



(51) МПК
C09K 11/55 (2006.01)
B82B 1/00 (2006.01)
C09K 11/64 (2006.01)
C04B 35/10 (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
 ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2009131118/05, 14.08.2009

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 14.08.2009

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 14.08.2009

(43) Дата публикации заявки: 20.02.2011 Бюл. № 5

(45) Опубликовано: 20.07.2011 Бюл. № 20

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: SURDO A.I. et al, Transformation of the excitation energy in anion- defective corundum, "Radiation Protection Dosimetry", 2002, vol.100, No. 1-4, p.p.171-174. RU 2310889 C1, 20.11.2007. W.M.de AZEVEDO et al, Highly sensitive thermoluminescent carbon doped nanoporous aluminium oxide detectors, "Radiation Protection Dosimetry", 2006, vol.119, (см. прод.)

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 19,
 УГТУ-УПИ, Центр интеллектуальной
 собственности

(72) Автор(ы):

Кортов Всеволод Семенович (RU),
 Котов Юрий Александрович (RU),
 Слесарев Анатолий Иванович (RU),
 Медведев Анатолий Иванович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

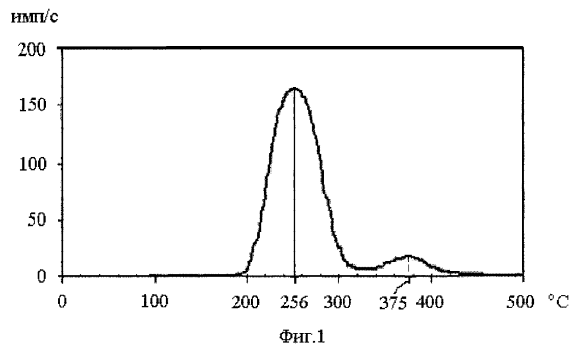
Государственное образовательное
 учреждение высшего профессионального
 образования "Уральский государственный
 технический университет-УПИ имени
 первого Президента России Б.Н. Ельцина"
 (RU)

(54) НАНОРАЗМЕРНОЕ АНИОНО-ДЕФЕКТНОЕ ВЕЩЕСТВО НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ ДЛЯ ЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО ДОЗИМЕТРА ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

(57) Реферат:

Изобретение относится к радиационной физике твердого тела, а именно к веществам (детекторам), предназначенным для люминесцентной дозиметрии ионизирующих излучений, и может быть использовано в персональной и клинической дозиметрии, при мониторинге радиационной обстановки на различных объектах. Наноразмерное анионо-дефектное вещество на основе оксида алюминия включает алюминий в кристаллическом состоянии, в него введен магний в кристаллическом состоянии, оксид алюминия находится в альфа-фазе в керамическом состоянии, размеры зерен всех

составляющих вещества находятся в пределах 50÷70 нм при следующем соотношении указанных составляющих в весовых процентах: магний - 0,01÷0,05, алюминий - 0,1÷0,5, оксид алюминия - 99,45÷99,89. Технический результат изобретения заключается в увеличении верхнего значения линейного диапазона дозовой зависимости до 10 Гр и в повышении точности оценки поглощенной дозы. Кроме того, обеспечивается проведение измерений поглощенной дозы в двух рабочих областях по температуре - низкотемпературной области с пиком 256°С и высокотемпературной области с пиком 375°С. 3 ил., 1 табл.



(56) (продолжение):

№.1-4, p.p.201-205. MARK S. AKSELROD et al, New $Al_2O_3:C,Mg$ crystals for radiophotoluminescent dosimetry and optical imaging., "Radiation Protection Dosimetry", 2006, vol. 119, №.1-4, p.p.218-221.

R U 2 4 2 4 2 7 3 C 2

R U 2 4 2 4 2 7 3 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.
C09K 11/55 (2006.01)
B82B 1/00 (2006.01)
C09K 11/64 (2006.01)
C04B 35/10 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2009131118/05, 14.08.2009**

(24) Effective date for property rights:
14.08.2009

Priority:

(22) Date of filing: **14.08.2009**

(43) Application published: **20.02.2011 Bull. 5**

(45) Date of publication: **20.07.2011 Bull. 20**

Mail address:

620002, g.Ekaterinburg, K-2, ul. Mira, 19, UGTU-UPI, Tsentr intellektual'noj sobstvennosti

(72) Inventor(s):

**Kortov Vsevolod Semenovich (RU),
Kotov Jurij Aleksandrovich (RU),
Slesarev Anatolij Ivanovich (RU),
Medvedev Anatolij Ivanovich (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) NANOSIZED ANIONIC-DEFECT SUBSTANCE BASED ON ALUMINIUM OXIDE FOR LUMINESCENT DOSIMETRE OF IONISING RADIATION

(57) Abstract:

FIELD: physics.

