



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 17.04.79 (P. 214 955)

Pierwszeństwo: 05.06.78 Związek
Socjalistycznych Republik
Radzieckich

Zgłoszenie ogłoszono: 11.02.80

Opis patentowy opublikowano: 25.06.1985

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Główny Urząd Patentowy

Int. Cl.³

GOIT 1/11

Twórcy wynalazku: Zigurd Arturovič Grant, Maiga Martynova Grube,
Vitalij Isakovič Gotlib

Uprawniony z patentu: Institut Fiziki Akademii Nauk Latvijskoj SSR,
Salaspils; Riżskij Medicinskij Institut, Ryga
(Związek Socjalistycznych Republik Radzieckich)

Sposób wytwarzania detektora dla dozymetrii termoluminescencyjnej

1

Wynalazek dotyczy dziedziny dozymetrii promieniowania jonizującego, a w szczególności sposobów wytwarzania detektorów dla dozymetrii termoluminescencyjnej, stosowanej w radiologii medycznej, przy kontroli dozymetrycznej dawek indywidualnych i w urządzeniach, stosowanych w dziedzinie ochrony środowiska zewnętrznego człowieka.

Znany jest detektor dla dozymetru termoluminescencyjnego otrzymanego na podstawie związku jonowego, wytwarzanego w postaci luźnego proszku.

Jednakże takie detektory odznaczają się znaczną tryboluminescencją, znacznie obniżającą ich czułość. Poza tym detektory w postaci luźnego proszku są niewygodne w stosowaniu.

Bardziej wygodnym w stosowaniu jest detektor, wykonany w postaci proszku sklejonego lub sprasowanego, umieszczonego w specjalnej obudowie ze ściankami przezroczystymi.

Tryboluminescencja takich detektorów jest nieco mniejsza, jednakże ich wytwarzanie jest bardziej skomplikowane, a oprócz tego obudowa detektora może sama promieniować, obarczając wyniki pomiarowe błędami.

Znany jest sposób wytwarzania dozymetrów, działających na zasadzie luminescencji termicznej, mających postać pastylek, otrzymywanych poprzez prasowanie sproszkowanego związku jonowego (patrz, na przykład, opis patentowy NRD nr 42 614). Jednakże takie detektory dają wiarygodne wyniki tylko przy jednorazowym użyciu, ponieważ w pro-

2

cesie obróbki termicznej przy odczytywaniu wyniku pomiaru następują mikrouszkodzenia struktury detektora, przedstawiające sobą cząsteczki proszku połączone ze sobą mechanicznie. Obecność uszkodzeń mechanicznych w strukturze doprowadza do zmniejszenia czułości detektora.

Znany jest oprócz tego sposób wytwarzania detektorów dla dozymetru termoluminescencyjnego, polegający na chodowaniu monokrystalów, wycinaniu z nich pastylek o wymaganych wymiarach i polerowaniu powierzchni takiej pastylki (patrz, na przykład, Kudelin K.M., Pribory i technika eksperymentu, 1967, nr 6, 162—163).

Taki sposób wytwarzania detektorów jest drogi i długotrwały. Oprócz tego w wyniku polerowania mechanicznego na powierzchni detektora powstaje tak zwana warstwa naruszona o grubości około 1 mkm. Podobna warstwa powstaje również na powierzchni detektorów, wytwarzanych opisanym wyżej sposobem prasowania.

Warstwa naruszona o zniekształconej strukturze krystalicznej odznacza się, po pierwsze, silnie rozbudowaną powierzchnią, przyspieszającą pochłanianie gazów atmosferycznych i powodującą następnie chemoluminescencję, a po drugie taki detektor jest czuły względem oddziaływań mechanicznych, wywołujących tryboluminescencję detektorów, to znaczy wytwarza sygnał tła, obniżający czułość detektora.

I wreszcie znany jest sposób wytwarzania de-

tektorów dla dozymetru termoluminescencyjnego w postaci pastylki, polegający na przekształcaniu sproszkowanego związku jonowego w próżni lub w atmosferze gazu obojętnego (patrz świadectwo autorskie ZSRR nr 212 379). W tym przypadku pastylka ma strukturę złożoną z wielkiej liczby monokryształów, połączonych ze sobą siłami międzycząsteczkowymi. W wyniku tego taka struktura jest stabilna względem oddziaływań mechanicznych. Jednakże powierzchnia pastylki, wytworzonej tym sposobem, zależy od stanu powierzchni tygla, w którym przeprowadza się krystalizację, i nie jest dostatecznie gładka. Powoduje to zmniejszenie powtarzalności wyników pomiarów.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu wytwarzania detektora zapewniającego możliwość otrzymywania detektorów o zwiększonej czułości i o zwiększonej wiarygodności odtwarzania wyników pomiarów przeprowadzonych za pomocą detektora dla dozymetrii termoluminescencyjnej.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania detektora dla dozymetrii termoluminescencyjnej ze sproszkowanego związku jonowego typu KCl , $LiNiO_3$, CaF_2 , LiF , Al_2O_3 i/lub innego polegający na tym, że ze sproszkowanego związku jonowego formuje się pastylkę. Zgodnie z wynalazkiem pastylkę formuje się poprzez przetrzymanie związku wyjściowego w próżni lub w atmosferze gazu obojętnego przy temperaturze przewyższającej temperaturę topnienia związku wyjściowego o $30-100^\circ C$, aż do całkowitego stopnienia się tego związku, a następnie pastylkę ochładza się do temperatury o $150-200^\circ C$ niższej od temperatury topnienia związku wyjściowego z szybkością $0,5-2$ stopni $C/min.$, tak, iż uzyskuje się detektor, którego wewnętrzna struktura ma postać dużej liczby bloków monokrystalicznych połączonych ze sobą siłami międzycząsteczkowymi. Ochłodzoną pastylkę poddaje się polerowaniu chemicznemu. Powierzchnię pastylki poleruje się z dokładnością nie gorszą od $0,1 \mu m$.

