



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
G01T 1/10 (2019.02)

(21)(22) Заявка: 2018113951, 16.04.2018

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
16.04.2018

Дата регистрации:
16.08.2019

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 16.04.2018

(45) Опубликовано: 16.08.2019 Бюл. № 23

Адрес для переписки:

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, УРФУ,
Центр интеллектуальной собственности,
Маркс Т.В.

(72) Автор(ы):

Сарычев Максим Николаевич (RU),
Мильман Игорь Игорьевич (RU),
Сюрдо Александр Иванович (RU),
Абашев Ринат Мансурович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (УРФУ) (RU),
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки "Институт промышленной
экологии" Уральского отделения Российской
академии наук (ИПЭ РАН) (RU)

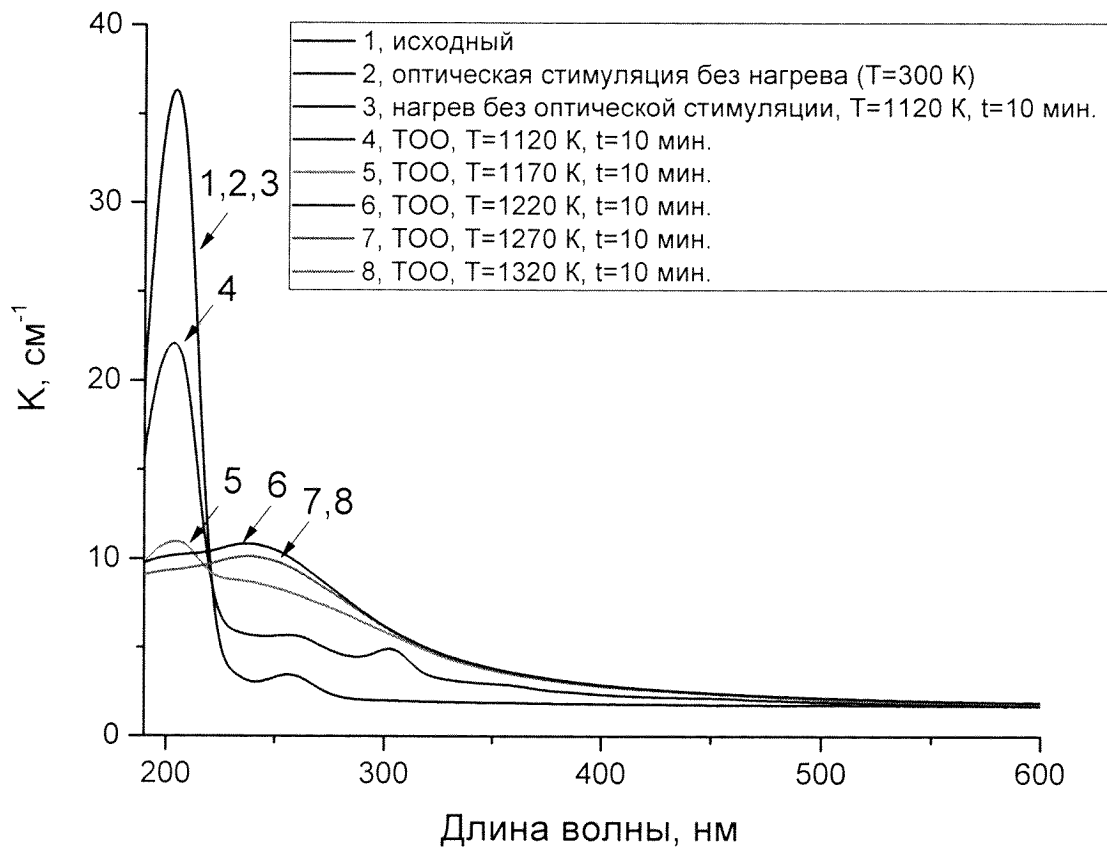
(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: M.S. Akselrod et. al. A thin - layer
Al₂O₃:C beta TL detector. Radiation Protection
Dosimetry. Vol. 66, Nos. 1-4, pp. 105-110 (1996).
RU 2399928 C1, 20.09.2010. RU 2532506 C1,
10.11.2014. US 6414324 B1, 02.07.2002.

(54) Способ получения тонкослойных детекторов ионизирующих излучений для кожной и глазной дозиметрии, использующий стандартный детектор Al₂O₃:C на базе анион-дефектного корунда

(57) Реферат:

Изобретение относится к дозиметрии ионизирующих излучений. Предлагается способ получения тонкослойных детекторов ионизирующих излучений для кожной и глазной дозиметрии, использующий стандартный детектор Al₂O₃:C на базе анион-дефектного корунда, при этом детектор нагревают до температуры 1120-1220К, выдерживают при этой температуре 10-40 минут с одновременным облучением его в нагретом состоянии интегральным потоком света от ртутного газоразрядного источника с

последующим нагревом в темноте поверхностного слоя детектора толщиной 10-13 мкм до температуры 1280-1370К, с использованием, например, сфокусированного излучения CO₂-лазера мощностью 12 Вт путем сканирования лучом диаметром 10-15 мкм поверхности детектора со скоростью 0,1 м/с. Технический результат – повышение надежности, точности и достоверности оценки доз облучения хрусталика глаза, кожных покровов открытых участков тела. 7 ил., 1 табл.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
G01T 1/10 (2019.02)

(21)(22) Application: **2018113951, 16.04.2018**

(24) Effective date for property rights:
16.04.2018

Registration date:
16.08.2019

Priority:

(22) Date of filing: **16.04.2018**

(45) Date of publication: **16.08.2019** Bull. № 23

Mail address:

**620002, g. Ekaterinburg, ul. Mira, 19, URFU,
Tsentr intellektualnoj sobstvennosti, Marks T.V.**

(72) Inventor(s):

**Sarychev Maksim Nikolaevich (RU),
Milman Igor Igorievich (RU),
Syurdo Aleksandr Ivanovich (RU),
Abashev Rinat Mansurovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Uralskij federalnyj universitet
imeni pervogo Prezidenta Rossii B.N. Eltsina"
(URFU) (RU),
Federalnoe gosudarstvennoe byudzhethoe
uchrezhdenie nauki "Institut promyshlennoj
ekologii" Uralskogo otdeleniya Rossijskoj
akademii nauk (IPE RAN) (RU)**

