



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

233 264

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 19 05 83

(21)

/ PV 3512-83/

(51) Int. Cl.³ G 01 T 1/11

(40) Zveřejněno

14 05 84

(45) Vydáno

01 04 87

(75)

Autor vynálezu

KVAPIL JOSEF ing., CSc., KVAPIL JIŘÍ ing., CSc., TURNOV, PERNER BOHUMIL ing., CSc.,
OHRAZENICE, BLAŽEK KAREL ing., TURNOV, MÁNEK BŘETISLAV ing., KOBEROVY, HAVRDLÍK
MIROSLAV, TURNOV, TROUSIL JAROSLAV Dr. CSc., ŠTVERAK BOHUMIL ing., CSc.,
PLIČTA JIŘÍ ing., CSc., PRAHA

(54)

Způsob přípravy korundu pro dosimetrické účely

Způsob přípravy korundu pro dosimetrické účely s vysoce stabilními dosimetrickými vlastnostmi, čehož se dosáhne zahřevem oxidu hlinitého obsahujícího 10^{-3} až 10^0 hmot. % iontů alkalických zemin a případně ještě $5 \cdot 10^{-5}$ až 10^{-2} hmot. % iontů titanu na teplotu 1000 až 1800 °C po dobu 0,5 až 30 h v atmosféře, obsahující volný kyslík a následujícím zahřevem na teplotu 1200 až 2000 °C po dobu 0,5 až 15 h v atmosféře obsahující volný vodík.

Vynález se týká ^{postupu} přípravy korundu, vhodného jako materiál pro termoluminiscenční dosimetry.

Korund je vhodným materiálem pro detekci ionizujícího záření na principu termoluminiscence. V současné době je popsána řada způsobů jak složením a obsahem barevných center, respektive vakancí se ovlivňují termoluminiscenční vlastnosti. Je rovněž publikována řada prací, v nichž jsou popsány termoluminiscenční vlastnosti, ale složení materiálu a jeho zpracování je známo neúplně nebo vůbec ne. Ze známých termoluminiscenčních materiálů jeví se jako perspektivní korund s obsahem iontů hořčíku. Příměs těchto iontů zásadně stimuluje termoluminiscenční emisi korundu, avšak nedefinované složení, respektive tepelné, případně předchozí radiační zpracování vylučovalo dosud praktické využití tohoto materiálu. V praxi se ukazuje, že vysokou citlivostí, jednoduchým průběhem termoluminiscenční emise v modrofialové, pro detekci příznivé oblasti spektra a vysokou reprodukovatelností naměřených hodnot se vyznačuje korund s příměsí hořečnatých iontů.

Korund s uvedenými vlastnostmi lze připravit způsobem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že oxid hlinitý, obsahující příměs 10^{-3} až 10^0 hmotnostních % iontů alkalických zemin se vystaví záhřevu v atmosféře, obsahující 1 až 100 obj.% volného kyslíku na teplotu 1000 až 1800 °C po dobu 0,5 až 30 h a poté se vystaví záhřevu v atmosféře, obsahující volný vodík na teplotu 1200 až 2000 °C po dobu 0,5 až 15 h.

První zahřívání v atmosféře, obsahující uvedené dostatečné množství volného kyslíku, které lze vhodně spojit i s přípravou oxidu hliníku z jiných sloučenin hliníku, vytvoří v oxidu hlinitém kationtové vakance, respektive eliminuje nadbytek kovových iontů, obvyklých u korundu připraveného z taveniny v redukčních podmínkách. Dalším zahříváním ve vodíku se v korundové mřížce zabudují vodíkové ionty a odstraní nadbytek iontů kyslíkových. Tím se vytvoří materiál, který vykazuje dobrou termoluminiscenční odezvu na přijatou dávku ionizujícího záření s jedním teplotním maximem při 150 až 200 °C a emisí v modré oblasti spektra. Stabilita, respektive reprodukovatelnost termoluminiscenční odezvy se dále zvýší, když výchozí oxid hlinitý obsahuje $5 \cdot 10^{-5}$ až 10^{-2} hmot.% iontů titanu.

Způsobem podle vynálezu lze připravit korund pro dosimetrické účely a to buďto bez citlivosti ke světlu, nebo, pokud obsahuje větší množství titanu, s citlivostí ke světlu, ale s jinak mimořádně stabilními vlastnostmi dosimetrickými.

Příklad 1

100 g krystalického síranu hlinitoamonného $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ a 2 g krystalického síranu hořečnatého $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ bylo rozpuštěno ve vodě a ze vzniklého roztoku byl čpavkem vysrážen hydroxid hlinitý, obsahující veškerý přidaný hořčík. Hydroxid byl promyt vodou, vysušen a vystaven teplotě 1200 °C na vzduchu po dobu 6 h. Poté byl vzniklý oxid hlinitý vystaven teplotě 1600 °C v atmosféře, obsahující 75 obj.% dusíku a 25 obj.% vodíku po dobu 12 h. Takto připravený práškovitý korund vykazoval reprodukovatelné odezvy na rentgenové záření a byl použit jako náplň do skleněných trubičkových dosimetrů.

Příklad 2

Monokrystaly korundu, obsahující 0,003 hmot.% vápníku a 0,0004 hmot.% titanu byly vypěstovány Czochralskiho metodou v neutrální prostředí čistého helia a po ozáření γ zářením ze zdroje Co60 nevykazovaly téměř žádnou termoluminiscenční

odezvu. Proto byly nejprve vystaveny teplotě 1600 °C v atmosféře kyslíku po dobu 25 h a poté ve vodíku teplotě 1950 °C po dobu 5 h. Z monokrystalů byly poté zhotoveny destičky o síle 1 mm o průměru 8 mm, které s ohledem na vysokou a dobře reprodukovatelnou termoluminiscenční odezvu na ionizující záření byly použity jako aktivní materiál dosimetrů.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

233 264

1. Způsob přípravy korundu pro dosimetrické účely, vyznačený tím, že oxid hlinitý obsahující 10^{-3} až 10^0 hmotnostních % iontů alkalických zemin se zahřívá v atmosféře obsahující 1 až 100 obj.% volného kyslíku na teplotu 1000 až 1800 °C po dobu 0,5 až 30 h, načež se znovu zahřívá na teplotu 1200 až 2000 °C po dobu 0,5 až 15 h v atmosféře obsahující volný vodík.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že oxid hlinitý obsahuje navíc $5 \cdot 10^{-5}$ až 10^{-2} hmotnostních % iontů titanu