W przypadku wytwarzania detektora na podstawie fluorku litu polerowanie chemiczne przeprowadza się w stężonym kwasie ortofosforowym, a następnie pastylkę przemywa się w wodzie destylowanej.

Detektor dla dozymetrii termoluminescencyjnej wytworzony zgodnie z wynalazkiem, nadaje się do wielokrotnego wykorzystania. Odnacza się przy tym dużą czułością, jest wygodny w stosowaniu i prosty przy wytwarzaniu.

Istotą rozwiązania według wynalazku jest bliżej objaśniona w konkretnych przykładach jego realizacji.

Detektor dla dozymetrii termoluminescencyjnej, wytworzony sposobem według wynalazku przedstawia sobą pastylkę, otrzymaną na podstawie związku jonowego składającą się z wielkiej liczby bloków monokrystalicznych połączonych ze sobą siłami międzycząsteczkowymi. Pastylka może mieć dowolne wymagane kształty i wymiary. Jako związki jonowe mogą być wykorzystane KCl , $LiNiO_3$, CaF_2 , LiF , Al_2O_3 itd.

Detektor według wynalazku może być wytworzony w sposób następujący. Jako surowiec wyjściowy wykorzystuje się związek jonowy sproszkowany. Proszek zasypuje się do tygla, mającego kształt pastylki i przetrzymuje się w próżni lub w atmosferze gazu obojętnego — argonu lub helu — przy temperaturze, przewyższającej o $30-100^\circ C$ temperaturę topnienia surowca wyjściowego aż do momentu całkowitego stopnienia się tego surowca — w ciągu $15-45$ minut. Następnie detektor poddawany jest powolnemu z szybkością $0,5-2$ stopni C/min ochłodzeniu stopu do temperatury niższej od temperatury topnienia o $150-200^\circ C$. Przy tym następuje przekształcenie surowca wyjściowego i formowanie pastylki według kształtu tygla i otrzymuje się strukturę, mającą postać wielkiej liczby bloków monokrystalicznych połączonych wzajemnie siłami międzycząsteczkowymi.

W innym przykładzie realizacji detektora, wytworzonego w postaci pastylki, mającej strukturę, jaka była opisana powyżej, pastylka ma powierzchnię, obrobioną z dokładnością nie gorszą niż $0,1 \mu m$.

Taką powierzchnię pastylki można otrzymać w wyniku obróbki mechanicznej. Jednakże celowym jest uzyskiwać taką dokładność na drodze polerowania chemicznego, przeprowadzanego bezpośrednio po ochłodzeniu pastylki w procesie jej wytwarzania lub bezpośrednio przed zastosowaniem detektora.

W wyniku polerowania chemicznego na powierzchni pastylki nie tworzy się warstw naruszonych o zniekształconej strukturze krystalicznej, jak po obróbce mechanicznej. Detektor o takiej powierzchni praktycznie nie ma sygnału tła, ponieważ jest stabilny względem chemosorpcji pary atmosferycznej, wywołującej chemoluminescencję, oraz względem oddziaływań czynników mechanicznych, wywołujących tryboluminescencję. Odnacza się przy tym zwiększoną zdolnością powtarzania wyników pomiarów.

Przy wytwarzaniu detektora na podstawie fluorku litu polerowanie chemiczne należy przeprowadzać w stężonym kwasie ortofosforowym, a następnie wypolerowany detektor należy przemyć w wodzie destylowanej.

Dla większego zrozumienia istoty wynalazku poniżej podaje się konkretne przykłady wytwarzania detektorów według wynalazku.