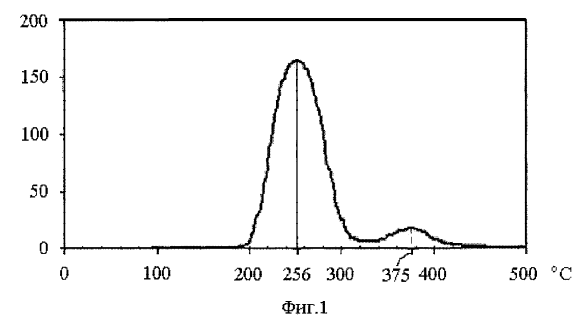
SUBSTANCE: nanosized anionic-defect substance based on aluminium oxide contains aluminium in crystalline state, as well as magnesium in crystalline state. The aluminium oxide is in alpha-phase in ceramic state. The grain size of all components of the substance is in the range of 50-70 nm, with the following ratio of said components in wt %: magnesium 0.01-0.05, aluminium 0.1-0.5, aluminium oxide 99.45-99.89.

EFFECT: increase in upper value of the linear range of dosage dependency to 10 Gy and increase in accuracy of estimating absorbed dose, facilitating

measurement of the absorbed dose in two working temperature ranges.

3 dwg, 1 tbl, 6 ex

ИМП/с



Фиг.1

RU 2 424 273 C2

RU 2 424 273 C2

Изобретение относится к радиационной физике твердого тела, а именно к веществам (детекторам), предназначенным для люминесцентной дозиметрии ионизирующих излучений, и может быть использовано в персональной и клинической дозиметрии, при мониторинге радиационной обстановки на ядерных реакторах, ускорителях, в лабораториях и на производствах с источниками заряженных частиц, при археологическом и геологическом датировании, в аварийной и ретроспективной дозиметрии.

Известно вещество на основе альфа-оксида алюминия, допированного углеродом ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3\text{:C}$) и находящегося в форме анионо-дефектных монокристаллов, используемое в качестве детектора (ТЛД-500К) для люминесцентной дозиметрии ионизирующих излучений [Radiation Protection Dosimetry, 1990, vol.33, №1/4, p.123-126, патент России №2310889].

Верхние значения линейного диапазона дозовой зависимости люминесценции такого вещества ограничены величиной 1,1 Гр. Наличие нелинейности дозовой зависимости при величинах поглощенной дозы более 1,1 Гр приводит к искажению результата оценки поглощенной дозы и является причиной снижения точности определения (оценки) поглощенной дозы при значениях поглощенной дозы, превышающих указанную величину. Ограничивается область использования этого вещества при повышенных значениях поглощенных доз.

Наиболее близким к предложенному является наноразмерное вещество для термолюминесцентного дозиметра ионизирующих излучений, выполненное на основе анионо-дефектного оксида алюминия, допированного углеродом, представляющее собой нанопористый компаунд в виде пленки, со средними размерами пор порядка 50 нм, содержащий оксид алюминия и алюминий в аморфном состоянии и их кристаллические вкрапления [Radiation Protection Dosimetry 2006, 119(1-4), p.201-205]. Вещество получено анодным окислением алюминия в органических и неорганических растворителях с последующим отжигом промежуточного продукта в аргоне или на воздухе при температуре до 873 К в течение 24 часов. Дозовая зависимость этого вещества имеет диапазон линейности в пределах от 0,005 до 1,0 Гр.

