



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2007 00719**

(22) Data de depozit: **15.10.2007**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28.12.2012** BOPI nr. **12/2012**

(41) Data publicării cererii:
30.04.2009 BOPI nr. **4/2009**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
INGINERIE ELECTRICĂ ICPE-CA,
SPLAIUL UNIRII NR.313, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **JIPA SILVIU, ȘOS.COTROCENI NR.27,
ET.2, AP.9, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO;**

• **KAPPEL WILHELM,
STR.VALEA ARGEȘULUI NR.11, BL.A 6,
SC.D, AP.55, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO;**
• **ZAHARESCU TRAIAN,
STR.ION BERINDEI NR.1, BL.S 22, SC.C,
AP.104, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **SETNESCU RADU, STR.GÂRLENI NR.1,
BL.C 78, AP.9, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO;**
• **SETNESCU TANȚA, STR.GÂRLENI NR.1,
BL.C 78, AP.9, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B,
RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 53771; RO 90129; SU 1817855 A3

(54) PROCEDEU DE OBTINERE A UNUI DOZIMETRU DE CORP SOLID INTEGRATOR, BAZAT PE EMISIE DE RADIOTERMOLUMINESCENȚĂ

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui dozimetru de corp solid integrator, bazat pe emisia de radiotermoluminescență, pentru măsurarea dozelor de radiații γ , X, β , electroni accelerați și neutroni. Procedeu conform invenției constă din obținerea fluorurii de Mg din MgO și o sare de Mn în proporție de 1,5 moli % Mn, ca activator, fiind adăugat HF în cantitate stoechiometrică față de MgO, apoi se adaugă apă distilată sub agitare cu ultrasunete, timp de 25...30 min, compusul format reprezentând un amestec de fluoruri mixte de Mg și Mn sub formă de pulbere policristalină, cu conținut variabil de apă de hidratare, după îndepărtarea fazei lichide fiind spălat cu apă bidistilată până la pH neutru, și uscat timp de 20...30 min într-o etuvă, sub vacuum, compusul obținut fiind introdus într-un creuzet de grafit, cu capac de grafit, acoperindu-se cu un strat de 2...3 cm de grafit, creuzetul fiind introdus într-un cuptor electric, încălzindu-se cu o viteză de 250°C/h, până la o temperatură de 1000...1050°C, la care se menține timp de 30 min, după care are loc o răcire lentă în cuptor, până la temperatura mediului ambiant, rezultând un solid compact și dur, de culoare gri deschis, care se curăță de urmele de grafit și se macină, în final aplicându-se un tratament chimic cu o

soluție apoasă de HCl cu o concentrație de 20%, timp de 30 min, urmat de spălare cu apă bidistilată și uscare sub vacuum, obținându-se caracteristici care permit măsurarea dozelor pe domenii de la 1 mRad până la 5×10^4 Rad.

Revendicări: 2
Figuri: 4

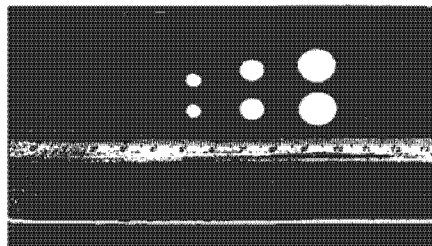


Fig. 2

Examinator: fizician RADU ROBERT



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat, la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de invenție, în termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de acordare a acesteia

RO 123499 B1

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui dozimetru de corp solid, integrator, bazat pe emisie de radiotermoluminescență, utilizat la măsurarea dozelor de radiații γ , X, β , electroni accelerați și neutroni.

Sunt cunoscute procedee de obținere a unor dozimetre precum sunt cele prezentate în tabelul 1, utilizate atât în dozimetria personală, cât și în dozimetria tehnologică, care prezintă dezavantaje privind: domeniul de liniaritate scăzut al maximumului de RTL, dependența de debitul dozei, numărul atomic efectiv mare, în raport cu valoarea tipică a țesutului (neechivalența cu țesutul și dependența de transferul liniar de energie) și fading.

