uma energia no espectro de uma amostra, a atividade média deve ser determinada.

A tabela 1 lista os principais dados de entrada, tanto para amostra como para o padrão, os quais foram utilizados como parâmetros no cálculo dos valores de atividade.

3.4. Avaliação de incertezas

Os principais parâmetros que influenciam no resultado final da atividade e na estimativa da incerteza associada para este processo são:

Tipo A: Contagens correspondentes às áreas de pico na energia de interesse da amostra e do padrão.

Tipo B: 1) Atividade certificada do Padrão, 2) Massa da amostra e correção de geometria, 3) Fator de correção para decaimento durante a contagem, 4) Fator de correção para decaimento entre as medições de cada amostra, 5) Meia-vida, 6) Posicionamento da amostra e do padrão, 7) Tempo morto, 8) Efeito soma, 9) Empilhamento de pulsos, 10) Fator de absorção, 11) Fator de auto-absorção, 12) Radiação de fundo e 13) Interferências espectrais.

O critério para rejeitar os componentes de incertezas pode-se dá para valores individuais inferiores, por exemplo, a 0,2%. O Guia para a Expressão da Incerteza de Medição (GUM) indica que os componentes de incerteza relativa (%) são combinados quadraticamente para obter a incerteza relativa padrão combinada do resultado da medição (JCGM, 2008).

Tabela 1. Dados de entrada são inseridos diretamente pelo usuário para o cálculo de atividade com o método amostra-padrão.

Amostra	Padrão
Radionuclídeo	Forma física
Código	Atividade
Massa(g)	Data/Hora _{Referência}
Data/Hora _{Referência}	Massa(g)
Data/Hora _{Medida}	u_A, u_B
Posição	Data/Hora _{Medida}
Tempo Real(s)	Posição
Tempo Vivo (s)	Tempo vivo (s)
Energia (keV)	Energia (keV)
Contagem	Contagem
Incerteza Contagem(%)	Incerteza Contagem (%)
Background	Background

3.5. Equações dos componentes principais

Os cálculos obtidos pelas equações para estimativa da incerteza a partir da entrada de dados podem ser encontrados em (GILMORE, 2008).

3.6. Verificação e Validação de planilhas

Segundo a Norma 17025:17, no que diz respeito ao controle de dados quando se usa planilha ou *software*, a verificação ou validação dos dados deve ocorrer antes de serem utilizados. Especificamente o item 3.8 define verificação como o “fornecimento de evidência objetiva de que um dado item atende a requisitos especificados” enquanto que validação no item 3.9 é a “verificação na qual os requisitos especificados são adequados para um uso pretendido”. Este procedimento deve ser feito de modo independente, usando-se, por exemplo, calculadora, outra planilha ou programa de livre acesso.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Determinação da atividade e validação numérica

Foi estruturada uma planilha para determinação de atividade de uma amostra radioativa pelo método amostra-padrão e curva de eficiência. A figura 1 mostra um exemplo de planilha Excel destacando os dados de entrada e o resultado para o cálculo de atividade pelo método padrão-amostra.