Недостатком указанного вещества при термолюминесцентном способе измерений является наличие нелинейности дозовой зависимости при величинах поглощенной дозы более 1 Гр, что снижает точность оценки поглощенной дозы при ее величинах, превышающих указанное значение. Ограничивается область использования этого вещества при значениях поглощенных доз, превышающих величину поглощенной дозы 1 Гр. Недостатком является также наличие только одной рабочей области дозиметрических измерений с температурным максимумом 200°C. Другую имеющуюся область с максимумом 50°C сложно использовать, так как информация о полученной веществом измеряемой дозе может быть легко утеряна вследствие воздействия на вещество окружающей комнатной температуры. Ограничивается область использования известного вещества.

Задачей изобретения - наноразмерного анионо-дефектного вещества на основе оксида алюминия для люминесцентного дозиметра ионизирующих излучений - является повышение точности оценки поглощенной дозы ионизирующего излучения, расширение области использования.

Для решения поставленной задачи наноразмерное анионо-дефектное вещество на основе оксида алюминия для люминесцентного дозиметра ионизирующих излучений, включающее алюминий в кристаллическом состоянии, отличается тем, что в него введен магний в кристаллическом состоянии, оксид алюминия находится в α -фазе в

керамическом состоянии, размеры зерен всех составляющих веществ находятся в пределах $50 \div 70$ нм при следующем соотношении указанных составляющих в весовых процентах: магний - $0,01 \div 0,05$, алюминий - $0,1 \div 0,5$, оксид алюминия - $99,45 \div 99,89$.

Технический результат изобретения заключается в увеличении верхнего значения линейного диапазона дозовой зависимости до 10 Гр и в соответствующем повышении точности оценки поглощенной дозы. Кроме того, обеспечивается проведение измерений поглощенной дозы в двух рабочих областях по температуре - низкотемпературной области от 200 до 300°C с пиком 256°C и высокотемпературной области от 340 до 410°C с пиком 375°C . При случайной утрате результатов измерений в низкотемпературной области возможно дополнительное проведение измерений в высокотемпературной области и восстановление утраченных результатов измерений. Расширяется область использования предложенного вещества в сторону повышенных значений поглощенных доз и более высоких температур.

Технический результат достигается за счет наличия в предложенном веществе новых, отличительных признаков в совокупности с другими вышеуказанными признаками. Наноразмерное керамическое состояние анионо-дефектного вещества на основе оксида алюминия в альфа-фазе с предложенными размерами зерен определяет наличие в нем структурных дефектов и созданных ими люминесцентных центров, способствующих расширению диапазона линейности дозовой зависимости, а также наличие двух температурных рабочих областей измерения поглощенной зоны.

Описанная связь между отличительными признаками предложенного изобретения и новым техническим результатом экспериментально обнаружена авторами изобретения.

Изобретение поясняется чертежами:

фиг.1 - полученная авторами кривая термолюминесценции после облучения предложенного вещества рентгеновским излучением с энергией 40 кэВ до достижения поглощенной дозы 40 Гр, в координатах пиковая интенсивность в импульсах за секунду (имп/с) - температура в $^\circ\text{C}$;

фиг.2 - полученная авторами дозовая зависимость для предложенного вещества в координатах пиковая интенсивность термолюминесценции в импульсах за секунду (имп/с)

- доза в Гр, снятая при облучении рентгеновским излучением с энергией 40 кэВ области низкотемпературного пика 256°C ;

фиг.3 - полученная авторами дозовая зависимость для предложенного вещества в координатах пиковая интенсивность термолюминесценции в импульсах за секунду (имп/с)

- доза в Гр, снятая при облучении рентгеновским излучением с энергией 40 кэВ области высокотемпературного пика 375°C .

В таблице приведены примеры выполнения предложенного вещества (образцы №№1÷4) и примеры выполнения вещества, состав которого выходит за пределы предложенного вещества (образцы №№5 и 6). В каждой строке таблицы приведены данные о составе образца и верхнее значение диапазона линейности дозовой зависимости для рентгеновского излучения.

| № образца вещества | Состав вещества | | | | Верхнее значение диапазона линейности, Гр |
|--------------------|--|----------------|------------------|---|---|
| | Керамический оксид алюминия в α -фазе, вес. % | Магний, вес. % | Алюминий, вес. % | Размеры зерен составляющих вещества, нм $\pm 5\%$ | |
| 1 | 99,62 | 0,03 | 0,35 | 60 | 10 |

| | | | | | |
|---|--------|-------|------|----|-----|
| 2 | 99,85 | 0,05 | 0,1 | 50 | 4,2 |
| 3 | 99,49 | 0,01 | 0,5 | 70 | 3,5 |
| 4 | 99,525 | 0,025 | 0,45 | 55 | 9,8 |
| 5 | 99,915 | 0,005 | 0,08 | 40 | 0,9 |
| 6 | 99,39 | 0,06 | 0,55 | 80 | 0,8 |

Ниже описаны примеры способов изготовления указанных в таблице образцов вещества. Номер примера соответствует номеру образца в таблице.

