



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2007127083/28, 16.07.2007

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
16.07.2007

(45) Опубликовано: 10.02.2009 Бюл. № 4

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: GOYEV D., LAPRAZ D., IACCONI P.
APPLICATION OF THE CaSO₄: Dy
PHOTOTRANSFER PHENOMENON TO HIGH
TEMPERATURE DOSIMETRY. RADIATION
PROTECTION DOSIMETRY (1996). Vol.65, 1-4,
317-320. SU 537549 A, 07.10.1984. RU 2275655
C2, 27.04.2006. RU 2288485 C1, 27.11.2006.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, ул. Мира, 19, ГОУ ВПО
"УГТУ-УПИ", центр интеллектуальной
собственности

(72) Автор(ы):

Мильман Игорь Игоревич (RU),
Моисейкин Евгений Витальевич (RU),
Никифоров Сергей Владимирович (RU),
Ревков Иван Григорьевич (RU),
Литовченко Евгений Николаевич (RU),
Соловьев Сергей Васильевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
"Уральский государственный технический
университет - УПИ имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU)(54) СПОСОБ ИЗМЕРЕНИЯ ДОЗЫ В ТВЕРДОТЕЛЬНЫХ ДЕТЕКТОРАХ ИОНИЗИРУЮЩИХ
ИЗЛУЧЕНИЙ НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ, НАКОПЛЕННОЙ ПРИ ПОВЫШЕННОЙ
ТЕМПЕРАТУРЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу измерения
накопленной дозы или мощности дозы
ионизирующего излучения твердотельными
детекторами, облученными при высокой
температуре окружающей среды. Способ
измерения дозы ионизирующего излучения при
повышенной температуре окружающей среды,
включающий термообработку детектора при 900-
950°C в течение 10-15 минут и измерение сигнала
оптически стимулированной люминесценции,

возбужденной при комнатной температуре,
характеризуется тем, что облученный при
повышенной температуре детектор дополнительно
облучают при комнатной температуре
фиксированной дозой 5-10 мГр от источника
ионизирующего излучения, после чего измеряют
сигнал оптически стимулированной люминесценции
и по его величине судят о накопленной дозе при
повышенной температуре. Технический результат -
повышение надежности, точности и достоверности
измерений, продление ресурса детекторов. 5 ил.

RU 2 346 296 C1

RU 2 346 296 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** (11) **2 346 296** (13) **C1**

(51) Int. Cl.
G01T 1/11 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2007127083/28, 16.07.2007**

(24) Effective date for property rights: **16.07.2007**

(45) Date of publication: **10.02.2009 Bull. 4**

Mail address:

**620002, g.Ekaterinburg, ul. Mira, 19, GOU VPO
"UGTU-UPI", tsentr intellektual'noj sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Mil'man Igor' Igorievich (RU),
Moisejkin Evgenij Vital'evich (RU),
Nikiforov Sergej Vladimirovich (RU),
Revkov Ivan Grigor'evich (RU),
Litovchenko Evgenij Nikolaevich (RU),
Solov'ev Sergej Vasil'evich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija
"Ural'skij gosudarstvennyj tekhnicheskij
universitet - UPI imeni pervogo Prezidenta
Rossii B.N. El'tsina" (RU)**

(54) **METHOD FOR HIGH AMBIENT TEMPERATURE CUMULATIVE DOSE MEASURING IN ALUMINA-BASED SOLID-STATE IONISING-RADIATION DETECTORS**

(57) Abstract:

FIELD: physics; measurement.

SUBSTANCE: invention relates to method of measurement of cumulative dose or dose rate by means of solid-state detectors exposed to ionising radiation at high ambient temperatures. Method for measuring ionising radiation doze at high ambient temperature, including detector heat treatment at 900-950°C for 10-15 minutes and measurement of signal of optically stimulated

luminescence excited at room temperature, implies additional exposure of heat-treated detector to 5-10 mGy fixed dose radiation at room temperature. Then optically stimulated luminescence signal is measured and its value is used to estimate high-temperature cumulative dose.

EFFECT: improved reliability, accuracy and validity of measurements, longer service-life of detectors.