(54) **METHOD OF PRODUCING THIN-LAYER IONIZING RADIATION DETECTORS FOR SKIN AND EYE DOSIMETRY, USING A STANDARD DETECTOR AL₂O₃:C BASED ON ANION-DEFECTIVE CORUNDUM**

(57) Abstract:

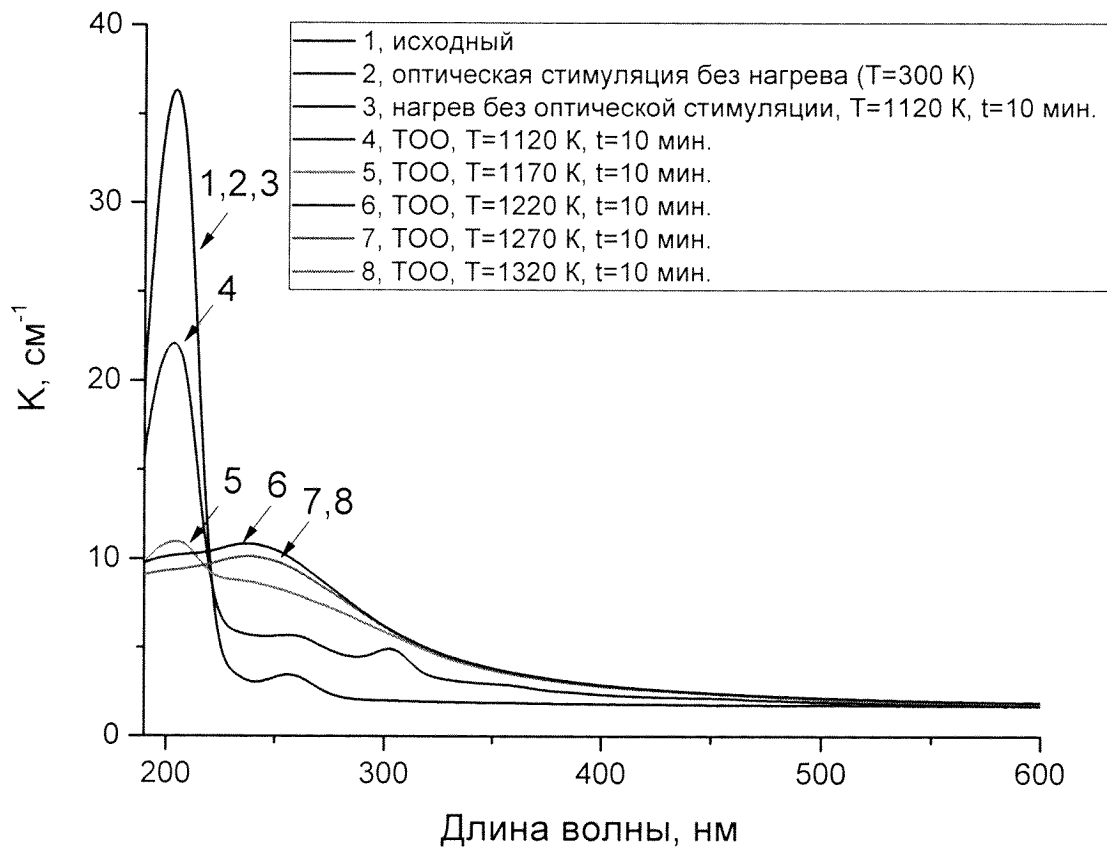
FIELD: physics.

SUBSTANCE: invention relates to the ionizing radiation dosimetry. Disclosed is a method of producing thin-layer ionizing radiation detectors for skin and eye dosimetry, using a standard detector Al₂O₃:C based on anion-defective corundum, wherein the detector is heated to temperature of 1,120–1,220 K, held at this temperature for 10–40 minutes with simultaneous irradiation in a heated state of the integral light flux from the mercury gas-discharge source with subsequent

heating in the dark of the surface layer of the detector with thickness of 10–13 mcm to temperature of 1,280–1,370 K, using, for example, focused emission CO₂ laser power of 12 W by scanning with a beam with diameter of 10–15 mcm of the detector surface at rate of 0.1 m/s.

EFFECT: high reliability, accuracy and accuracy of assessing radiation doses of the eye lens, skin of open body areas.

1 cl, 7 dwg, 1 tbl



Фиг. 1

Изобретение относится к дозиметрии ионизирующих излучений, конкретно к способам получения тонкослойных детекторов на основе анион - дефектного оксида алюминия для кожной и глазной дозиметрии, использующей эффекты термически и/или оптически стимулированной люминесценции (ТЛ и ОСЛ соответственно). Изобретение может
5 быть использовано для повышения надежности, точности и достоверности оценки доз облучения хрусталика глаза, кожных покровов открытых участков тела (например, кистей рук, лица) медицинского персонала при выполнении различных видов оперативных вмешательств под контролем мягкого рентгеновского излучения (С.А. Рыжкин и др. Радиация и риск. 2017. Том. 26. №3. С. 90-99), а также персонала,
10 работающего с источниками слабо проникающих заряженных ядерных частиц, таких как бета-, альфа-частицы и позитроны. Потребность в таких детекторах продиктована тем, что установленный в нормах радиационной безопасности НРБ-99/2009 и в основных санитарных правилах обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ - 99/2010 основной предел эквивалентной дозы в хрусталике глаза для персонала, равный 150
15 мЗв/год, в соответствии с международными нормами и документами по радиационной безопасности МКРЕ, МКРЗ МЭК и МАГАТЭ, снижен с 150 до 20 мЗв в год (Методические указания МУ 2.6.5.037 - 2016 Контроль эквивалентной дозы фотонного и бета - излучения в коже и хрусталике глаза).

Предлагаемое изобретение направлено на решение проблемы создания тонкослойных
20 детекторов для кожной и глазной дозиметрии. При этом представлялось естественным в качестве исходного выбрать материал известного ТЛ- детектора, обладающего рекордной чувствительностью и имеющего дополнительный ОСЛ- канал получения дозиметрической информации.

В настоящее время в отечественной и зарубежной практике получили широкое
25 распространение разработанные в России термолюминесцентные детекторы на основе анион-дефектных монокристаллов α -Al₂O₃, имеющие обозначение ТЛД-500К, TLD-500 или α -Al₂O₃:С. Этот же материал используют ОСЛ - детектор, люминесценцию в котором возбуждают светом (Boons, R. et. al. External and Environmental Radiation Dosimetry with
30 Optically Stimulated Luminescent Detection Device Developed at the SCK·CEN. World Journal of Nuclear Science and Technology, 2012, 2, 6-15).