IRD		Determinação da atividade						LNMRI LABORATÓRIO NACIONAL DE METROLOGIA DAS RADIÇÕES IONIZANTES			
DADOS DE ENTRADA						RESULTADOS					
Planilha		Pedido		Posição		Atividade			1830,9001	Bq/g	
Método		Data		Ciclo		u_A	u_B	u_C	$U_r(k=2)$	%	
Número		Detector				0,42	0,48	0,6	1,28	%	
AMOSTRA											
DADOS DA AMOSTRA				ENTRADA DAS CONTAGENS				RESULTADOS DAS CONTAGENS			
Radionuclídeo	Ba_133	Data/Hora Ref.	02/09/2015 12:00:00	Energia(keV)	CTG contagem	u_{CTG}	Rad.Fundo	$u_{CTG}(\%)$	CPS	CPS corr	A (Bq/g)
Código		Data/Hora Med.	04/02/2016 10:13:25	276,40	37280,00	330,00	0,00	0,89	0,47	0,4721	1780,797
m (g)	1	Posição	2	302,85	89439,00	419,00	0,00	0,47	1,13	1,1326	1779,891
$u_{massa-Geometria}(\%)$	0,2	$t_{ef}(\%)$	0,20	356,02	272135,00	620,00	0,00	0,23	3,45	3,4461	1780,829
$T_{1/2}(d)$	3849,652788	$\Delta t_R(s)$	79132,78								
$U_{T1/2}(d)$	2,1914532	$\Delta t_V(s)$	78975,42								
$U_{T1/2}(\%) (d)$	0,06										
$T_{1/2}(s)$	332610001										
$U_{T1/2}(s)$	189341,5565										
$U_{T1/2}(\%) (s)$	0,06										
$\lambda (s^{-1})$	2,08396E-09										
$u_A (s^{-1})$	-1,18632E-12										
PADRÃO											
DADOS DO PADRÃO				ENTRADA DAS CONTAGENS				RESULTADOS DAS CONTAGENS			
Radionuclídeo	Ba_133	Data/Hora Med.	29/01/2016 06:57:15	Energia	CTG contagem	u_{CTG}	Rad. Fundo	$u_{CTG}(\%)$	CPS	CPS corr	
Forma física	Sólido(PVC)	Posição		276,40	41088,00	242,00	0,00	0,59	13,28	13,30	
Código	26 S 08	$t_{ef}(\%)$	3,07	302,85	98625,00	342,00	0,00	0,35	31,89	31,92	
A (mCi)	13,29	$\Delta t_R(s)$	3190,84	356,02	299927,00	561,00	0,00	0,19	96,97	97,08	
Data/Hora Ref.	21/05/1981 12:00:00	$\Delta t_V(s)$	3092,84								
Massa(g)	1	$\Delta t_{cat} \text{ Med Amostra } (d)$	12676,92598								
$u_A(\%)$	0,09	$\Delta t_{cat} \text{ Med Amostra } (s)$	1095286405								
$u_B(\%)$	0,41	A (mCi/g)	1,355912586								
$T_{1/2}(d)$	3849,652788	A (Bq/g)	50168,76567								
$T_{1/2}(s)$	332610000,9	$U_r(\%)$	0,42								

Figura 1. Dados de entrada de uma fonte padrão de ^{133}Ba — como exemplo de radionuclídeo emissor de múltiplas energias gama— que podem ser inseridos diretamente pelo usuário (amarelo). Os cálculos são feitos automaticamente (cinza) a partir da entrada de dados.

Ao escolher qualquer radionuclídeo de interesse são fornecidos automaticamente alguns parâmetros característicos necessários, retirados de uma biblioteca de dados nucleares construída especificamente para atender o trabalho de rotina do laboratório, por meio da técnica de espectrometria, e também dados associados às fontes radioativas de uso corrente.

Em suma, a planilha fornece a atividade (Bq/g) final e um relatório detalhando as energias de emissão escolhidas e fatores de correção.

Como mencionado na clausula 5.4.7 da Norma ISO IEC 17025:2017 sobre controle de dados, quando se usa um programa computacional, uma validação adequada do *software* deve ser feita antes do seu uso. Tal validação deve ser obtida usando outro programa independente, calculadora de mesa ou planilha. Esta planilha de cálculo do Excel aqui apresentada foi validada verificando os cálculos confrontando com os resultados numéricos rotineiros para calibração de Radionuclídeos, como descrito a seguir. Os valores testes para a determinação da atividade, embora escolhido por sua simplicidade, são representativos de valores típicos obtidos por medições de radionuclídeos emissores gama usados para fins metrológicos.

Os resultados numéricos obtidos rotineiramente na calibração de Radionuclídeos foram comparados com os resultados numéricos por esta planilha desenvolvida. Pode-se observar que os resultados idênticos conforme a tabela 2, adotando três como o número máximo de algarismos significativos. A validação foi feita para calibração de uma fonte de ^{133}Ba tendo como atividade por unidade de massa a grandeza a ser medida para amostra. Logo se alcançou uma concordância precisa para todos os resultados numéricos, validando a planilha de cálculo aqui desenvolvida para determinação da grandeza atividade em espectrometria gama, preenchendo consequentemente os requisitos de validação exigidos pela Norma 17025:2017.

Tabela 2. Valores de validação para ^{133}Ba utilizados como entrada para determinação da atividade.

Valores Testados		Calculadora Eletrônica	
Energia	A (Bq/g)	Energia	A (Bq/g)
276,4	1780,797	276,4	1780,797 ✓
302,8	1779,891	302,8	1779,891 ✓
356,0	1780,829	356,0	1780,829 ✓

4.2. Estimativa da incerteza e validação numérica

Para estimativa da incerteza em Espectrometria Gama os componentes listados são combinados quadraticamente para obter a incerteza relativa padrão combinada do resultado da medição (JCGM, 2008; CECCATELLI, 2017). As fontes de incerteza que são inseridas diretamente pelo usuário com a descrição “Entrada Direta”.