5 dwg

RU 2 346 296 C1

RU 2 346 296 C1

Изобретение относится к способу измерения накопленной дозы или мощности дозы ионизирующего излучения твердотельными детекторами, облученными при высокой температуре окружающей среды. Оно может быть использовано для повышения надежности, точности и достоверности проводимых с его помощью внутриреакторных измерений, решения задач, связанных с терморадационной стойкостью материалов ядерно-энергетического комплекса, при изучении радиационной обстановки в космических исследованиях.

Из литературных источников известны две группы способов измерения доз ионизирующей радиации с помощью твердотельных детекторов, экспонированных при повышенной до 300°C температуре окружающей среды.

Первая из них основана на явлении термолюминесценции (ТЛ) и того экспериментально наблюдаемого факта, что многие термолюминесцентные детекторы, помимо основного, используемого на практике дозиметрического пика, расположенного, как правило, в диапазоне температур ниже 300°C, имеют и значительно более высокотемпературные пики.

Практическая реализация способов первой группы заключается в измерении дозы ионизирующего излучения с помощью регистрации высокотемпературных пиков термовысвечивания (M.Osvay and S.Deme. Application of TL Dosimeters for Dose Distribution Measurements at High Temperatures in Nuclear Reactors. Radiation Protection Dosimetry (2006), Vol.119 №1-4, pp.271-275; D.Lapraz, H.Prevost et al. On the Luminescence Properties of CaSO₄:Ce. Radiat. Prot. Dosimetry (2002) 100, 365-368; J.Barthe C.Hickman, R.Heindl and G.Portal. Thermoluminescence Dosimetry at High Temperature and High Doses. Radiation Protection Dosimetry (1993), 47(1-4), 567-569; P.D.Sahare et al. K₂Ca₂(SO₄)₃ for Thermoluminescence Dosimetry of High Temperature Environment. J. Phys. D: Appl. Phys. (1989), Vol.22, 971-974; High temperature thermoluminescent dosimeter and method of making and using same. United States Patent 5177363, Link to this page <http://www.freepatentsonline.com/5177363.html>; D.Lo, J.L.Lawless and R.Chen. Superlinear Dose Dependence of High Temperature Thermoluminescence Peaks Al₂O₃:C. Radiation Protection Dosimetry Advance Access, published April 27, 2006 (2006), 1 of 4, doi:10.1093/rpd/nci642).

В этих работах использовались высокотемпературные пики ТЛ: 250 и 400°C детекторов на основе Al₂O₃:Mg, Y, экспонированных при температуре окружающей среды 100°C; 400°C ТЛ - пик детекторов на основе CaSO₄:Ce, CaF:Mn и легированных церием стекла, облученных при температуре окружающей среды около 300°C; 320, 450 и 650°C - пики ТЛ в Al₂O₃:C. Следует отметить, что в настоящее время в отечественной и зарубежной практике получили широкое распространение термолюминесцентные детекторы на основе анион-дефектных монокристаллов α-Al₂O₃:C, имеющие обозначение ТЛД-500К (ТУ 2655-006-02069208-95). Однако до сих пор измерений доз ионизирующих излучений, накопленных при повышенных температурах окружающей среды, с использованием этих детекторов не проводилось.

Общим недостатком этой группы способов является необходимость нагревов детекторов для измерения ТЛ до более чем 500°C, и использование для этого нестандартной аппаратуры. Кроме того, нагрев до высоких температур отрицательно сказывается на стабильности технических характеристик детекторов и снижает временной ресурс их эксплуатации.

Вторая группа способов измерения доз ионизирующей радиации с помощью твердотельных детекторов, экспонированных при повышенной температуре окружающей среды, основана на явлении фототрансферной термолюминесценции (ФТТЛ) (E.Bulur, H.Y.Goksu. Phototransferred Thermoluminescence from α-Al₂O₃:C using Blue Light Emitting Diodes. Radiation Measurements 30 (1999) 203-204; D.Goyet, D.Lapraz, P.Iacconi. Application of The CaSO₄:Dy Phototransfer Phenomenon to High Temperature Dosimetry. Radiation Protection Dosimetry (1996), vol.65, 1-4, 317-320).