ТЛ-ОСЛ - детекторы на основе анион-дефектных монокристаллов α -Al₂O₃,
предназначены для регистрации рентгеновского и гамма- излучений. Они имеют
цилиндрическую форму высотой 1 мм и диаметром 5 мм. Накопленная доза в них
35 определяется люминесценцией всего объема детектора, поэтому они становятся неэффективными для определения доз, создаваемых мягким рентгеновским излучением, низкоэнергетическими корпускулярными излучениями с большими линейными потерями энергии (ЛПЭ), либо в смешанных полях излучений. Согласно указаниям МУ 2.6.5.037
- 2016, индивидуальный дозиметрический контроль (ИДК) облучения кожи и хрусталика
40 глаза заключается в определении индивидуальных эквивалентов дозы H_p(3) и H_p(0,07). Наибольший вклад в дозу H_p(0,07) дают низкоэнергетическое фотонное излучение (энергия фотонов не более 15 кэВ) и бета- излучение (средняя энергия частиц не менее 50 кэВ), а в дозу H_p(3) - низкоэнергетическое фотонное излучение (энергия фотонов не
45 более 15 кэВ) и бета-излучение (энергия частиц не менее 700 кэВ). По имеющимся оценкам (А.И. Сюрдо, А.В. Болдеш, М.И. Власов, И.И. Мильман // Оценка погрешностей измерения поглощенных доз кожными и глазными дозиметрами с отличающимися толщинами активных и защитных слоев. // АНРИ, 2014, №1, С. 39-45) пробег бета - частиц с минимальной нормируемой в НРБ-99/2009 средней энергией 50 кэВ при

нормальном падении составляет в $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ величину 13 мкм, с энергией 250 кэВ - ~200 мкм, с энергией 800 кэВ - ~1 мм. Указанные линейные величины пробегов при переходе к массовым для $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ соответственно равны ~5, 78, 310 мг/см². Здесь следует отметить,

5 что массовая толщина или поверхностная плотность ρ_s (мг/см²) связана с линейной толщиной чувствительного слоя детектора d соотношением $\rho_s = \rho \cdot d$, где $\rho = 3920$ мг/см³ - объемная плотность корунда.

Согласно полученным данным (А.И. Сюрдо и др., АНРИ, 2014, №1, С. 39-45) наиболее
10 точное определение нормируемых величин $H_p(3)$ и $H_p(0,07)$ возможно, если использовать для указанных целей детекторы с толщиной чувствительного слоя не более 5 мг/см², то есть с толщиной, не превышающей толщины чувствительных слоев кожи и хрусталика. Как видно из вышеприведенного, для выполнения условия $\rho_s = 5$ мг/см² из
15 НРБ-99/2009 требуемая линейная толщина чувствительного слоя детектора из корунда должна быть ~13 мкм и ее крайне сложно и нетехнологично достичь простым механическим утонением термолюминесцентных детекторов ТЛД -500К имеющих линейную толщину чувствительного слоя 1000 мкм. Важно также отметить, что многие другие имеющиеся типы тонкослойных детекторов для регистрации доз в кожных
20 покровах, например на основе LiF и MgB₂O₇ (Bilski P. et al. Ultra-thin LiF:Mg,Cu,P detectors for beta dosimetry // Radiation Measurements, 1995, V. 24, No. 4, p. 439-443; Шлеенкова Е.Н. Экспериментальное исследование характеристик индивидуальных термолюминесцентных дозиметров для измерения эквивалентных доз в коже и хрусталике глаза // Радиационная гигиена, 2014, Т. 7, №4, с. 143-149; МУ 2.6.5.037 - 2016), а также на основе Al₂O₃,
25 некоторые из которых будут описаны ниже, имеют массовые толщины чувствительных слоев больше, чем регламентируемая в действующих нормах НРБ-99/2009 толщина чувствительных к облучению базального слоя кожи, эпителиального и экваториального слоя хрусталика глаза, а именно 5 мг/см².

30 Из уровня техники известны способы создания тонкослойных ТЛ - и/или ОСЛ - детекторов бета - излучения на основе ТЛД-500К, принятые за аналоги решения, предлагаемого в изобретении.

Пример 1.

В способе, описанном в работе M.S. Akselrod et. al. A thin - layer Al₂O₃:C beta TL
35 detector. Radiation Protection Dosimetry. Vol. 66, Nos. 1-4, pp. 105-110 (1996), объемный монокристаллический детектор Al₂O₃:C механически размалывался в порошок в железной мельнице. Время размалывания варьировалось от 2 до 6 часов. Порошок обрабатывался соляной кислотой для удаления из него железных включений, промывался водой и сушился горячим воздухом. Описанный способ позволял получать
40 порошок с размерами зерен от 1 до 160 мкм. ТЛ чувствительность детектора в форме порошка зависела от размеров зерна, и существенно снижалась, когда размеры зерна были меньше 40 мкм. Следующей стадией этой технологии было закрепление порошка на подложки, выполненные из разных материалов, включая термостойкие полимерные пленки и металлические фольги. Наилучшие результаты (линейность дозовой
45 зависимости 10⁻⁵ - 15 Гр и минимальная зависимость выхода ТЛ от энергии бета частиц (¹⁴⁷Pm, ²⁰⁴Tl, ⁹⁰Sr/⁹⁰Y), в 1,5 раза, были достигнуты для порошкообразного $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ детектора с размером зерна 20-40 мкм, нанесенного на алюминиевую подложку

толщиной 0,2 мм и удерживаемого на ней силами адгезионной связи. Рассмотренный способ положен в основу промышленного изготовления на основе $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3\text{:C}$

тонкослойных ТЛ- ОСЛ - детекторов фирмой Landauer, Inc. (USA), используемых в настоящее время (T.N.O. Pinto et. al. Measuring TL and OSL of Beta Radioisotops inside a Glove Box at a Radiopharmacy Laboratory. Radiation Measurements, v. 46, N12 (2011)1847-1850). Описанный способ получения тонкослойных $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ детекторов

характеризуется большой трудоемкостью и материальными затратами. Последние связаны с получением объемного материала, его механическим измельчением, химической очисткой и закреплением полученного порошка на металлическую подложку для регистрации ТЛ. Для измерения только ОСЛ порошок размещался между оптически прозрачными органическими пленками. Кроме того, получаемые по вышеописанной технологии детекторы на практике имели значительную толщину активного слоя (~80-100 мкм), что не позволяет корректно (согласно нормам НРБ-99/2009) оценивать дозу от бета- излучения в базальном слое кожи толщиной 5 мг/см² под покровным слоем толщиной 5 мг/см².

