

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

53 839

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 12.I.1966 (P 112 421)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.X.1967

Kl. 12 I, 11/02

MKP C 01 d 11/02

UKD

Twórca wynalazku: mgr inż. Tadeusz Niewiadomski

Właściciel patentu: Instytut Fizyki Jądrowej w Krakowie, Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania aktywowanego fluorku litu do pomiaru dawek promieniowania jonizującego metodą termoluminescencji

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania aktywowanego fluorku litu do pomiaru dawek promieniowania jonizującego metodą termoluminescencji. Otrzymany preparat umożliwia pomiar dawek promieniowania jonizującego zarówno elek-
tromagnetycznego jak i korpuskularnego w zakre-
sie od kilku miliremów do kilkudziesięciu tysięcy
remów. Preparat może być używany w medycynie,
biologii, ochronie przed promieniowaniem i wszę-
dzie tam, gdzie konieczna jest znajomość dawki
promieniowania.

Dotychczas pomiaru dawek promieniowania do-
konuje się zwykle za pomocą filmów dozymetrycz-
nych i komór jonizacyjnych. Zarówno jedne jak
i drugie posiadają poważne wady, takie jak: mały
zakres pomiarowy, stosunkowo duże wymiary, sil-
ną zależność od energii promieniowania elektro-
magnetycznego oraz szereg innych. Znane są również
dozymetry termoluminescencyjne oparte najczęściej
na fluorku wapnia CaF_2 i fluorku litu LiF . Fluo-
rek wapnia aktywowany manganem charakteryzuje
się dużą wydajnością luminescencji, lecz wykazu-
je wady takie jak: duża zależność od energii pro-
mieniowania, tryboluminescencja, wrażliwość na
światło i inne czynniki zewnętrzne, co zmusza do
zamykania preparatu w próżniowe lub napełniane
gazem obojętnym bańki szklane i otaczanie ich fil-
trami z ciężkich metali. Fluorek litu natomiast ja-
ko związek lekkich pierwiastków ma doskonałe
właściwości energetyczne, jednakże w zależności

2

od sposobu jego aktywacji uzyskiwane produkty
wykazują różne wady, z których najczęściej spoty-
kanymi są: konieczność długotrwałej obróbki ter-
micznej preparatu po każdym pomiarze, zwiększo-
ne tło w czasie odczytywania w atmosferze powie-
trza, utrudniające pomiar dawek poniżej jedneg-
rema, nieliniowość wskazań w funkcji dawki p.
ekspozycji większej od tysiąca rentgenów itp.

Stwierdzono, że przez odpowiednie zaktywowa-
nie fluorku litu można wprawdzie uzyskać preparat
o umiarkowanej zdolności zatrzymywania pochło-
nionej dawki promieniowania, lecz nie posiadający
wyżej wymienionych wad

Według wynalazku aktywację LiF prowadzi się
w trakcie wytwarzania tej soli z wodnego roztwo-
ru chlorku litu i kwasu fluorowodorowego (stoso-
wanego w nadmiarze) przez dodawanie do roztwo-
ru reakcyjnego związków srebra np. AgNO_3 i związ-
ków miedzi np. Cu_2Cl_2 . Związki srebra wprowa-
dza się przy tym w ilości 0,003—0,01, korzystnie
0,006 procentów molowych Ag a związki miedzi
w ilościach 0,05—0,25, korzystnie 0,1 procentów
molowych Cu . Wytrącony produkt w postaci prosz-
ku poddaje się sedymentacji lub odwirowaniu,
dekantacji i suszeniu w temperaturze 100°C , po
czym stapia się go w atmosferze powietrza w tem-
peraturze $880\text{—}950^\circ\text{C}$ korzystnie 890°C a następnie
krystalizuje w temperaturze pieca $800\text{—}850^\circ\text{C}$, ko-
rzystnie 850°C . Otrzymany krystaliczny produkt
studzi się możliwie szybko, miele, przesiewa przez

sito o odpowiednich oczkach, przemywa stężonym kwasem azotowym i wodą destylowaną, po czym suszy się go korzystnie pod promiennikiem podczerwieni.

Dzięki wprowadzeniu do siatki krystalicznej we właściwy sposób odpowiednich aktywatorów substancja wykazuje właściwości termoluminescencyjne to znaczy po ekspozycji promieniami jonizującymi emituje światło w czasie podgrzewania jej do odpowiedniej temperatury. Ilość wysyłanego światła jest proporcjonalna do pochłoniętej dawki w bardzo szerokim zakresie i dlatego preparat ten może być użyty do jej pomiaru. Preparat zachowuje dobre właściwości energetyczne podstawowego związku, gdyż aktywatory dodawane są w bardzo małych ilościach i nie należą do grupy bardzo ciężkich pierwiastków. Poza tym preparat odznacza się wysoką wydajnością luminescencji pozwalającą na wykrywanie dawek od około 10^{-3} rema, nie wykazując zjawiska tryboluminescencji ani wrażliwości na normalne w czasie eksploatacji wpływy zewnętrzne. Dzięki temu może on być używany w postaci luźnego proszku zamykanego w czasie ekspozycji w dowolne opakowanie zależne od warunków eksperymentu, dowolnie przesypywany w czasie między naświetleniem i odczytem oraz odczytywany bez stosowania jakichkolwiek środków ochronnych w postaci atmosfery azotu lub tym podobnych.