Для реализации способов этой группы, как и предыдущей, используют детекторы,

имеющие глубокие ловушки, ответственные за ТЛ пики при 400-700°C. При облучении детекторов при температуре окружающей среды около 300°C носителями заряда заполняются только эти ловушки, а более мелкие, включая дозиметрические, остаются незаполненными. Оптическая стимуляция облученного при высокой температуре детектора приводит к переселению зарядов из глубоких ловушек на дозиметрические. По данным последующего измерения ТЛ основного дозиметрического пика определяют дозу высокотемпературного облучения. Видно, что применение этой группы способов имеет ряд преимуществ перед предыдущей, в частности не требуется высокотемпературный нагрев детекторов, измерения ТЛ проводятся на стандартной, выпускаемой промышленностью аппаратуре и по общепринятой методике. Так, например, дозиметрический ТЛ пик детектора на основе $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$, облученного при комнатной температуре, расположен при 240°C. В высокотемпературной области, между 500 и 650°C, имеется еще один пик ТЛ, обусловленный глубокими ловушками. Именно с них и производят оптически стимулированное переселение зарядов в ловушки, обуславливающие пик ТЛ при 240°C.

Общим недостатком этой группы способов является то, что только незначительная часть зарядов, освобожденных оптическим излучением из глубоких ловушек, переселяется на дозиметрические ловушки, большая их часть сложным образом перераспределяется между промежуточными уровнями захвата, всегда имеющимися в реальных детекторах и расположенными между глубокими и дозиметрическими ловушками. Как результат, интенсивность ФТТЛ остается низкой, что не позволяет существенно повысить надежность, точность и достоверность измерений.

Из приведенных выше примеров следует, что известны способы измерения полей ионизирующих излучений при температуре окружающей среды до 300°C с помощью твердотельных детекторов. Общим для всех способов является применение ТЛ или ФТТЛ. Однако ни один из известных способов не связывает возможность решения поставленной технической задачи с помощью применения оптически стимулированной люминесценции (ОСЛ, L.Botter-Jensen, S.W.S.Mckeever, A.G.Wintle. *Optically Stimulated Luminescence*. Elsevier, 2003), позволяющей устранить недостатки метода ТЛ, связанные с нагревом детекторов, в том числе такие принципиальные, как зависимость выхода ТЛ от скорости нагрева детекторов при считывании и повысить тем самым надежность, точность и достоверность измерений.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату к предлагаемому следует считать способ высокотемпературной дозиметрии с помощью детектора на основе $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ (D.Goyet, D.Lapraz, P.lacconi. *Application of The $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ Phototransfer Phenomenon to High Temperature Dosimetry*. Radiation Protection Dosimetry (1996), vol.65, 1-4, 317-320), который и выбран в качестве прототипа.

Практическая реализация данного способа содержит следующие этапы.

1. Нагрев детектора до 750°C (мелкие и глубокие ловушки опустошены).

2. Облучение детектора рентгеновским или гамма-излучением при температуре окружающей среды 300°C (глубокие ловушки заполнены, мелкие (дозиметрические) - пустые).

3. Охлаждение детектора до комнатной температуры и облучение его оптическим излучением с длиной волны 206 нм в течение 15 минут (дозиметрические ловушки заполняются, глубокие опустошаются).

4. Измерение ТЛ дозиметрического пика при 240°C по стандартной методике (дозиметрические ловушки опустошаются).

5. Расчет дозы ионизирующего излучения.

Известный способ (прототип), как и его аналоги, не могут быть применены без использования фотостимулированного переселения носителей заряда и измерения ТЛ, выход которой связан с перераспределением освобожденных носителей заряда между центрами захвата, расположенными между глубокими ловушками и основной, дозиметрической, и скоростью нагрева при считывании, и повысить надежность, точность и достоверность измерений.

Решение поставленной технической задачи достигается тем, что:

1. Перед измерениями детекторы на основе оксида алюминия нагревают до температуры 900-950°C, выдерживают при этой температуре 10-15 минут и охлаждают до комнатной температуры.

5 2. Помещают детекторы в зону с повышенной до 250-350°C температурой и облучают их рентгеновским или гамма-излучением в зависимости от конкретных условий решаемой задачи.

3. Извлекают детекторы из зоны повышенной температуры и охлаждают их до комнатной температуры.

10 4. Облучают детектор при комнатной температуре тестовой дозой гамма- или бета-излучения 5-10 мГр.