Tabelul 1

Caracteristici	LiF	Li ₂ B ₄ O ₇ :Mn	BeO	CaF ₂ :nat (fluorină)	CaF ₂ :Mn	CaSO ₂ :Mn
Temperatura maximumului dozimetric (°C)	190	200	180	270	260	100
Maximumul spectrului de emisie (Å)	4000	6050	3300	3800	4950	5000
Doza maximă măsurabilă (Rad)	5x 10 ⁵	3x 10 ⁶	10 ⁵	10 ⁴	10 ⁶	3x 10 ⁴
Deviația de la liniaritatea cu doza	Suraliniar la 7x 10 ²	Subliniar la 3x 10 ²	Supraliniar la 50	Liniar până la 5x 10 ³	Liniar până la 3x 10 ⁵	Liniar până la 10 ⁴
Independența de doza debit	Până la 10 ¹² Rad/s	nestudiat	nestudiat	Până la 1,5x 10 ⁸ Rad/s	Până la 10 ¹² Rad/s	Dependentă de temperatură
Numărul atomic efectiv (\bar{Z}_{ef})	8,2	7,4	6,55	16,3	16,3	15,3
Fading	5%/an	10%/ 9 săptămâni	28%/30 de zile	nedetectabil	12%/an	60%/10 h

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția se referă la realizarea unui procedeu de obținere a unui dozimetru de corp solid, integrator, bazat pe emisie de radiotermoluminescență, care să permită măsurarea dozelor pe domenii de la 1 mRad până la 5 x 10⁴ Rad, având o independență de doza debit, de la 10 până la 10⁷ Rad/h, un număr atomic efectiv de 10,1, apropiat țesutului, un maximum al emisie de 5900 Å.

Procedeu de obținere a unui dozimetru de corp solid, integrator, bazat pe emisie de radiotermoluminescență, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate mai sus, prin aceea că florura de Mg se obține din MgO și o sare de Mn, în proporție de 1,5 moli% Mn, ca activator, se adaugă HF în cantitate stoichiometrică față de MgO, apoi se adaugă apă distilată, sub agitare cu ultrasunete, timp de 25...30 min, compusul format reprezentând un amestec de fluoruri mixte de Mg și Mn, sub formă de pulbere policristalină, cu conținut variabil de apă de hidratare, după îndepărtarea fazei lichide, compusul se spală cu apă bidistilată, până la pH neutru și se usucă timp de 20...30 min, într-o etuvă, sub vacuum, compusul se introduce într-un creuzet din grafit, acoperindu-se cu un strat de 2...3 cm de grafit și cu capac din grafit, creuzetul se introduce într-un cuptor electric, încălzindu-se cu o viteză de 250°C/h până la temperatura de 1000...1050°C, unde se menține timp de 30 min,

