

сообщения
объединенного
института
ядерных
исследований
дубна

16-84-635

Г.Я.Касканов, Ю.Хеннигер

ТЕХНОЛОГИЯ СИНТЕЗА
ТЕРМОЛЮМИНОФОРОВ $\text{CaSO}_4:\text{Dy};\text{Tm}$
И ИХ ДОЗИМЕТРИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

1984

Работа выполнена с целью разработки и освоения технологии синтеза термолуминофора сернокислого кальция, активированного диспрозием или тулием, из серийного промышленного сырья^{1-5/}. При этом в качестве исходного сырья применили сульфат кальция CaSO_4 б/в, оксиды Dy_2O_3 и тулия Tm_2O_3 квалификации ЧДА и концентрированную серную кислоту H_2SO_4 /92-93%/ серийного производства объединения "Реахим".

С целью получения максимальной чувствительности люминофора экспериментально подобрали состав шихты. Наилучшие результаты получены при следующем соотношении компонентов /мас.%/:

CaSO_4 б/в	- 5,1
Dy_2O_3 или Tm_2O_3	- 0,01
H_2SO_4 /концентрированная/	- остальное.

Растворение и кристаллизацию проводили в кварцевом стакане при температуре /250+270/°С. Сухой остаток /кристаллики $\text{CaSO}_4 \cdot \text{Dy}$ или $\text{CaSO}_4 \cdot \text{Tm}$ / помещали в платиновый тигель и прокаливали при температуре 700°С в течение 90 мин в воздушной среде. Эта температура выбрана после анализа результатов экспериментальных исследований по установлению оптимального режима прокаливания. Так, прокаливание проводили при температурах $T_1 = 550^\circ\text{C}$, $T_2 = 600^\circ\text{C}$, $T_3 = 650^\circ\text{C}$, $T_4 = 700^\circ\text{C}$ и $T_5 = 750^\circ\text{C}$. Эксперименты показали, что при более низких температурах прокаливания ухудшается отношение площадей низкотемпературного и рабочего пиков, а при более высоких температурах - относительная чувствительность к γ -излучению кобальта-60 /рис.1/.

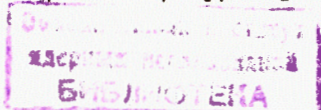
По окончании прокаливания тигель с содержимым быстро охлаждали, и кристаллики просеивали через сито с ячейками 100 и 200 мкм.

Для установления фактического содержания примесных элементов с атомным номером $Z \geq 26$ проводился рентгенофлуоресцентный анализ готового продукта. Концентрация примесных элементов в исследованных порциях термолуминофора составила /мас. 10^{-6} /:

железо	- менее 50,
стронций	- 80,
иттрий	- 6.

Для определения чувствительности и записи кривой термического высвечивания /КТВ/ люминофора часть полученного продукта вместе с люминофорами производства Болгарии, Венгрии и ГДР облучали в поле γ -излучения кобальта-60 и их показания измеряли на приборе моделей 2000/A+B/.

Перед облучением в поле ионизирующего излучения все люминофоры одновременно отжигали при температуре $T = /300 \pm 10/^\circ\text{C}$ в те-