5. Измеряют сигнал ОСЛ, индуцированный облучением тестовой дозой по стандартной методике, по выходу которой определяют дозу, накопленную детекторами при облучении в условиях повышенной температуры.

15 Сущность предлагаемого изобретения заключается в следующем.

Способ измерения дозы ионизирующего излучения при повышенной температуре окружающей среды, включающий термообработку детектора при 900-950°C в течение 10-15 минут и измерение сигнала оптически стимулированной люминесценции, возбужденной при комнатной температуре, отличающийся тем, что облученный при повышенной
20 температуре детектор дополнительно облучают при комнатной температуре фиксированной дозой 5-10 мГр от источника ионизирующего излучения, после чего измеряют сигнал оптически стимулированной люминесценции и по его величине судят о накопленной дозе при повышенной температуре.

В отличие от базовой физической концепции, используемой в решении, принятом за прототип, в предлагаемом изобретении используется обнаруженная нами зависимость
25 выхода ОСЛ детекторов ТЛД-500К от состояния глубоких ловушек. По мере их заполнения при температурах окружающей среды выше температуры основного дозиметрического пика, равного 180°C для детекторов ТЛД-500К при скорости нагрева 2°C/с, пропорционально растет выход ОСЛ, возбужденной и измеренной при комнатной
30 температуре. Эта закономерность обусловлена тем, что при возбуждении ОСЛ тестовой дозой при комнатной температуре заполнение ответственной за нее дозиметрической ловушки оказывается чувствительным к состояниям заполнения глубоких ловушек. Из-за конкуренции в захвате носителей на этапе возбуждения ОСЛ концентрация носителей на дозиметрической ловушке будет тем выше, чем больше носителей будет захвачено на
35 глубокие ловушки при высокотемпературном облучении. Таким образом, устанавливается пропорциональная связь между выходом ОСЛ, возбуждаемой постоянной тестовой дозой и дозой, накопленной на этапе облучения детекторов при высокой температуре.

Для практической реализации предлагаемого способа использовались образцы стандартных детекторов ТЛД-500К, разработанные в УГТУ-УПИ для термолюминесцентной
40 дозиметрии (ТУ 2655-006-02069208-95), цилиндрической формы, высотой 1 и диаметром 5 мм.

ОСЛ измерялась фотоэлектронным умножителем типа ФЭУ-142, максимум спектральной чувствительности которого близок к спектральному составу люминесценции детекторов
45 ТЛД-500К (330-420 нм).

Для отделения стимулирующего света с длиной волны 470 нм от излучения люминесценции между детектором и ФЭУ устанавливался стандартный стеклянный оптический фильтр УФС-2. Источником оптической стимуляции служил светоизлучающий диод СДК-С469-5-10, снабженный линзой Френеля, обеспечивающий силу стимулирующего
50 света 3500-5000 мкд с длиной волны излучения 470 нм, полушириной около 10 нм.

Облучение детекторов производилось β -излучением $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ источника, обеспечивающим мощность дозы в месте расположения образца 32 мГр/мин. При этом детектор располагался на нагревательном устройстве, поддерживающем заданную постоянную температуру детектора в процессе облучения. Температуру, при которой

облучался детектор, можно было устанавливать в диапазоне от комнатной до 800°C. Для практической реализации предлагаемого способа облучение детекторов производилось при 300°C, т.е. при температуре, согласно литературным данным, актуальной при решении практических задач. Это же нагревательное устройство и система для оптической стимуляции использовались для измерения высокотемпературной ТЛ и ФТТЛ при сравнении предлагаемого способа с его аналогами и способа, принятого за прототип.

На фиг.1 приведена кривая термовысвечивания (КТВ) образцов детекторов ТЛД-500К, облученных при температуре 300°C излучением $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ источника, дозой 64 мГр, измеренная при скорости нагрева 2°C/с. Регистрация высокотемпературных ТЛ пиков при 450, 500 и 650°C, имеющих на КТВ, положена в основу практической реализации известных способов (аналогов) измерения дозы в твердотельных детекторах ионизирующих излучений на основе оксида алюминия, накопленной при повышенной температуре окружающей среды.