RO 123499 B1

după care are loc răcirea lentă în cuptor, până la temperatura ambiantă, rezultând un solid compact și dur, de culoare gri deschis, care se curăță de urmele de grafit și se macină. În final, aplicându-se un tratament chimic cu HCl 20%, timp de 30 min, urmat de spălare cu apă bidistilată și uscare sub vacuum, când se obțin caracteristici care permit măsurarea dozelor pe domenii de la 1 mRad până la 5×10^4 Rad, având o independență de doza debit de la 10 până la 10^7 Rad/h, un număr atomic efectiv de 10,1, apropiat țesutului, și un maximum al emisiei de 5900 Å.	1
Procedeul de obținere a unui dozimetru de corp solid, integrator, bazat pe emisie de radiotermoluminescență, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:	3
- domeniul de liniaritate ($1 \text{ mRad} \div 5 \times 10^4 \text{ Rad}$) este superior sistemelor dozimetrice cunoscute;	5
- independența de doza debit în domeniul $0,01 \text{ Rad} \div 10^7 \text{ Rad}$;	7
- numărul atomic efectiv (\bar{Z}_{ef}) apropiat țesutului uman (10,1) și mai bun, comparativ cu sistemele RTL, pe bază de $\text{CaF}_2 : \text{Mn}$, $\text{CaF}_2 : \text{nat}$ (fluorină), $\text{CaSO}_4 : \text{Mn}$, ș. a.;	9
- fading moderat, corespunzător primului maxim de RTL. Maximul dozimetric (120°C) prezintă o stabilitate termică bună a purtătorilor de sarcină.	11
În continuare, se prezintă invenția, în legătură cu fig. 1...4, care reprezintă:	13
- fig. 1, curba tipică de radiotermoluminescență (de strălucire) a $\text{MgF}_2 : \text{Mn}$ (1,5% moli Mn);	15
- fig. 2, dozimetru RTL $\text{MgF}_2 : \text{Mn}$ -teflon (1,5 % moli Mn), sub formă de disc;	17
- fig. 3, variația semnalului de radiotermoluminescență, cu doza de expunere în cazul $\text{MgF}_2 : \text{Mn}$ (1,5% moli Mn);	19
- fig. 4, sistem de expunere la câmpuri mixte $\gamma - n$.	21
Exemplul 1. Într-un vas de teflon cu capacitatea de 0,5 l, se amestecă, timp de 20...30 min, MgO și o sare de Mn, în proporție de 1,5% moli Mn, ca activator, și se adaugă HF în cantitate stoichiometrică față de MgO. Apoi, se adaugă apă bidistilată 0,25 l, sub agitare cu ultrasunete (25...30 min). Compusul format reprezintă un amestec de fluoruri mixte de Mg și Mn, sub formă de pulbere policristalină, cu conținut variabil de apă de hidratare. După îndepărtarea fazei lichide, compusul se spală cu apă bidistilată până la pH neutru și se usucă timp de 20...30 min, într-o etuvă, sub vacuum. Compusul se introduce într-un creuzet din grafit, acoperindu-se cu un strat de 2...3 cm de grafit și cu un capac din grafit. Creuzetul se introduce într-un cuptor electric, încălzindu-se cu o viteză de 250°C/h , până la temperatura de $1000...1050^\circ\text{C}$, unde se menține timp de 30 min, după care are loc răcirea lentă în cuptor, până la temperatura ambiantă. Rezultă un solid compact și dur, de culoare gri deschis, care se curăță de urmele de grafit și se macină. În final, se aplică un tratament chimic cu HCl 20%, timp de 30 min, urmat de spălare cu apă bidistilată și uscare sub vacuum. Fig. 1 prezintă curba tipică de radiotermoluminescență a produsului realizat conform invenției, unde se poate defini, drept maxim dozimetric, maximum cu intensitatea cea mai mare. Compusul a fost iradiat la doza de 1 mRad (radiații $\gamma^{60} \text{Co}$). Tabelul 2 arată concentrația optimă a activatorului de Mn, în privința intensității maximelor de radiotermoluminescență.	23
	25
	27
	29
	31
	33
	35
	37
	39
	41

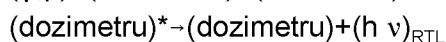
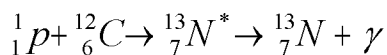
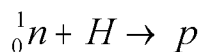
Concentrația activatorului de Mn(moli%)	Înălțimea maximelor de radiotermoluminescență (u.r.)		Raport maxim 120°C/maximum 85°C
	Primul maxim (85°C, fig. 1)	Maximul dozimetric (120°C,fig. 1)	
1,0	114	141	1,22
1,5	172	259	1,50
2,0	167	225	1,34
3,0	126	130	1,03

Compusul sub formă de pulbere este înglobat în politetrafluoretilenă, obținându-se, prin procedee cunoscute (extrudare, debitare bandă prin strunjire etc.), dozimetre sub formă compactă, așa cum se arată în fig. 2.

Aceste dozimetre permit măsurarea dozelor în domeniul de la 1 mRad până la 5×10^4 Rad, având o independență de doza debit de la 10 până la 10^7 Rad/h, un număr atomic efectiv de 10,1, apropiat țesutului și un maximum al emisiei de 5900 Å.

Exemplul 2. Dozimetrul obținut conform invenției (exemplul 1) se folosește la măsurarea fluxurilor mixte gama - neutronice, prin utilizarea unui sistem de filtre din materiale cu conținut ridicat de hidrogen, pe baza reacțiilor indicate mai jos.