Пример 2.

В способе, описанном в работе M.W. Blair et al. Nanophosphor aluminum oxide: Luminescence response of a potential dosimetric material. J. of Luminescence 130 (2010) 825-831, для создания тонкослойного детектора использовались нанопорошки $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Исходные промышленные нанопорошки $\text{Al}(\text{OH})_3$ (18 г) были растворены в азотной кислоте (40 мл, HNO_3 , 65wt%). После того, как экзотермическая реакция остановилась, в жидкость добавлялось определенное количество катализатора (глицин, мочевины и гексаметиленetetрамин). Перед финишной термообработкой смесь высушивалась в вакуумной печи при 115°C в течение 18 часов. Термообработка проводилась на воздухе в муфельной печи при 620°C. Дополнительный отжиг на воздухе при 1000°C в течение 1 часа был сделан для удаления остатков катализатора, нитрата и для образования стабильной α -фазы Al_2O_3 . Порошок с размером зерен 2 нм фиксировался на стальной подложке силиконовым клеем и облучался излучением источника $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ с мощностью дозы 0,129Гр/с и 0,014Гр/с. ТЛ и ОСЛ измерялись по стандартной методике. Результаты сравнивались с объемными детекторами на основе $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3\text{:C}$. Кривые затухания ОСЛ во времени и ТЛ сравниваемых детекторов имели близкий по форме вид.

Чувствительность объемного детектора была на два порядка выше наилучшего из полученных по нанотехнологии из-за различий в массах активного вещества. Параметры ТЛ и ОСЛ детекторов, активная часть которых была выполнена по нанотехнологии, сильнее всего зависела от типа катализатора и режимов термообработок.

Близкие результаты с описанными выше, получены при использовании другой разновидности технологии получения наноразмерных частиц $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ для создания тонкопленочного детектора (V.S. Kortov et al. Luminescence properties of nanostructured alumina ceramic. Radiation Measurements 43(2008) 341-344). Недостатками описанных способов получения тонкослойных $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ детекторов является сложная химическая технология получения. ТЛ - и ОСЛ - свойства материала детектора оказываются труднопроизводимыми из-за зависимости их от многих параметров режима получения, типа и чистоты реактивов. Раздельные этапы получения чувствительного вещества детектора и его закрепление на металлическую подложку. Чувствительность таких детекторов относительно невелика, а воспроизводимость ТЛ-ОСЛ свойств для

серийного производства крайне низка.

Пример 3

В способах, близких по существу, описанных в работах S. Green et al. Optical properties of nanoporous obtained by aluminium anodization. Phys. Stat. Sol. (c) 4, No. 2, 618-621(2007)

и H. Efeoglu et al. Anodisation of aluminium thin films on p^{++} Si and annihilation of strong luminescence from Al_2O_3 . J. of luminescence 130(2010)157-162, тонкие пленки оксида алюминия получены электрохимическим анодированием алюминиевых фольг.

Разработанная технология включает две стадии. На первой, высокочистая (>99,5%) алюминиевая фольга травится в перемешивающейся щавелевой кислоте. Предварительно производилась ультразвуковая очистка фольги ее механическая и электрополировка. Продолжительность анодирования на первой стадии составляет не менее 2 часов. За это время толщина пленки достигала величины около 8 мкм. Вторая стадия анодирования длилась от 6 до 8 часов. Потенциал ионизации на обоих этапах поддерживался равным 40 В. Анодирование проводилось при постоянной температуре $T_1=20^\circ C$ и $T_2=2^\circ C$ со средней плотностью тока $i_1=8,0 \text{ mA/cm}^2$ и $i_2=1,9 \text{ mA/cm}^2$. Толщины пленок, полученных в указанных режимах, составляли $d_1=90 \text{ мкм}$ и $d_2=29 \text{ мкм}$, соответственно. Люминесцентные свойства пленок были хорошо выражены и коррелировали с известными для объемных дозиметрических кристаллов $Al_2O_3:C$, в обоих случаях ответственными за люминесценцию являлись центры F - типа.

Недостатками способов получения тонкослойных оптически активных Al_2O_3 - покрытий является длительность и сложность процесса, сильная зависимость получаемых люминесцентных свойств (изменение интенсивности и спектра люминесценции) от температуры проведения анодирования, химической чистоты используемых реагентов.

Пример 4

В патенте на изобретение описан способ получения тонкослойного основанного на эффектах термически и/или оптически стимулированной люминесценции детектора заряженных частиц ядерных излучений на основе оксида алюминия (Патент РФ №2507629 опуб. 20.02.2014), заключающийся в испарении мишени исходного материала импульсным электронным пучком с энергией не более 100 кэВ, длительностью импульсов от 20 до 300 мкс, плотностью энергии не менее 1 МДж/см^2 . Пучок электронов на пути к мишени проводят через систему создания перепада давления газа, с помощью которой, в камере испарения, обеспечивают давление в диапазоне 1-20 Па для охлаждения частиц. Осаждение частиц производят на охлаждаемые подложки, выполненные из металла, температура плавления которого превышает $900^\circ C$, а коэффициент линейного теплового расширения близок к коэффициенту линейного теплового расширения осажденного слоя оксида алюминия. Толщину получаемого слоя от 5 до 40 мкм регулируют временем осаждения от 5 до 20 минут, а чувствительность к излучению - финишной термообработкой в диапазоне 823-1170 К в течение 10-20 минут. Недостатком этого способа является необходимость использования уникального сложного оборудования. Кроме того, ТЛ - ОСЛ - свойства получаемых пленок очень сильно зависят от большого числа взаимосвязанных технологических параметров: тока пучка, давление в камере, интенсивности охлаждения и даже от свойств материала подложки.

Наиболее близким к предлагаемому в изобретении способу является техническое решение, описанное в примере 1, принятое за прототип. В этом решении в максимальной степени сохранены ТЛ - ОСЛ свойства исходных объемных детекторов $Al_2O_3:C$. По этой же причине при разработке способа получения тонкослойных детекторов

ионизирующих излучений на основе анион - дефектного оксида алюминия для кожной и глазной люминесцентной дозиметрии, в предлагаемом изобретении в качестве исходного материала выбраны стандартные объемные детекторы $Al_2O_3:C$ цилиндрической формы высотой 1 и диаметром 5 мм. Логика предлагаемого изобретения заключалась в следующем: на первом этапе сделать стандартный детектор $Al_2O_3:C$ не чувствительным к облучению ионизирующим излучениям путем подавления его ТЛ- и ОСЛ - свойств. На втором - вернуть эти свойства в поверхностном слое, требуемой толщины.