На фиг.2. приведена КТВ образцов детекторов ТЛД-500К, облученных при температуре 300°C излучением $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ источника, дозой 64 мГр, охлажденных до комнатной температуры и облученных в этом состоянии в течение 5 минут излучением светоизлучающего диода. ТЛ пик на КТВ при 180°C (фиг.2) является следствием оптически стимулированного переселения носителей из глубоких ловушек, заполненных при высокотемпературном облучении (ФТТЛ), на основную, дозиметрическую ловушку. Выход ФТТЛ пропорционален количеству переселенных из глубоких ловушек зарядов, которое, в свою очередь, пропорционально дозе, поглощенной при высокотемпературном облучении детектора. Регистрация ФТТЛ положена в основу практической реализации известного способа (прототип) измерения дозы в твердотельных детекторах ионизирующих излучений на основе оксида алюминия, накопленной при повышенной температуре окружающей среды.

На фиг.3 приведена динамика изменений КТВ высокотемпературных пиков ТЛ при 650, 500 и 450°C образцов детекторов ТЛД-500К, облученных при температуре 300°C излучением $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ источника, дозой 64 мГр, охлажденных до комнатной температуры и облученных в этом состоянии в течение 1, 3, и 5 минут излучением светоизлучающего диода. Видно, что носители, освобожденные из глубокой ловушки при 650°C оптическим излучением, перераспределяются между ловушками при 500, 450 и основным дозиметрическим пиком при 180°C, причем большая их часть заполняет ловушки при 500, 450°C, не выявляемые при последующем измерении ФТТЛ и, следовательно, не участвующие в образовании дозиметрического сигнала, что снижает эффективность этого способа.

На фиг.4 приведена положенная в основу предлагаемого метода зависимость выхода ОСЛ, возбужденной при комнатной температуре постоянной тестовой дозой излучения $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ источника, от уровня заполнения глубоких ловушек, т.е. дозы, полученной детектором при высокотемпературном облучении. В этом случае детекторы, после высокотемпературного облучения, охлаждались до комнатной температуры естественным путем и облучались всегда одинаковой тестовой дозой излучением бета-источника, после чего производилось измерение ОСЛ по стандартной методике.

Выбор нижнего предела тестовой дозы 5 мГр связан с чувствительностью аппаратуры и обусловлен необходимостью заполнения ОСЛ дозиметрических ловушек до уверенно регистрируемого уровня сигнала.

Выбор верхнего предела тестовой дозы 10 мГр обусловлен возможностью возмущения распределения зарядов при его превышении, сложившегося при высокотемпературном облучении. Следствием такого влияния тестовой дозы, превышающей верхний предел, является появление неоднозначности связи выхода ОСЛ и дозы, полученной при высокотемпературном облучении.

Помимо источника ионизирующего излучения для создания тестовой дозы может быть использован ее эквивалент, созданный облучением детектора ультрафиолетовым

излучением ртутной лампы. В этом случае короткая вспышка света также заполняет ОСЛ дозиметрические ловушки, не изменяя распределение носителей на глубоких ловушках.

Использование тестовой дозы в предлагаемом изобретении имеет дополнительное преимущество в том, что автоматически реализуется объективная оценка состояния
5 детектора и, следовательно, возрастает надежность проводимых с его помощью измерений.

На фиг.5 приведен типичный вид ОСЛ сигнала детекторов ТЛД-500К, облученных при температуре 300°C излучением $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ источника.

Как показали наши исследования, способ остается работоспособным при температуре
10 облучения детекторов в диапазоне 250-350°C. При температуре облучения ниже 250°C начинается захват носителей дозиметрической ловушкой, при температуре облучения выше 350°C изменяется распределение зарядов по высокотемпературным ловушкам, в
обоих случаях начинает теряться связь сигнала ОСЛ с дозой, накопленной при
высокотемпературном облучении. На границах указанного диапазона это несоответствие
15 составляет около 12%, при дальнейшем уходе за указанный температурный диапазон способ становится неработоспособным.

Формула изобретения

Способ измерения дозы ионизирующего излучения при повышенной температуре
20 окружающей среды, включающий термообработку детектора при 900-950°C в течение 10-15 мин и измерение сигнала оптически стимулированной люминесценции, возбужденной при комнатной температуре, отличающийся тем, что облученный при повышенной
температуре детектор дополнительно облучают при комнатной температуре
фиксированной дозой 5-10 мГр от источника ионизирующего излучения, после чего
25 измеряют сигнал оптически стимулированной люминесценции и по его величине судят о накопленной дозе при повышенной температуре.