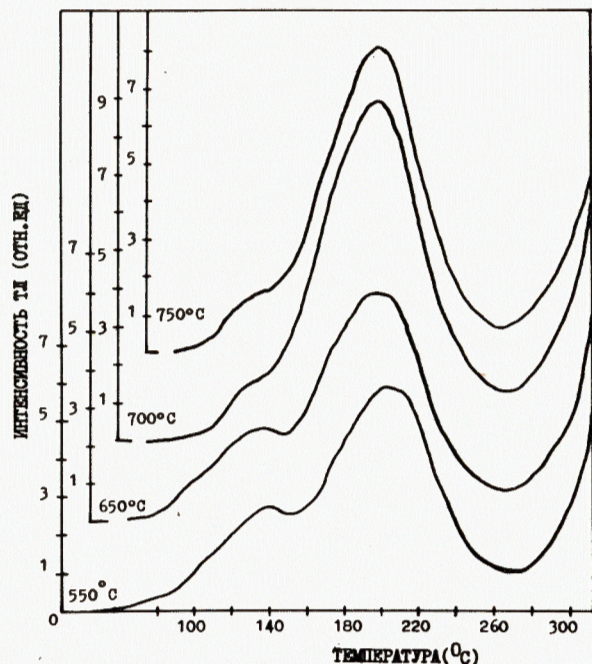


Рис.1. Кривые термического высвечивания люминофоров $\text{CaSO}_4:\text{Dy}(\text{Tm})$ для разных температур прокаливания / γ -излучение кобальта-60/.

чение одного часа с последующим охлаждением до комнатной температуры вместе с кассетой, выполненной из титана, с толщиной стенок 1,5 мм.

В качестве образцового люминофора использовали термолюминофоры TLD-700^{/8/}. Перед облучением TLD-700 отжигали в кассете из титана, помещенной в термостат, при температуре $T_1 = /400 \pm 10/^\circ\text{C}$ в течение одного часа. После этого кассету с детекторами извлекали из термостата, помещали в радиатор из дюралюминия и охлаждали до комнатной температуры. Затем вновь помещали в термостат при температуре $T_2 = /100 \pm 2/^\circ\text{C}$ и отжигали в течение 2 ч.

Облученные детекторы из фтористого лития перед измерением подвергали стабилизирующему прогреву при температуре $T = /100 \pm 2/^\circ\text{C}$ в течение 10 мин.

В процессе измерения измерительная камера блока модели 2000A продувалась техническим азотом со скоростью истечения $/3 \div 4/ \text{л/мин}$.

На рис.1 представлены КТВ люминофоров $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ и $\text{CaSO}_4:\text{Tm}$ для разных температур прокаливания, записанные после облучения их в поле γ -излучения кобальта-60. По полученным КТВ выбран режим нагрева планшеты прибора, период интегрирования ТЛ-сигнала и продолжительность цикла измерения. В дальнейшем люминофоры

$\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ и $\text{CaSO}_4:\text{Tm}$ измеряли в одном и том же режиме: температура предварительного быстрого нагрева $T_{\text{пред}} = 100^\circ\text{C}$; начальная температура интегрирования ТЛ-сигнала $T_1 = 170^\circ\text{C}$; максимальная температура нагрева $T_{\text{макс}} = 250^\circ\text{C}$; скорость линейного нагрева от $T_{\text{пред}}$ до $T_{\text{макс}}$ $g = 10^\circ\text{C/с}$; продолжительность цикла измерения $T_{\text{изм}} = 25 \text{ с}$.

При измерениях TLD-700 использовали стандартный режим^{/9/}.

За время экспериментальных исследований с детекторами $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ и $\text{CaSO}_4:\text{Tm}$ проведено около 50 циклов измерений с целью определения чувствительности к γ -излучению, линейности показаний в зависимости от дозы γ -излучения, фединга и стабильности свойств. При этом измерения фоновых показаний проводили сразу после термической обработки при вышеописанных режимах.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

В таблице приведены средние величины фонового свечения и усредненные результаты измерений отклика люминофоров $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$, $\text{CaSO}_4:\text{Tm}$ и TLD-700 при облучении их в поле γ -излучения кобальта-60 в диапазоне доз $/1 \times 10^{-5} \div 1 \times 10^{-1} / \text{Гр}$ и цезия-137 в диапазоне доз $/6,5 \times 10^{-1} \div 8,56/ \text{Гр}$. Облучение в поле γ -излучения проводили на стандартной градуировочной установке.

По данным таблицы построен график зависимости запасаемой светосуммы термолюминесценции от поглощенной дозы в воздухе, который представлен на рис.2. Здесь же указаны границы случайной погрешности результата измерения при доверительной вероятности $p = 0,95$.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ.