Физические аспекты, положенные в основу предлагаемого изобретения

Особенностью детекторов $\alpha-Al_2O_3:C$ является то, что ТЛ- и ОСЛ свойствами, они обязаны собственным дефектам решетки, кислородным вакансиям, захватившими один или два электрона и образующие оптически активные F^+ и F^- - центры, соответственно. Это принципиально отличает их от других типов используемых детекторов, например $LiF:Cu,P,Mg$ (GR200), люминесцентные свойства которых, связаны с дефектами примесного происхождения. Нужно отметить, что в формуле соединения $Al_2O_3:C$ символ углерода не является указанием типа примеси, а конкретизирует восстановительные условия выращивания кристаллов номинально чистого анион - дефектного корунда: высокая температура, вакуум, присутствие углерода для создания низкого парциального давления по кислороду. В этом методе выращивания анион - дефектного корунда, получившем название субтрактивное окрашивание, ионы кислорода диффундируют из кристалла. Созданный дефицит кислорода приводит к нарушению стехиометрического состава в кислородной подрешетке с образованием кислородных вакансий (дефекты по Шоттки). В решетке $\alpha-Al_2O_3$ они существуют в виде наиболее активных в ТЛ-и ОСЛ- процессах F^+ - и F^- -центров (анионная вакансия с одним и двумя электронами соответственно). F^- - центр является нейтральным, F^+ - центр - однократно положительно заряженным относительно решетки. В Таблице приведены основные спектрально-оптические и люминесцентные характеристики F^+ - и F^- - центров в $Al_2O_3:C$: пики оптического поглощения (ОП) и фотолюминесценции люминесценции (ФЛ). Другой особенностью F^- - и F^+ - центров, образованных в $Al_2O_3:C$: выращиванием в восстановительных условиях, является их температурная устойчивость вплоть до 1670К. Это означает, что нагрев детекторов до 1170К, требуемый по техническим условиям подготовки детекторов к эксплуатации, не приводит к качественным и количественным изменениям F^- - и F^+ - центров и, следовательно, не оказывает влияния на служебные характеристики ТЛ-ОСЛ- детекторов. По данным ОП F^- - центров в полосе с максимумом при 205 нм их концентрация в стандартных детекторах оценивается величиной $\sim 10^{17}$ $см^{-3}$, а $F^+ \sim 10^{16}$ $см^{-3}$. Поэтому спектральный состав ТЛ и ОСЛ определяется, главным образом, полосой свечения F^- - центров с пиком 413 нм, а чувствительность детекторов, в первом приближении, пропорциональна их концентрации.

При исследовании свойств ТЛД-ОСЛ - детекторов впервые обнаружилась возможность снижать объемную концентрацию F^- - центров, и, следовательно, снижать их чувствительность к ионизирующему излучению, путем проведения термо-оптической обработки (ТОО), заключающейся в выдержке детектора при температурах в диапазоне 1120-1220К с одновременным его облучением интегральным потоком УФ излучением ртутного источником света. После проведения ТОО чувствительность детекторов

может быть восстановлена до исходного уровня, в том числе в поверхностном слое заданной толщины, повторной термообработкой в темноте в интервале температур 1280-1370К.

Ниже, на Фиг. 1-7, приводятся режимы ТОО и последующей термообработки детекторов в темноте, экспериментально доказывающих работоспособность предлагаемого технического решения.

На Фиг. 1 приведены изменения в спектрах оптического поглощения F-центров с пиком при 205 нм в зависимости от температуры при фиксированном времени проведения ТОО. Здесь же, для сравнения, приведены спектры ОП исходного стандартного детектора (кривая 1), детектора с оптической обработкой без нагрева при комнатной температуре (кривая 2), детектора при температуре 1120К без оптической обработки (кривая 3). Кривые ОП 1, 2, 3, показывают, что термообработка детекторов без оптического облучения, точно также как и оптическое облучение при комнатной температуре, не приводят к изменению концентрации F - центров относительно имеющейся в исходном детекторе. Проведение ТОО приводит к снижению концентрации F - центров, кривые 4-8. Особенно резко это снижение наблюдается в температурном интервале ТОО 1120-1220К (кривые 4, 5, 6). Дальнейший рост температуры ТОО не приводит к существенному снижению концентрации F - центров (кривые 7, 8).

На Фиг. 2 показаны изменения спектров оптического поглощения F-центров, относительно исходного (кривая 9), облученного светом при комнатной температуре и нагретого до 1120К без облучения светом (кривая, 10) в зависимости от времени при постоянной температуре ТОО. Видно из этого рисунка, что резкое снижение концентрации F - центров происходит при ТОО во временном интервале 10-40 минут при температуре 1120К (кривые 10, 11, 12). Дальнейшее повышение времени проведения ТОО не приводило к существенному снижению полосы поглощения F - центров (кривая 13). Результаты, представленные на Фиг. 1 и 2, доказывают возможность снижения концентрации F - центров в объеме стандартных ТЛ - ТСЛ детекторах до уровня близкого к существующим в номинально бездефектных кристаллах Al_2O_3 с помощью ТОО, проводимой в температурном диапазоне 1120-1220К в течение 10-60 минут. Это автоматически означает потерю ТЛ-ОСЛ свойств такими кристаллами, т.е. делает их нечувствительными к ионизирующим излучениям.

Факт исчезновения полосы поглощения F - центров в результате проведения ТОО, продемонстрированный на Фиг. 1, 2, нельзя связывать с физическим исчезновением кислородных вакансий, поскольку нагрев кристалла без оптического облучения и оптическое облучение без нагрева не приводили к изменению концентрации F - центров. Совершенно очевидно наблюдаемый эффект обусловлен суммой воздействий факторов, присутствующих в ТОО. Предположительно это может быть следствием термически индуцированной фотоионизацией F-центра и последовательное преобразование его сначала в F^+ , а затем в F^{2+} - центр, полоса поглощения которого в Al_2O_3 не обнаружена. Не исключается также возможность образования сложного дефектного комплекса с участием F-центра, индивидуальные свойства которого уже не проявляются в спектре оптического поглощения.