Технология изготовления вещества включает в себя несколько стадий: смешивание исходных компонентов (оксиды алюминия и магния, металлический алюминий) для получения композитной массы, формование (прессовку) изделия, сушку при температуре 200÷300°C и спекание (термообработку) при температуре 1300÷1600°C в вакууме 10^{-3} Торр в течение 20÷60 минут для получения керамического образца. При этом оксид алюминия становится анионо-дефектным, а оксид магния восстанавливается до кристаллического магния.

Пример 1

В шаровой мельнице смешивают три исходных нанокристаллических порошка: оксид алюминия с размерами частиц от 20 до 50 нм в количестве 99,62 весовых частей (вес.ч.), оксид магния с размерами частиц от 20 до 50 нм в количестве 0,05 вес.ч. и металлический алюминий с размерами частиц от 20 до 50 нм в количестве 0,35 вес.ч. Затем формуют полученную смесь, в частности, в виде таблетки и сушат при температуре 200÷300°C. Термообработку отформованной смеси производят в вакуумной электропечи при температуре 1450°C в течение 40 минут. Полученный образец №1 предложенного вещества имеет указанный в таблице состав с размерами зерен $60\pm 5\%$ нм и обеспечивает верхнее значение диапазона линейности для рентгеновского излучения 10 Гр.

Пример 2

Отличается от примера 1 только тем, что три вышеуказанных исходных компонента (оксид алюминия, оксид магния и алюминий) смешивают в соотношениях, соответственно, 99,85, 0,083 и 0,1 вес.ч., а термообработку отформованной смеси производят при температуре 1320°C в течение 20 минут. При этом образец №2 предложенного вещества с размерами зерен $50\pm 5\%$ нм обеспечивает верхнее значение диапазона линейности для рентгеновского излучения 4,2 Гр.

Пример 3

В отличие от примера 1 три исходных компонента (оксид алюминия, оксид магния и алюминий) смешивают в соотношениях, соответственно, 99,49, 0,017 и 0,5 вес.ч., термообработку отформованной смеси ведут при температуре 1580°C в течение 60 минут. Образец №3 предложенного вещества имеет размеры зерен $70\pm 5\%$ нм и обеспечивает верхнее значение диапазона линейности для рентгеновского излучения 3,5 Гр.

Пример 4

В отличие от примера 1 три исходных компонента (оксиды алюминия, магния и алюминий) смешивают в соотношениях, соответственно, 99,525, 0,042 и 0,45 вес.ч., а термообработку отформованной смеси производят при температуре 1480°C в течение 50 минут. Образец №4 предложенного вещества имеет размеры зерен $55\pm 5\%$ нм и обеспечивает верхнее значение диапазона линейности для рентгеновского излучения 9,8 Гр.

Примеры 5 и 6

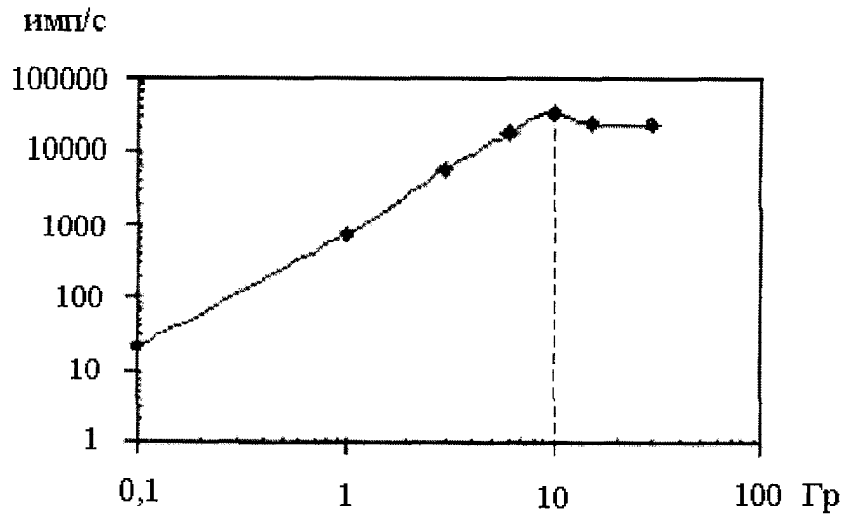
При изготовлении образца №5 в отличие от примера 1 исходные компоненты (оксид