ВЫВОДЫ

На рис.1 видны характерные для данных типов люминофоров максимумы на КТВ в области температур $T_1 = 140^\circ\text{C}$ и $T_2 = 200^\circ\text{C}$ при облучении их в поле γ -излучения, что согласуется с литературными данными^{/7/}. Здесь же хорошо просматриваются отношения площадей низкотемпературного пика и рабочего; наилучшие соотношения достигаются при прокаливании люминофора при температуре $T = 700^\circ\text{C}$.

Из рассмотрения рис.2 и анализа данных таблицы следует, что в исследованном диапазоне поглощенных доз $/1 \times 10^{-5} - 8,56/ \text{Гр}$ дозовая зависимость люминофоров $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ и $\text{CaSO}_4:\text{Tm}$ линейна. Для люминофора $\text{CaSO}_4:\text{Tm}$ эта линейная область намного шире, чем указана в литературе $/3 \text{ Гр}/$ ^{/7/}.

Данные таблицы показывают, что разброс чувствительности при выбранном режиме термической обработки не превышает $\pm 10\%$. Относительная чувствительность к γ -излучению в 20 раз выше, чем для люминофора TLD-700.

Усредненные результаты измерений отклика люминофоров $\text{CaSO}_4:\text{Dy};\text{Tm}$, TLD-700 при облучении их в поле γ -излучения, нКл

Люминофоры	Поглощенная доза излучения в воздухе*, Гр					
	$I \times 10^{-5}$	$I \times 10^{-4}$	$I \times 10^{-3}$	$I \times 10^{-2}$	$I \times 10^{-1}$	8,56
Средняя погрешность свечения, нКл						
$\text{CaSO}_4:\text{Tm}$						
(ОИЯИ)	0,011 \pm 0,002	0,017 \pm 0,003	0,16	1,53	14,12	150
$\text{CaSO}_4:\text{Dy}$						
(ОИЯИ)	0,011 \pm 0,002	0,016 \pm 0,003	0,15	1,46	13,45	135
$\text{CaSO}_4:\text{Dy}$						
(ИПР)	0,012 \pm 0,002	0,016 \pm 0,003	0,16	1,41	13,0	130
$\text{CaSO}_4:\text{Dy}$						
(БНП)	0,010 \pm 0,002	0,019 \pm 0,003	0,18	1,73	15,94	161
$\text{CaSO}_4:\text{Dy}$						
(БНП)	0,010 \pm 0,002	0,015 \pm 0,002	0,14	1,34	12,41	125
TLD-700						
(США)	0,003 \pm 0,001	-	0,008 \pm 0,002	0,076	0,761	7,4
						93,8
						621

* Облучение в диапазоне доз $1 \times 10^{-5} \div 1 \times 10^{-1}$ / Гр проводили в поле γ -излучения кобальта-60 на стандартной градуировочной установке, а в диапазоне доз $6,5 \times 10^{-1} \div 8,56$ / Гр - в поле γ -излучения цезия-137; неуказанные границы случайной погрешности результата измерения не превышают +10% при доверительной вероятности $p = 0,95$.

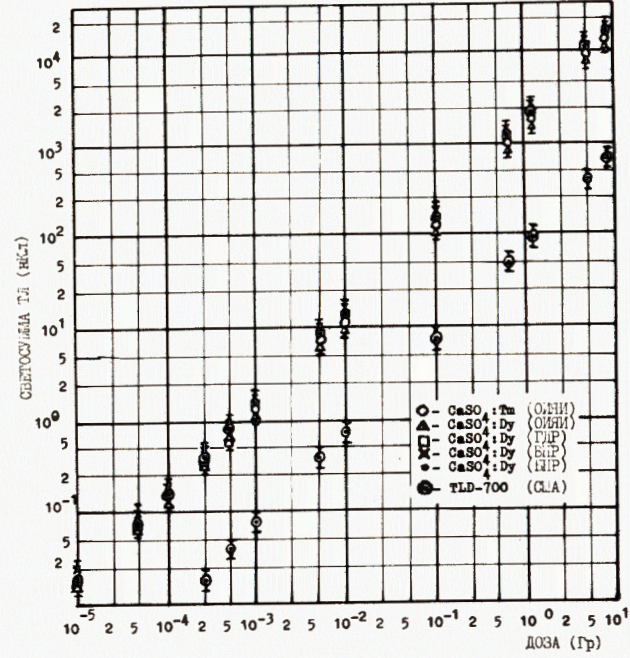


Рис.2. Зависимость запасаемой светосуммы термолюминесценции облученных детекторов от поглощенной дозы.