В результате проведенного поиска был найден способ восстановления концентрации F-центров до уровня, исходного, существующего в стандартных ТЛ-ОСЛ детекторах, путем изохронного отжига кристаллов, прошедших ТОО. На Фиг. 3 приведена динамика восстановления интенсивностей полос оптического поглощения F-центров до исходного уровня в зависимости от температуры изохронного отжига в темноте детекторов,

прошедших ТОО. Здесь же указаны режимы изохронного отжига и, для сравнения, спектры ОП исходных детекторов (кривая 14), прошедших ТОО при 1120К в течение 40 мин. с минимальной (или отсутствующей) интенсивностью полосы ОП F-центров (кривая 15). Полученные результаты показывают, что с увеличением температуры изохронного отжига в темноте, интенсивность полосы оптического поглощения F-центров растет (кривые 16, 17, 18), достигая уровня исходного (кривая 19). Таким образом, физическими предпосылками создания тонкослойных детекторов ионизирующих излучений на основе стандартных ТЛ-ОСЛ детекторов являются результаты, приведенные на Фиг. 1, 2, 3. Они показывают, что если у стандартного детектора подавить его объемную ТЛ-ОСЛ - чувствительность с помощью ТОО, то ее можно вернуть к исходной не для всего объема детектора, а с помощью локальной термообработки -поверхностному слою требуемой толщины. В этом случае остальная, не чувствительная к ионизирующему излучению часть кристалла, будет играть роль удобного носителя (подложки) тонкослойного детектора.

Следующим этапом в решении поставленной задачи являлся нагрев поверхностного слоя толщиной 10-30 мкм детектора с минимальной или отсутствующей концентрацией F-центров после ТОО, до температуры 1270-1370К для придания ему ТЛ-ОСЛ свойств.

Учитывая диапазон оптической прозрачности кристаллов Al_2O_3 0,17-5,5 мкм, их высокую теплопроводность, нагрев тонкого слоя поверхности осуществлялся лазерным излучением. Длина волны излучения лазера выбиралась в области поглощения излучения кристаллом Al_2O_3 . Для подтверждения работоспособности предлагаемого изобретения использовались возможности современных CO_2 лазерных систем: сфокусированный на поверхности объекта оптический луч диаметром 0,1-0,2 мм с длиной волны 10 мкм, сканирование лазерным лучом поверхности обрабатываемого объекта с заданной скоростью, тепловая мощность, сообщаемая поверхности изделия, достаточная для нагрева, плавления или разрушения любого материала. Температура поверхностного слоя обрабатываемого материала и глубина ее проникновения в объем зависит от мощности излучения и скорости перемещения лазерного луча по поверхности. При малых скоростях увеличивается время взаимодействия лазерного излучения, возрастает температура поверхности и глубина распространения температурного профиля в объем кристалла, при этом возможен прогрев поверхности кристалла как на заданную глубину, так и превышающую ее. При больших скоростях сканирования можно не обеспечить температуру отжига требуемого слоя для восстановления в нем ТЛ-ОСЛ свойств.

Для экспериментальной проверки работоспособности предлагаемого изобретения использовалась промышленная CO_2 - лазерная сканирующая установка. Мощность излучения составляла 12 Вт, скорость сканирования 0,001-1 м/с, плотность сканирования 1000линий/дюйм, диаметр лазерного пучка на поверхности мишени 0,1-0,2 мм. Оценка толщины восстановленного по чувствительности ТЛ-ТСЛ слоя $Al_2O_3:C$, проводилась путем его утонения механическим способом, сопровождаемого измерениями ТЛ или ОСЛ - отклика возбужденного рентгеновским излучением остаточного слоя. По мере утонения поверхностного слоя выход ТЛ или ОСЛ должен падать, поскольку при этом уменьшалась масса чувствительного слоя. После полного удаления всего восстановленного по ТЛ-ОСЛ отклику слоя, интенсивности ТЛ и ОСЛ не должны были изменяться и оставаться на фоновом уровне. Разность между толщинами исходного образца и после удаления поверхностного слоя, приводящего к исчезновению ТЛ - ОСЛ оставшегося объема, принималась за толщину тонкослойного ТЛ - ОСЛ детектора, сформированного на поверхности материала, не обладающего ТЛ-ОСЛ свойствами.

Наиболее значимые результаты испытаний показаны на Фиг. 4. На этой фигуре приведен выход ТЛ (площадь под кривой термовысвечивания), возбужденной тестовой дозой рентгеновского излучения в основном пике $Al_2O_3:C$ при 450К, в зависимости от толщины удаляемого слоя и выбранной скорости сканирования поверхности детектора лазерным пучком 0,5, 0,1, 0,01 м/с. По мере утонения, наибольший ТЛ - отклик оставшегося материала, наблюдался при скорости сканирования, равной 0,01 м/с (кривая 20), что свидетельствовало о значительно большей толщине (~70 мкм) восстановленного по чувствительности поверхностного слоя детектора. При скорости сканирования 0,5 м/с (кривая 22). Выход ТЛ, напротив, был мал, что означало восстановление ТЛ чувствительности в слое глубиной несколько единиц микрометров. При скорости сканирования 0,1 м/с (кривая 21), глубина восстановленного слоя достигает требуемой, и оценивается величиной ~10-30 мкм. Кривые термовысвечивания для оптимальной скорости сканирования 0,1 м/с в зависимости от толщины удаляемого слоя (d) приведены на Фиг. 5. Кривая 23 (d=0) соответствует выходу ТЛ тонкослойного (15-30 мкм) детектора, сформированного ТОО. По мере удаления поверхностного слоя такого детектора толщиной 15 и 60 мкм, выход ТЛ, оставшегося материала, падает, кривые 24 (d=15 мкм) и 25 (d=60 мкм). Данные Фиг. 6 представляют кривые термовысвечивания детекторов после прохождения ТОО в зависимости от скорости сканирования лазерным пучком поверхности детектора. Для сравнения, здесь же приведен выход ТЛ детектора после прохождения ТОО в течение 120 мин. при 1220К (кривая 26). Видно, что при высокой скорости сканирования 0,5 м/с поверхность детектора не успевает прогреться до требуемой температуры, чувствительность поверхностного слоя восстанавливается не полностью (кривая 27). Значительно интенсивнее восстановление ТЛ чувствительности происходит при скорости сканирования 0,1 м/с (кривая 28) и 0,01 м/с (кривая 29) из-за прогрева поверхностного слоя детектора до более высоких температур. На Фиг. 7 приведены кривые затухания сигнала ОСЛ детектора в зависимости от толщины удаляемого слоя поверхности детектора после прохождения ТОО. Из этой фигуры прослеживается закономерность, аналогичная выявленной для ТЛ при d=0 (кривая 30), d=15 мкм (кривая 31) и d=60 мкм (кривая 32). Видно, что по мере удаления поверхностного слоя толщиной 15 и 60 мкм, выход ОСЛ падает, при этом на требуемом уровне чувствительности остается поверхностный слой детектора толщиной в пределах 15-30 мкм.