Tabela 3. Lista os componentes de incerteza utilizada na planilha de cálculo que geralmente são consideradas como principais em Espectrometria Gama.

Componentes de incerteza	Método para quantificação
Repetibilidade	Entrada direta
Reprodutibilidade	Entrada direta
Atividade do padrão	Entrada direta
Área líquida de pico para amostra	Entrada direta
Área líquida do pico para padrão	Entrada direta
Massa da amostra (repetibilidade)	Entrada direta
Volume quando se aplica	Calculado a partir da entrada
Empilhamento de pulsos	Entrada direta
Correções	Calculado a partir da entrada
Background	Calculado a partir da entrada
Geometria e auto-atenuação	Entrada direta
Soma de coincidência verdadeira (padrão)	Entrada direta
Soma de coincidência verdadeira (amostra)	Entrada direta
Interferência espectral	Calculado a partir da entrada
Tempo morto	Calculado a partir da entrada
Correção de decaimento	Calculado a partir da entrada
Posicionamento	Entrada direta
Dados atômicos e nucleares	
Meia-vida do radionuclídeo ($T_{1/2}$)	Entrada direta
Intensidade da energia de emissão, $I(\gamma)$	Entrada direta
Intensidade da linha γ (radionuclídeo interferente)	Entrada direta

Com isto, foi estruturada uma planilha para estimativa de incerteza. A figura 2 mostra um exemplo de planilha de cálculo aqui desenvolvida em EXCEL destacando os dados de entrada e o resultado para estimativa de incerteza.

IRD		Estimativa da incerteza				LNMRI LABORATÓRIO NACIONAL DE METROLOGIA DAS RADIAÇÕES IONIZANTES				
Selecionar	Massa	Data		Resp. técnico						
Interf. Spectral	Não	Modelo Equip.		Método						
Energia	Mono	Modelo Equip.		Fonte						
MULTI ENERGIA / AMOSTRA										
ENERGIA	CTG _{contagem}	U _{CTG}	Rad.Fundo	U _{CTG(%)}	CPS	CPS _{corr.}	u _a (%)	u _b (%)	U _c	U _r (%)
276,40	37280,00	330,00	0,00	0,89	12,054	12,055	1,06	0,48	1,17	2,34
302,85	89439,00	419,00	0,00	0,47	1,132	1,133	0,58	0,48	0,76	1,51
356,02	272135,00	620,00	0,00	0,23	3,446	3,446	0,29	0,48	0,57	1,13
								0,48		
								0,48		
								0,48		
								0,48		
								0,48		
								0,48		
								0,48		
MULTI ENERGIA / PADRÃO										
ENERGIA	CTG _{contagem}	U _{CTG}	Rad.Fundo	U _{CTG(%)}	CPS	CPS _{corr.}	u _a (%)	u _b (%)	U _c	U _r (%)
276,40	41088,00	242,00	0,00	0,59	13,285	13,300	1,06	0,48	1,17	2,34
302,85	98625,00	342,00	0,00	0,35	31,888	31,924	0,58	0,48	0,76	1,51
356,02	299927,00	561,00	0,00	0,19	96,975	97,082	0,29	0,48	0,57	1,13
								0,48		
								0,48		
								0,48		
								0,48		
								0,48		
								0,48		
								0,48		

Figura 2. Dados de entrada de uma fonte padrão de ¹³³Ba inseridos diretamente pelo usuário (amarelo), enquanto cálculos são feitos automaticamente (cinza) a partir da entrada de dados.

Todas as grandezas e unidades são dadas de acordo com a nomenclatura / terminologia dos documentos relevantes da ISO (ISO, 2009; JCGM, 2012). Dados de decaimento nuclear são fornecidos a partir da escolha do radionuclídeo de interesse. Podem-se estimar a incerteza para radionuclídeos emissores de múltiplas energias gama.

Os valores de teste para a estimativa dos componentes de incerteza, embora escolhidos por sua simplicidade, são representativos de valores típicos obtidos para calibração de Radionuclídeos em espectrometria gama.