Przykład I. Bierze się surowiec wyjściowy — proszek aktywowanego fluorku litu o średnicy ziaren $0,18-0,20$ mm. Temperatura topnienia tego materiału wynosi $862^\circ C$. Umieszcza się w tyglu grafitowym, mającym 25 wgłębień. Wymiary wgłębień: średnica 4 mm, głębokość 2 mm. Nagrzewa się ten tygiel w próżni przy temperaturze $950^\circ C$ w ciągu 15 minut. Przy tym surowiec wyjściowy ulega całkowitemu stopnieniu. Następnie roztopiony surowiec wyjściowy ochładza się z szybkością $0,6$ stopni C/min do temperatury $700^\circ C$ i dalej do temperatury pokojowej z szybkością 10 stopni C/min . Otrzymane pastylki wykorzystuje się jako detektory dla dozymetru termoluminescencyjnego. Badania dozymetru wskazują, że odnacza się on dobrymi właściwościami dozymetrycznymi: brakiem tryboluminescencji i wygodą zastosowania.

Przykład II. Bierze się pastylki, wytworzone w sposób, opisany w przykładzie I i pod-

daje się je polerowaniu chemicznemu w stężonym kwasie ortofosforowym przy temperaturze 130°C w ciągu 1,5–3 min. Następnie pastylki przemywa się najpierw w gorącej, o temperaturze 80–90°C, wodzie destylowanej, a następnie w zimnej wodzie destylowanej i wysusza się w powietrzu.

Wytworzone detektory poddawane były napromieniowaniu w polu promieniowania gamma, dawka wynosiła przy tym 0,01 rad, i wyświetlaniu na urządzeniu do pomiarów detektorów termoluminescencyjnych. Po przeprowadzeniu 40 kolejnych pomiarów przy wykorzystaniu jednego detektora, stwierdzono, że odchylenie średnie kwadratyczne wskazań detektora nie przekracza $\pm 4\%$.

Przy zastosowaniu niepolerowanych detektorów, wytworzonych w taki sposób, jak podano w przykładzie I, powtarzalność wyników pomiaru wynosi $\pm 10\%$, z powodu mniejszej wartości stosunku sygnału do szumu.

Przykład III. Bierze się surowiec wyjściowy — proszek niobianu litu o temperaturze topnienia 1260°C i średnicy ziaren 0,1–0,2 mm, zasypuje się do tygla platynowego i nagrzewa się przy temperaturze 1290°C do całkowitego stopienia proszku. Następnie stop ochładza się z szybkością nie większą niż 50 stopni C/min do temperatury pokojowej. Otrzymane tabletki poddaje się polerowaniu chemicznemu w roztworze, zawierającym 1 część objętościową kwasu fluorowodorowego i 3 części objętościowe stężonego kwasu azotowego przy temperaturze 50–80°C w ciągu 5–8 min, po czym przemywa się pastylki w wodzie destylowanej i suszy się w powietrzu.

Wytworzone w ten sposób detektory poddawane były napromieniowaniu w polu promieniowania gamma. Dawka promieniowania wynosiła 10^8 rad. Powtarzalność pomiarów wynosiła $\pm 5\%$.

Przykład IV. Bierze się surowiec wyjściowy — proszek chlorku potasu o temperaturze topnienia 770°C i średnicy ziaren 0,1–0,15 mm, wsypuje się do tygla platynowego i nagrzewa się w próżni lub w atmosferze gazu obojętnego przy

temperaturze 810°C do całkowitego stopienia proszku. Następnie stop ochładza się najpierw z szybkością 0,6 stopni C/min do temperatury 550°C, a następnie z szybkością nie większą od 10 stopni C/min do temperatury pokojowej. Otrzymane pastylki — detektory poddaje się polerowaniu chemicznemu w 0,5% wag. FeCl_3 roztworze 80–85% spirytusu etylowego w ciągu 3–5 minut. Następnie pastylki przemywa się w 96% spirytusie etylowym i suszy się w powietrzu.

Przy wielokrotnym napromieniowaniu detektorów powtarzalność wyników pomiarów wynosiła $\pm 10\%$.

Zastrzeżenia patentowe

1 Sposób wytwarzania detektora dla dozymetrii termoluminescencyjnej ze sproszkowanego związku jonowego typu KCl , LiNbO_3 , CaF_2 , LiF , Al_2O_3 i/lub innego polegający na tym, że ze sproszkowanego związku jonowego formuje się pastylkę, **znamienny tym**, że pastylkę formuje się poprzez przetrzymywanie związku wyjściowego w próżni lub atmosferze gazu obojętnego przy temperaturze przewyższającej temperaturę topnienia związku wyjściowego o 30–100°C, aż do całkowitego stopienia się tego związku, a następnie pastylkę ochładza się do temperatury o 150–200°C niższej od temperatury topnienia związku wyjściowego z szybkością 0,5–2 stopni C/min, tak, iż uzyskuje się detektor, którego wewnętrzna struktura ma postać dużej liczby bloków monokrystalicznych połączonych ze sobą siłami cząsteczkowymi.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ochłodzoną pastylkę poddaje się polerowaniu chemicznemu.

3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że powierzchnię pastylki poleruje się z dokładnością nie gorszą od 0,1 μm .

4. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że w przypadku wytwarzania detektora na podstawie fluorku litu polerowanie chemiczne przeprowadza w stężonym kwasie ortofosforowym, a następnie pastylkę przemywa się w wodzie destylowanej.