Poza tym preparat ten posiada następujące cechy: szeroki zakres pomiarowy od 10^{-3} do co najmniej 3.10^4 r przy użyciu tego samego preparatu z zachowaniem liniowości wskazań od dawki; niewielkie wymiary wynoszące normalnie 10^{-2} cm³ a w razie potrzeby nawet mniej, co umożliwia wprowadzenie go do organizmów żywych bez zakłócania rozkładu dawki i procesów biologicznych, możliwość wykonywania dozymetrów o dowolnych kształtach i stosowanie dowolnych opakowań w czasie napromieniowania; możliwość wielokrotnego użycia; bardzo krótki czas odczytu (20 sek.) i stałą gotowość do użycia; dużą dokładność większą od $\pm 5\%$; trwałość właściwości w czasie przechowywania i wielokrotnego użycia; „płaską” charakterystykę energetyczną, która umożliwia pomiar dawek promieniowania X i gamma od 10 keV; niewrażliwość na warunki otoczenia (wilgotność, światło, chemikalia, gazy, wstrząsy, zmiany ciśnienia z próżnią włącznie); obojętność chemiczną, stabilność i zupełną nietoksyczność; niezależność wskazań od mocy dawki; możliwość pomiaru dawek różnych rodzajów promieniowania jonizującego; niski koszt wykonania preparatu; umiarkowaną zdolność zatrzymywania pochłoniętej dawki pozwalającą na odczyt dozymetru kilka dni po ekspozycji.

Pomiar dawek promieniowania jonizującego metodą termoluminescencyjną przy użyciu preparatu wytworzonego sposobem według wynalazku jest prosty. Preparat umieszcza się w dowolnym co do kształtu i materiału opakowaniu w ilości od

kilku do kilkudziesięciu miligramów w miejscu gdzie trzeba zmierzyć dawkę promieniowania. Z preparatu można sporządzać również trwałe dozymetry. Po ekspozycji preparat należy „odczytać” w specjalnie do tego celu skonstruowanej aparaturze elektronicznej składającej się z grzejnika podgrzewającego dozymetr do temperatury około 200°C, detektora światła wysyłanego przez dozymetr w czasie podgrzewania i układu mierzącego emitowaną sumę świetlną, która jest miarą pochłoniętej dawki. Preparat można używać wielokrotnie.

Przykład: Rozpuszcza się 100 g bezwodnego czystego LiCl w 130 ml dwukrotnie destylowanej wody. Roztwór przesącza się przez bibułę filtracyjną i dodaje 233 mg Cu₂Cl₂ cz. d. a. oraz 25 mg AgNO₃ cz. d.a. Roztwór ten po całkowitym rozpuszczeniu aktywatorów miesza się z 200 ml 40% roztworu HF a wytrącony osad odwirowuje, dekantuje, płucze wodą destylowaną i suszy w temperaturze około 100°C. Do starannie oczyszczonego tygla platynowo irydowego wstawionego do elektrycznego pieca utrzymującego temperaturę 890°C wysypuje się otrzymany poprzednio proszek a po jego stopieniu obniża się temperaturę do 850°C pozwalając na skrzystalizowanie stopionej substancji. Po całkowitej krystalizacji kryształ wraz z tygłem studzi się gwałtownie w dużej ilości wody destylowanej, po czym miele się go i przesiewa przez sito o oczkach 0,1 mm. Po przesianiu preparat można celem dodatkowego oczyszczenia przemyć stężonym kwasem azotowym i dokładnie wypłukać wodą destylowaną a następnie wysuszyć pod promiennikiem podczerwieni. W procesie produkcji decydującą rolę odgrywa powtarzalność, dokładność i czystość zarówno naczyń jak i materiałów wyjściowych.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania aktywowanego fluorku litu do pomiaru dawek promieniowania jonizującego metodą termoluminescencji przez działanie roztworem chlorku litu na roztwór fluorowodoru w obecności aktywatorów w postaci soli metali, następne oddzielenie wytrąconego produktu, wysuszenie, stopienie, krystalizację i zmielenie, **znamienny tym**, że jako aktywatory wprowadza się związki miedzi w ilości 0,05—0,25% korzystnie 0,1% molowych Cu i związki srebra w ilości 0,003—0,01%, korzystnie 0,006% molowych Ag, po czym oddzielony w postaci proszku produkt suszy się w temperaturze około 100°C, następnie stapia w temperaturze 880—950°C, korzystnie 890°C, krystalizuje w temperaturze 800—850°C, korzystnie 850°C, a otrzymany krystaliczny produkt studzi się gwałtownie i miele.
2. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że jako aktywatory stosuje się chlorek miedziawy Cu₂Cl₂ oraz azotan srebra AgNO₃.