Исследование фединга облученных люминофоров проводили при хранении их в лабораторных условиях /температура $T = 20 \pm 5^\circ \text{C}$ / в течение 6 мес. Эти измерения показали, что спад показаний люминофоров составляет ~7%.

По полученным дозиметрическим характеристикам можно заключить, что люминофоры $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ и $\text{CaSO}_4:\text{Tm}$, синтезированные в ОИЯИ из серийных реактивов промышленного производства объединения "Реахим", вполне удовлетворяют требованиям, предъявляемым к люминофорам такого типа в области индивидуальной дозиметрии и радиационного контроля окружающей среды.

ЛИТЕРАТУРА

1. Yamachita T. et al. Health Phys., 1971, 21, p.295.
2. Becker K. Solid State Dosimetry, CRC Press, Cleveland, Ohio, 1973, p.68.
3. Azorin J., Salvi R., Mareno A. Proc. of the 6th Int. Conf. on Solid State Dosimetry. Toulouse, France, 1980; Nucl. Instr. and Meth., 1980, 175, p.81.

4. Sahre P., Fellingner J. Investigation of Dosimetry Properties of $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ -PTFE Detectors. 16th Int.Symp.Rad. Prot.Phys., Dresden 5 to 9 March 1984.
5. Прокич М. Атомная техника за рубежом, 1979, №3, с.37.
6. Касканов Г.Я. и др. ОИЯИ, 16-83-212, Дубна, 1983.
7. Бочвар И.А. и др. Метод дозиметрии ИКС. Атомиздат, М., 1977.
8. Проспект фирмы Harshaw Chemical Company, Cleveland, Ohio, 44106, USA.
9. Касканов Г.Я. и др. ОИЯИ, 16-83-452, Дубна, 1983.

НЕТ ЛИ ПРОБЕЛОВ В ВАШЕЙ БИБЛИОТЕКЕ?

Вы можете получить по почте перечисленные ниже книги, если они не были заказаны ранее.

	Труды VI Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. Дубна, 1978 /2 тома/	7 р. 40 к.
	Труды VII Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц, Дубна, 1980 /2 тома/	8 р. 00 к.
	Труды УШ Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. Протвино, 1982 /2 тома/	11 р. 40 к.
D11-80-13	Труды рабочего совещания по системам и методам аналитических вычислений на ЭВМ и их применению в теоретической физике, Дубна, 1979	3 р. 50 к.
D2-81-543	Труды VI Международного совещания по проблемам квантовой теории поля. Алушта, 1981	2 р. 50 к.
D10,11-81-622	Труды Международного совещания по проблемам математического моделирования в ядерно-физических исследованиях. Дубна, 1980	2 р. 50 к.
D17-81-758	Труды II Международного симпозиума по избранным проблемам статистической механики. Дубна, 1981.	5 р. 40 к.
P18-82-117	Труды IV совещания по использованию новых ядерно-физических методов для решения научно-технических и народнохозяйственных задач. Дубна, 1981.	3 р. 80 к.
D2-82-568	Труды совещания по исследованиям в области релятивистской ядерной физики. Дубна, 1982.	1 р. 75 к.
D9-82-664	Труды совещания по коллективным методам ускорения. Дубна, 1982.	3 р. 30 к.
D3,4-82-704	Труды IV Международной школы по нейтринной физике. Дубна, 1982.	5 р. 00 к.
D11-83-511	Труды совещания по системам и методам аналитических вычислений на ЭВМ и их применению в теоретической физике. Дубна, 1982.	2 р. 50 к.
D7-83-644	Труды Международной школы-семинара по физике тяжелых ионов. Алушта, 1983.	6 р. 55 к.
D2,13-83-689	Труды рабочего совещания по проблемам излучения и детектирования гравитационных волн. Дубна, 1983.	2 р. 00 к.
D13-84-63	Труды XI Международного симпозиума по ядерной электронике. Братислава, Чехословакия, 1983.	4 р. 50 к.
D2-84-366	Труды 7 Международного совещания по проблемам квантовой теории поля. Алушта, 1984.	4 р. 30 к.