Дополнительным положительным эффектом, обнаруженным в ходе создания изобретения, является расширение области прозрачности оптических кристаллов $\alpha-Al_2O_3$ в ультрафиолетовой части спектра («просветление») за счет подавления поглощения в диапазоне длин волн 200-300 нм, обусловленного ростовыми дефектами, с помощью термо-оптической обработки.

40

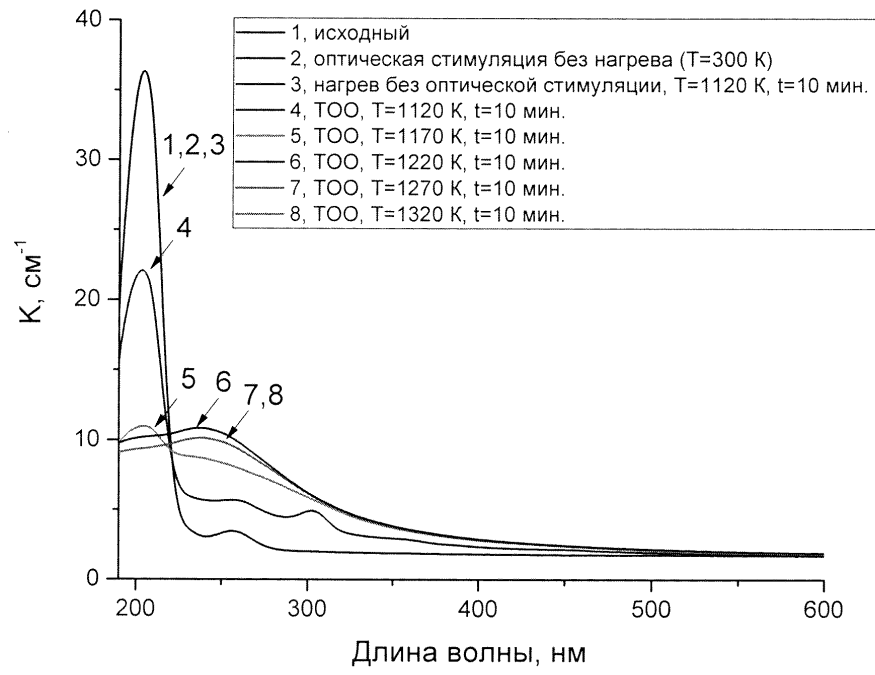
45

Таблица

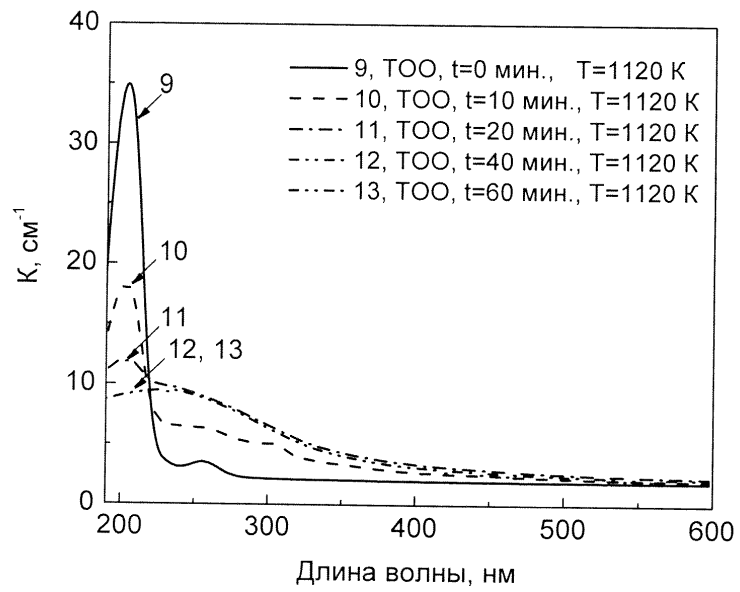
Символ и модель центра	Пик поглощения, нм (эВ)	Пик люминесценции, нм (эВ)
F - нейтральная кислородная вакансия	205 (6,05)	413 (3,0)
F ⁺ - кислородная вакансия с зарядом 1+	197 (6,3) 230 (5,42) 258 (4,8)	326 (3,8)

(57) Формула изобретения

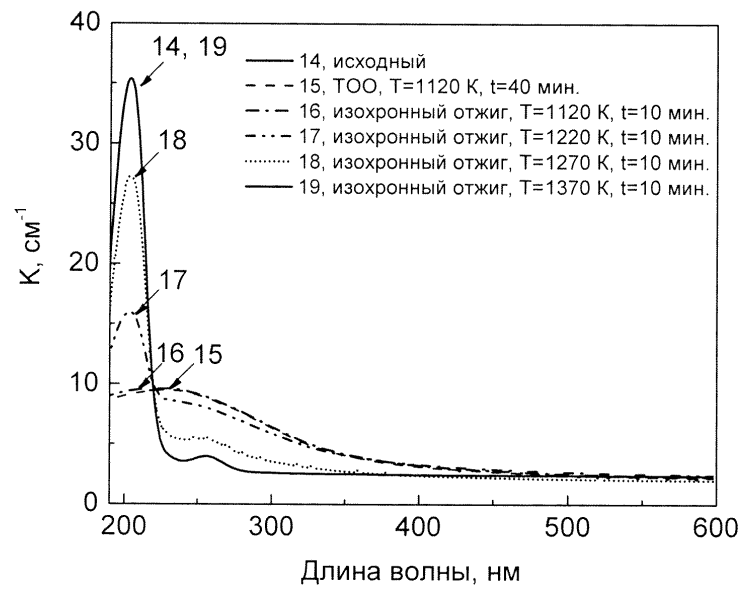
Способ получения тонкослойных детекторов ионизирующих излучений для кожной и глазной дозиметрии, использующий стандартный детектор Al₂O₃:C на базе анион-дефектного корунда, характеризующийся тем, что детектор нагревают до температуры 1120-1220К, выдерживают при этой температуре 10-40 минут с одновременным облучением его в нагретом состоянии интегральным потоком света от ртутного газоразрядного источника с последующим нагревом в темноте поверхностного слоя детектора толщиной 10-13 мкм до температуры 1280-1370К, с использованием, например, сфокусированного излучения СО₂-лазера мощностью 12 Вт путем сканирования лучом диаметром 10-15 мкм поверхности детектора со скоростью 0,1 м/с.