Tabela 4. Estimativa de incerteza com valores de validação para ¹³³Ba

Valores Testados		Calculadora Eletrônica	
Energia (keV)	U _T (%)	Energia (keV)	U _T (%)
276,4	2,34	276,4	2,34 ✓
302,8	1,51	302,8	1,51 ✓
356,0	1,13	356,0	1,13 ✓

A validação foi feita com os dados de ^{133}Ba e os resultados numéricos da incerteza padrão combinada relativa obtidos rotineiramente na calibração de Radionuclídeos foram comparados com os resultados numéricos pela planilha desenvolvida. Pode-se observar que os resultados idênticos conforme a tabela 4. O número de algarismos significativos máximos pode ser definido pela própria planilha. Logo se alcançou uma concordância para todos os resultados numéricos, validando a planilha de cálculo para estimativa da incerteza em espectrometria gama preenchendo consequentemente os requisitos de validação exigidos pela Norma 17025:2017.

5. CONCLUSÃO

Um procedimento rotineiro por meio do uso de planilha para determinação de atividade e estimativa de incerteza de medição de resultados obtidos por espectrometria gama foi elaborado e validado com dados nucleares de ^{133}Ba — por ser emissor de múltiplas energias gama— usando outra planilha para calibração de fontes radioativas no Laboratório de Radionuclídeos. Esta planilha utilizada de modo prático e fácil pode fornecer aos diferentes laboratórios que usam a técnica de espectrometria gama, — como exemplo, para: monitoração ambiental com amostras de filtro de ar, água, solo e sedimento; análise de materiais NORM e TENORM; identificação de produtos de fissão; inspeção em salvaguardas nucleares; ativação neutrônica; ou medicina nuclear — uma ferramenta não somente para obter a atividade de uma amostra radioativa quanto a estimativa de suas incertezas. A planilha desenvolvida atende as exigências de conformidade presente na nova edição da Norma 17025:2017 e fornece suporte aos laboratórios de espectrometria gama com vistas à acreditação no uso das técnicas analíticas com espectrometria gama. A boa concordância dos resultados numéricos obtidos usando validação cruzada com outra planilha rotineira qualifica esta para o propósito almejado. Esta planilha estará disponível no sistema corporativo para gestão da qualidade do IRD (SUITE SE), a qual pode prover suporte e confiabilidade aos laboratórios de padronização de fontes radioativas emissores gama do LNMRI, e por extensão, aos diversos usuários.

6. REFERÊNCIAS

ABNT NBR ISO/IEC 17025. Requisitos Gerais para Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração, 2017.

CECCATELLI, A; DYBDAL, A; FAJGELJ, A; PITOIS, A. Calculation spreadsheet for uncertainty estimation of measurement results in gamma-ray spectrometry and its validation for quality assurance purpose, 2017, Applied Radiation and Isotopes 124, p.7-15.

DAMRI, Radionuclídeos. Département des Applications et de la Métrologie des Rayonnements Ionisants, 1991, CEA – FRANCE.

DEAN, J C J ,BURKE, M. An Intercomparison of ^{222}Rn Measurement Systems in European Laboratories, 1994. Nuclear Instruments and Methods, v.A339, p.264.

DEBERTIN,K,GROSSWENDT, B. Efficiency Calibration of Semiconductor Detector by Primary Standard Sources and Monte Carlo Calculation,1982, Nuclear Instruments and Methods,v.203, p.343.

DDEP, Decay Data Evaluation Project, Recommended Data, 2016, (http://www.nucleide.org/DDEP_WG/DDEPdata.htm) (web page consulted in November 2016).

DELGADO, J U , Probabilidades de Emissão X e Gama Determinadas Por Espectrometria em Regiões Complexas, 2000.

DELGADO J U, MOREL J, ETCHEVERRY, M. Measurements of photon emission probabilities from the decay ^{226}Ra , 2002. Applied Radiation and Isotopes, 56, p.137 – 140.

FUNCK, E; SCOTZIG, U. WALZ, K.. Standardization and decay data of ^{169}Yb , 1983. J.app.Radiat.Isot., v.34(8), p.1215

GILMORE G., HEMINGWAY, J D. Practical Gamma-ray Spectrometry, 2a. ed. Chichester, John Wiley & Sons, 2008.

JCGM, 2008. Evaluation of Measurement Data – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, GUM 1995 with minor corrections, 100:2008.

NIST, Standard Reference Material 4927F, Hydrogen-3 Radioactivity Standard, Certificate, available upon request and at <http://ts.nist.gov/measurement-services/referencematerials/S>, 2000.