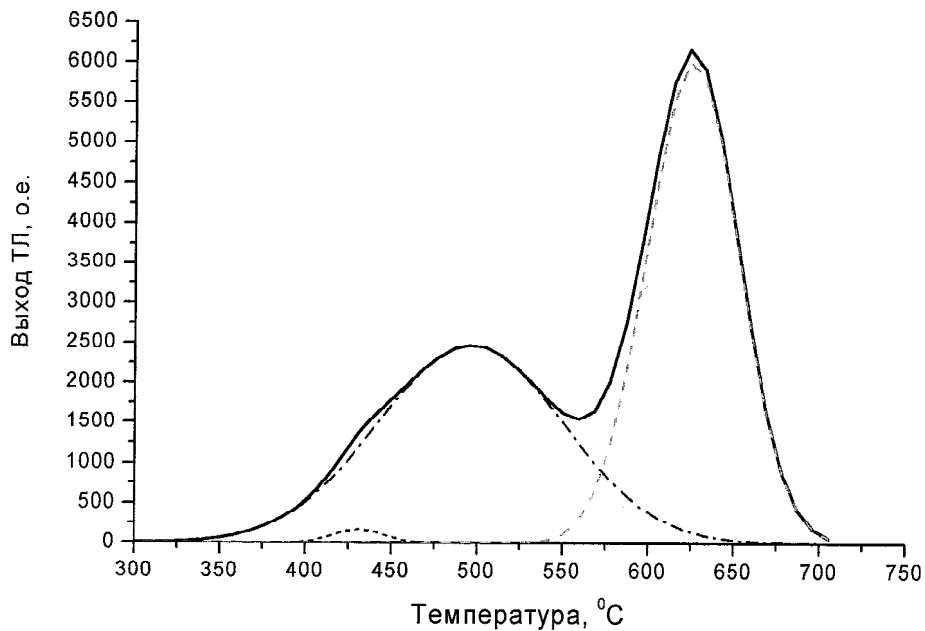
30

35

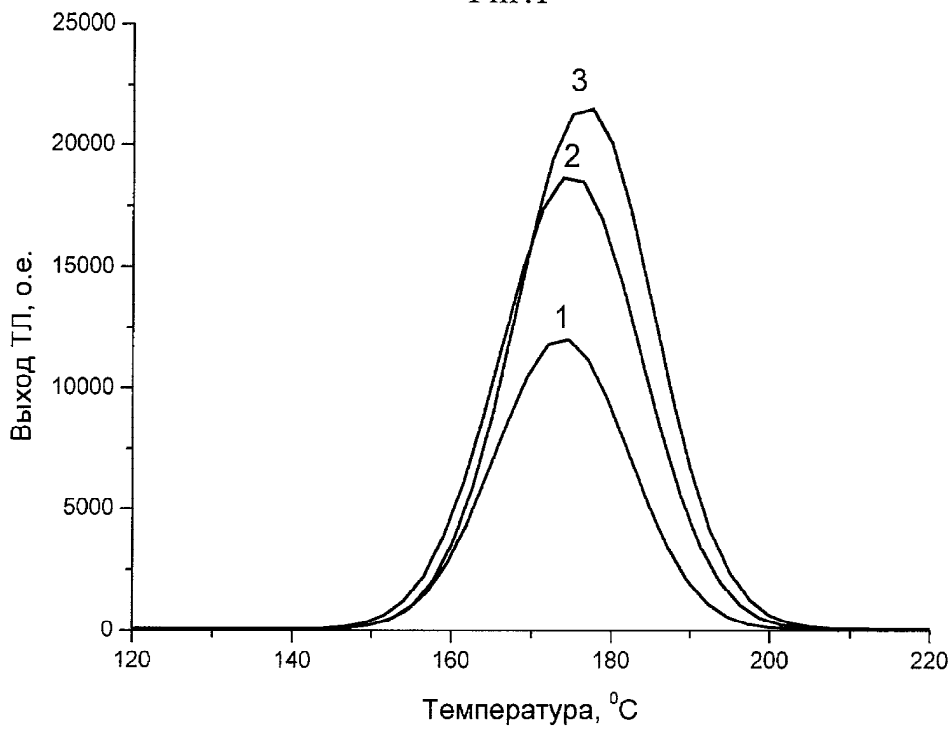
40

45

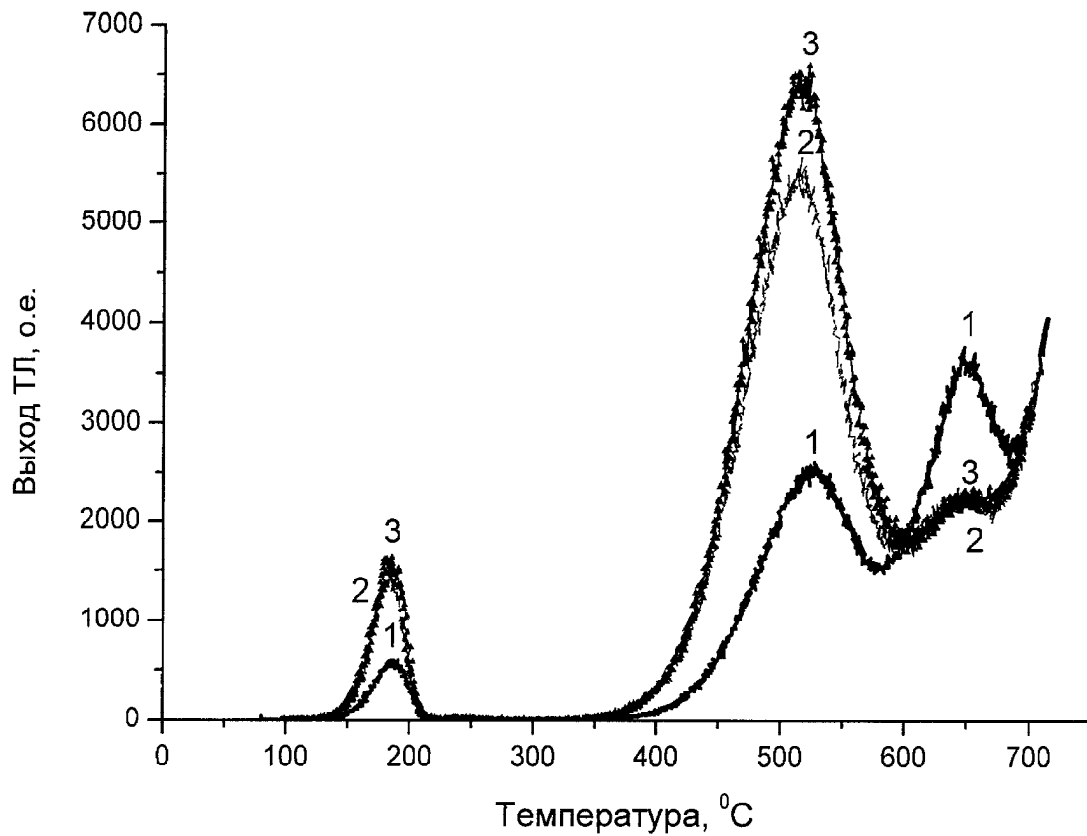
50



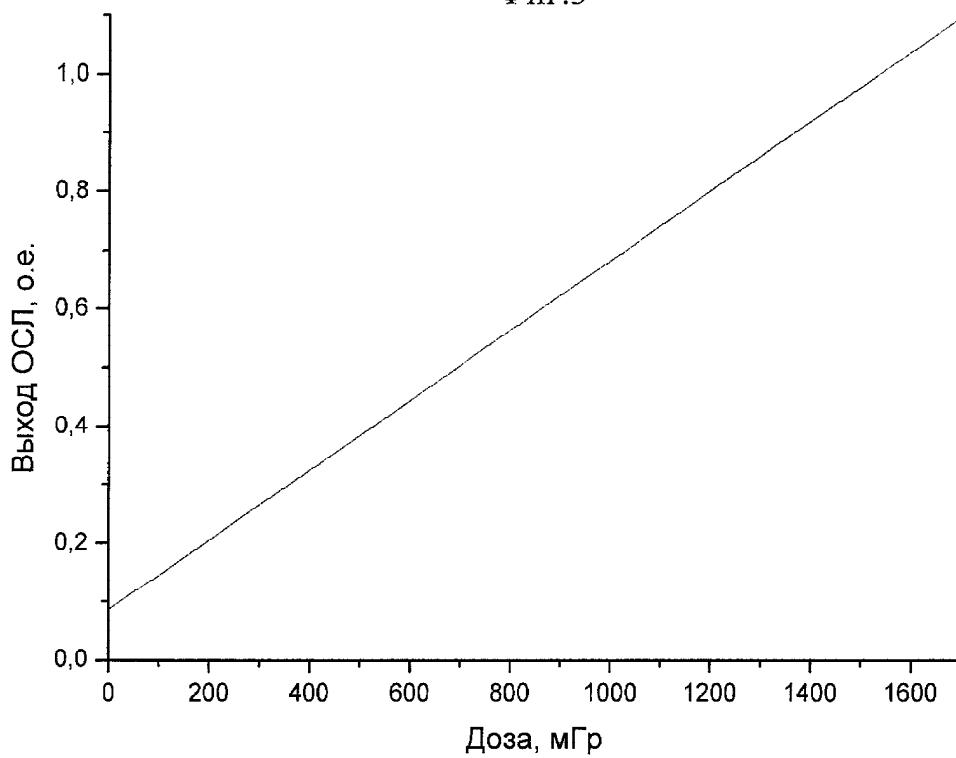
Фиг.1