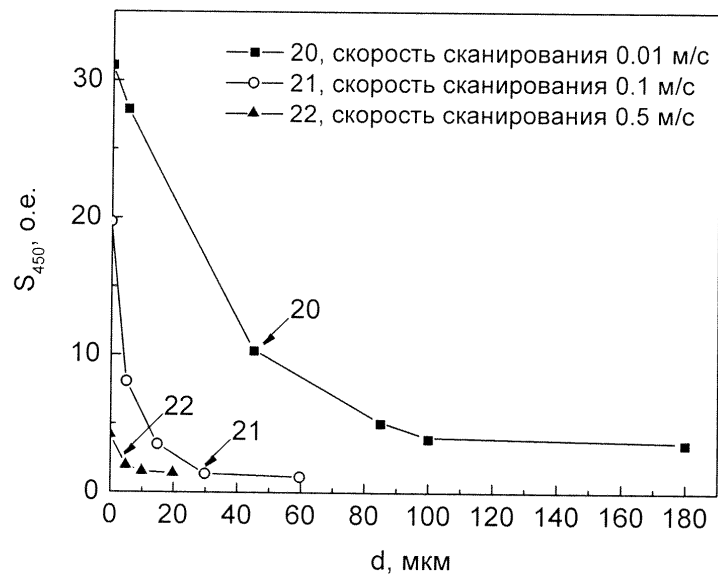
Фиг. 1



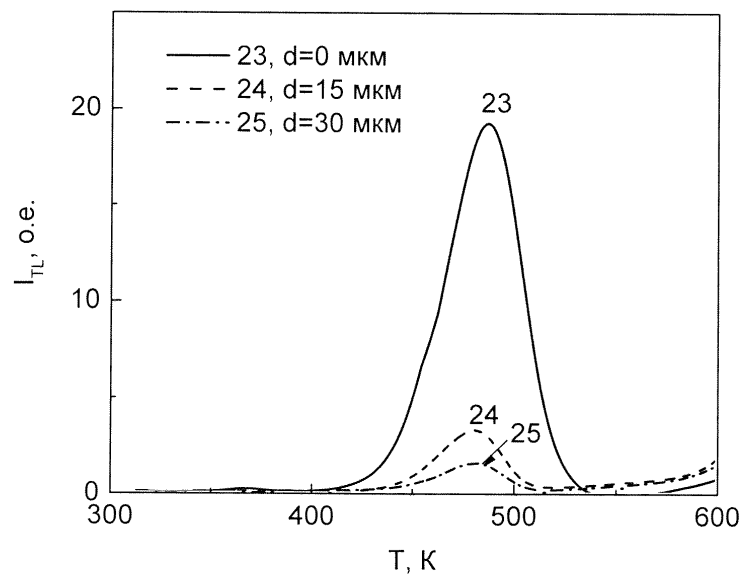
Фиг. 2



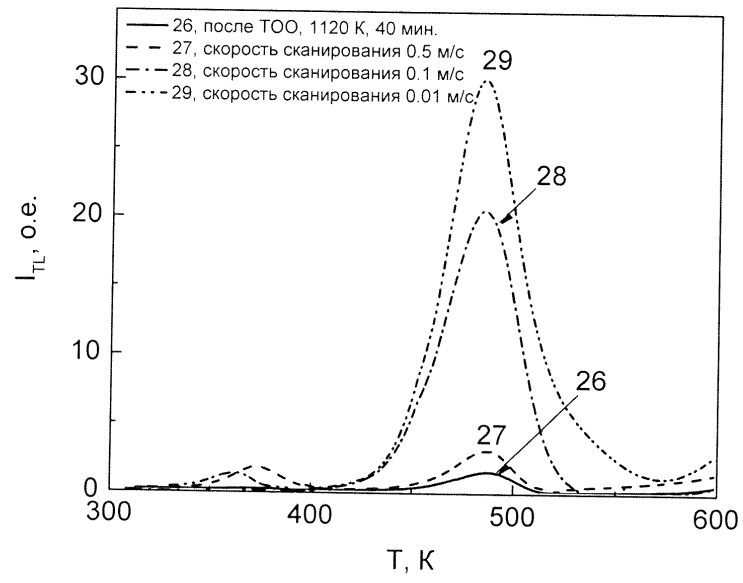
Фиг. 3



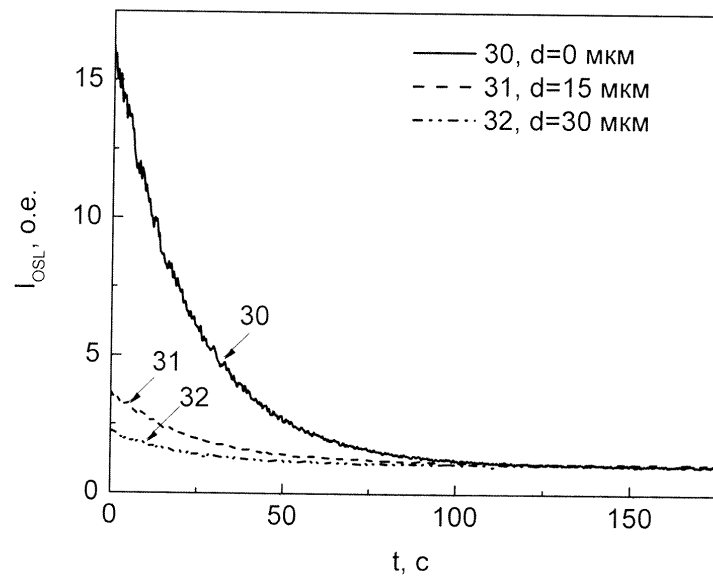
Фиг. 4



Фиг. 5



Фиг. 6



Фиг.7