алюминия, оксид магния и алюминий) смешивают в соотношениях, соответственно, 99,915, 0,0084 и 0,08 вес.ч., термообработку отформованной смеси производят при температуре 1300°C в течение 15 минут. При изготовлении образца №6 в отличие от примера 1 указанные компоненты смешивают в соотношениях, соответственно, 99,39, 0,1 и 0,55 вес.ч., термообработку отформованной смеси производят при температуре 1600°C в течение 65 минут. Эти образцы №№5 и 6 с размерами зерен, соответственно, $40\pm 5\%$ нм и $80\pm 5\%$ нм выходят за пределы состава предложенного вещества и имеют верхние значения диапазона линейности для рентгеновского излучения, соответственно, 0,9 и 0,8 Гр, то есть на уровне вещества-прототипа.

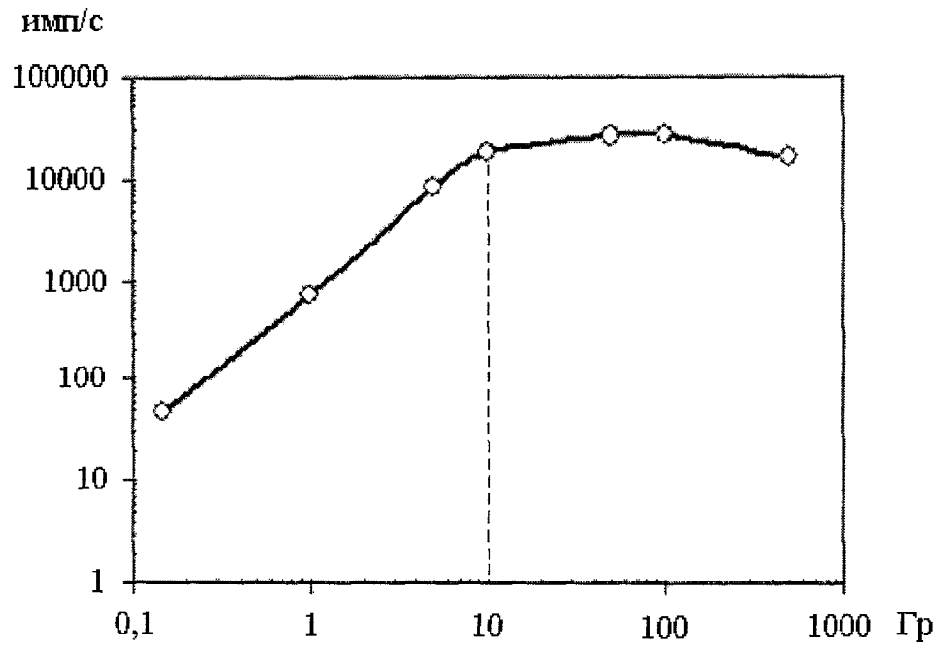
С использованием образцов вещества №№1, 2, 3 и 4 обеспечивается достижение вышеуказанного технического результата, эти образцы являются примерами предложенного изобретения.

Формула изобретения

Наноразмерное анионо-дефектное вещество на основе оксида алюминия для люминесцентного дозиметра ионизирующих излучений, включающее алюминий в кристаллическом состоянии, отличающееся тем, что в него введен магний в кристаллическом состоянии, оксид алюминия находится в α -фазе в керамическом состоянии, размеры зерен всех составляющих вещества находятся в пределах $50\div 70$ нм при следующем соотношении указанных составляющих, вес. %: магний $0,01\div 0,05$, алюминий $0,1\div 0,5$, оксид алюминия $99,45\div 99,89$.



Фиг.2



Фиг.3