Măsurarea dozelor de neutroni rapizi are loc pe baza protonilor de recul rezultați la interacțiunea neutronilor cu un material hidrogenos. Tipul materialului hidrogenos, utilizat pentru generarea protonilor de recul, fiind cauciucul vulcanizat, ebonita, polimetacrilatul de metil, polietilena, detecția bazându-se pe cuplarea reacției (n, p) cu reacția (n, γ), pentru iradierea dozimetrului. Ca filtre pentru obținerea protonilor de recul, sunt utilizate materiale cu conținut ridicat de hidrogen, cum sunt: polimetacrilat de metil, polietilenă, ebonită, hârtie parafinată, cauciuc natural (latex), cauciuc vulcanizat, precum și un amestec de cauciuc natural și 30% negru de fum. Pentru iradiere, se utilizează casete din alamă 1, prevăzute cu locașuri pentru dozimetrele MgF₂: Mn - teflon 2, precum și un sistem de fixare a filtrului 3 (fig. 4). Pentru măsurarea dozelor de neutroni rapizi, pe fondul radiației γ, se folosește un tandem de dozimetre, dintre care, cel destinat componentei γ nu se prevede cu filtru din material hidrogenos. Carbonul din compoziția filtrului participă la iradierea dozimetrului, conform schemei de mai jos:



Prin scăderea semnalului de RTL, al dozimetrelor neacoperite cu filtru hidrogenos, din cele acoperite, se obține semnalul de RTL al componentei neutronice.

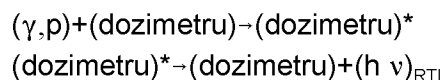
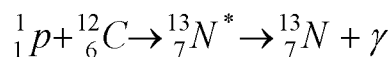
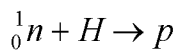
Doza de neutroni este egală cu doza totală, din care se scade doza gama:

$$D_n = D_t - D_\gamma$$

RO 123499 B1

Revendicări

1. Procedeu de obținere a unui dozimetru de corp solid, integrator, bazat pe emisie de radiotermoluminescență, **caracterizat prin aceea că** fluorura de Mg se obține din MgO și o sare de Mn, în proporție de 1,5% moli Mn ca activator, se adaugă HF în cantitate stoichiometrică față de MgO, apoi se adaugă apă distilată, sub agitare cu ultrasunete, timp de 25...30 min, compusul format reprezentând un amestec de fluoruri mixte de Mg și Mn, sub formă de pulbere policristalină, cu conținut variabil de apă de hidratare, după îndepărtarea fazei lichide, compusul se spală cu apă bidistilată, până la pH neutru și se usucă, timp de 20...30 min, într-o etuvă, sub vacuum, compusul se introduce într-un creuzet din grafit, acoperindu-se cu un strat de 2...3 cm de grafit și cu capac din grafit, creuzetul se introduce într-un cuptor electric, încălzindu-se cu o viteză de 250°C/h, până la temperatura de 1000...1050°C, unde se menține timp de 30 min, după care are loc răcirea lentă în cuptor, până la temperatura ambiantă, rezultând un solid compact și dur, de culoare gri deschis, care se curăță de urmele de grafit și se macină. În final, se aplică un tratament chimic cu HCl 20%, timp de 30 min, urmat de spălare cu apă bidistilată și uscare sub vacuum, când se obțin caracteristici care permit măsurarea dozelor pe domenii de la 1 mRad până la 5×10^4 Rad, având o independență de doza debit de la 10 până la 10^7 Rad/h, un număr atomic efectiv de 10,1, apropiat țesutului și un maximum al emisiei de 5900 Å.
2. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** măsurarea dozelor de neutroni are loc pe baza protonilor de recul rezultați la interacțiunea neutronilor cu o substanță hidrogenoasă, tipul materialului hidrogenos, utilizat pentru generarea protonilor de recul, fiind cauciucul vulcanizat, ebonita, polimetacrilatul de metil, polietilena, detecția bazându-se pe cuplarea reacției n, p cu reacția n, γ , iar ca filtre, pentru obținerea protonilor de recul, sunt utilizate materiale cu conținut ridicat de hidrogen, cum sunt polimetacrilatul de metil, polietilena, ebonita, hârtia parafinată, cauciucul natural, cauciucul vulcanizat, precum și un amestec de cauciuc natural și 30% negru de fum, pentru iradiere, utilizându-se casete din alamă (1), prevăzute cu locașuri pentru dozimetrele MgF_2 : Mn - teflon (2), precum și un sistem de fixare a filtrului (3), iar pentru măsurarea dozelor de neutroni rapizi, pe fondul radiației γ , se folosește un tandem de dozimetre, dintre care cel destinat componentei γ nu se prevede cu filtru din material hidrogenos, carbonul din compoziția filtrului participă la iradierea dozimetrului, conform schemei de mai jos:



(51) Int.Cl.

G01T 1/11 (2006.01),

G01T 3/00 (2006.01),

C01F 5/28 (2006.01)

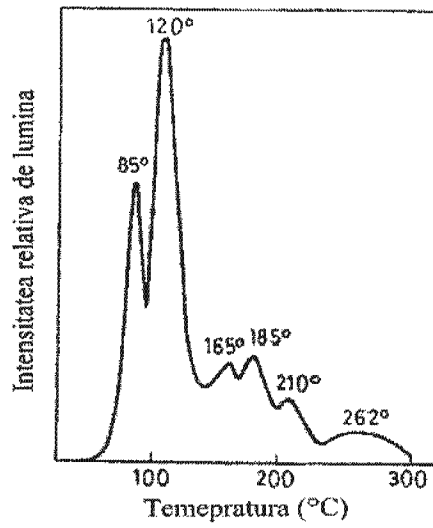


Fig. 1

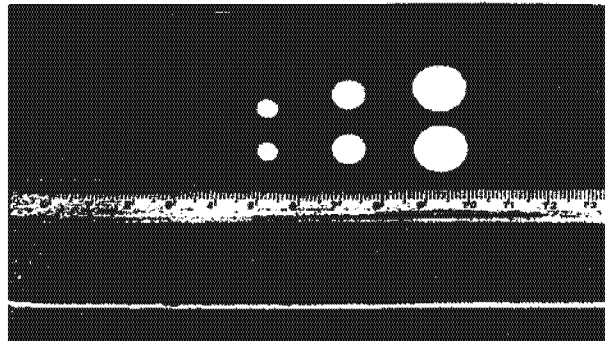


Fig. 2

(51) Int.Cl.

G01T 1/11 (2006.01);

G01T 3/00 (2006.01);

C01F 5/28 (2006.01)

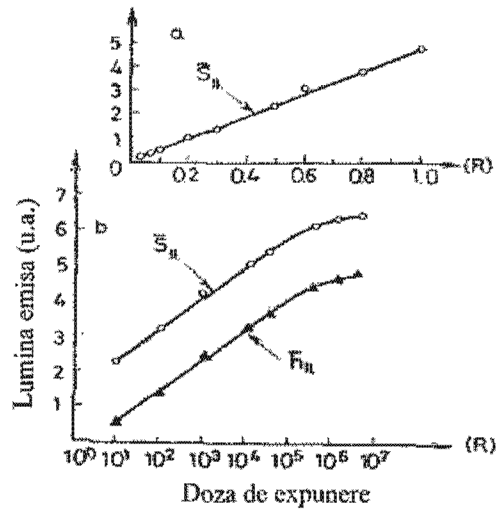


Fig. 3

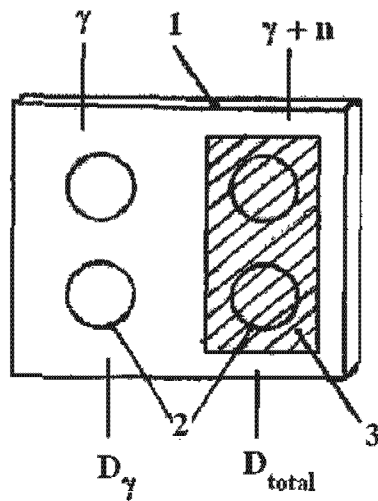


Fig. 4