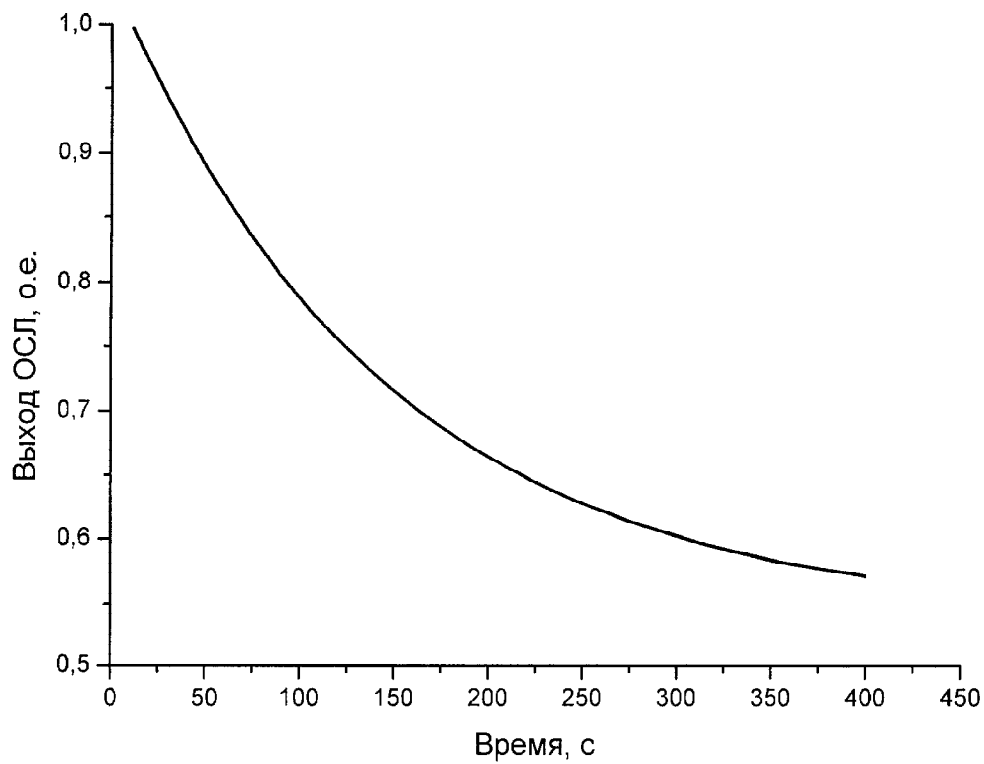
Фиг.2



Фиг.3



Фиг. 4



Фиг.5



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ИЗВЕЩЕНИЯ К ПАТЕНТУ НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

ММ4А Досрочное прекращение действия патента из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Дата прекращения действия патента: 17.07.2009

Дата публикации: 10.03.2011

RU 2 346 296 C 1

RU 2 346 296 C 1