Рукопись поступила в издательский отдел
17 сентября 1984 года.

Заказы на упомянутые книги могут быть направлены по адресу:
101000 Москва, Главпочтамт, п/я 79
Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований

В Объединенном институте ядерных исследований начал выходить сборник "Краткие сообщения ОИЯИ". В нем будут помещаться статьи, содержащие оригинальные научные, научно-технические, методические и прикладные результаты, требующие срочной публикации. Будучи частью "Сообщений ОИЯИ", статьи, вошедшие в сборник, имеют, как и другие издания ОИЯИ, статус официальных публикаций.

Сборник "Краткие сообщения ОИЯИ" будет выходить регулярно.

The Joint Institute for Nuclear Research begins publishing a collection of papers entitled *JINR Rapid Communications* which is a section of the JINR Communications and is intended for the accelerated publication of important results on the following subjects:

Physics of elementary particles and atomic nuclei.
Theoretical physics.
Experimental techniques and methods.
Accelerators.
Cryogenics.
Computing mathematics and methods.
Solid state physics. Liquids.
Theory of condensed matter.
Applied researches.

Being a part of the JINR Communications, the articles of new collection like all other publications of the Joint Institute for Nuclear Research have the status of official publications.

JINR Rapid Communications will be issued regularly.



Касканов Г.Я., Хеннигер Ю.
Технология синтеза термолуминофоров $\text{CaSO}_4:\text{Dy}; \text{Tm}$
и их дозиметрические характеристики

16-84-635

Работа выполнена с целью разработки и освоения технологии синтеза термолуминофора сернокислого кальция, активированного диспрозием или тулием, из серийного промышленного сырья квалификации ЧДА. Описана технология синтеза и приведены следующие характеристики люминофора: а/ кривые термического высвечивания /КТВ/ и режим термической обработки, б/ чувствительность к γ -излучению кобальта-60, в/ средняя величина фонового свечения, г/ зависимость запасаемой светосуммы термолуминесценции облученных детекторов от поглощенной дозы, з/ значение фединга облученных детекторов от времени хранения в лабораторных условиях. Приведенные характеристики сравнивались с аналогичными характеристиками TLD-700. Все измерения проводились на приборе моделей 2000/A+B/ фирмы Harshaw. Экспериментально полученные характеристики люминофора удовлетворяют требованиям индивидуальной дозиметрии и радиационного контроля окружающей среды.

Работа выполнена в Отделе радиационной безопасности и радиационных исследований ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1984

Перевод О.С.Виноградовой

Kaskanov G.Ja., Henniger J.
 $\text{CaSO}_4:\text{Dy}; \text{Tm}$ Thermoluminophors Synthesis Technology
and Their Dosimetric Characteristics

16-84-635

The aim of the work was to develop and utilize the synthesis technology of CaSO_4 thermoluminophor activated by Dy or Tm from serial industrial materials with p.A. purity. Synthesis technology is described and the following characteristics of the luminophor are given: a) glow curves and thermal processing regime; b) sensitivity to Co-60 gamma-rays; c) mean value and standard derivation of the background luminescence; d) dose characteristics; e) fading under laboratory conditions. The presented results were compared with those of analogous TLD-700 characteristics. All the measurements were done with the 2000(A+B) Harshaw device. The experimentally obtained luminophor characteristics satisfy personal dosimetry and environment monitoring.

The investigation has been performed at the Department of Radiation Safety and Radiation Researches, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1984