

LiF:Mg, Ti (TLD-۱۰۰)

LiF:Mg,Ti

...

mohammadi79@yahoo.com :

(دریافت مقاله: ۱۳۸۸/۱/۲۴؛ دریافت نسخه نهایی: ۱۳۸۸/۸/۲)

TLD-۱۰۰

۸۰۰
Co⁶⁰

ton/cm

TLD- ۱۰۰

۱۵ ۲۰

۵۰۰mSv

ASTM E ۶۶۸-۰۰ IEC - ISO ۱۰۶۶

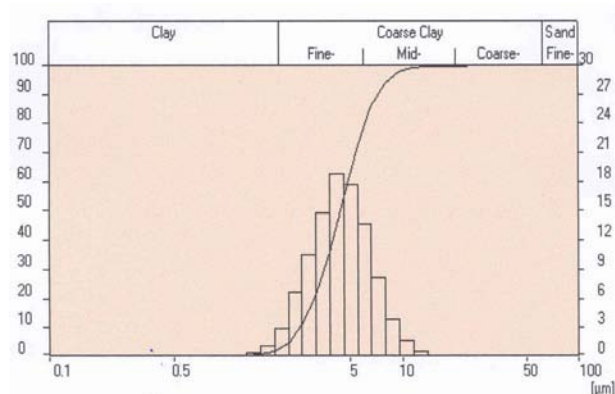
صورت فعال کننده عمل می کنند. پس عموماً الگویی که برای درخشندگی در کریستال های (شیشه های) معدنی طرح شده است می تواند ناشی از ناخالصی های جایگزیده شده در شبکه یا حالت های بین سایتی، اتم ها یا یون ها اضافی، اتم ها یا یون های وابسته به عیوب کریستالی باشد.

این مواد کریستالی هنگامی که تحت تابش پرتوهای یونزا قرار می گیرند بخشی از انرژی جذب شده را در شبکه کریستالی خود ذخیره می نمایند. چنانچه این مواد متعاقباً حرارت داده شوند قسمتی از انرژی ذخیره شده به صورت فوتون های نوری

درخشندگی مواد غیر آلی (معدنی) از خواص کریستالی می باشد. اکثر مواد درخشنده معدنی موثر، که معمولاً آنها را فسفر می نامند دارای فعال کننده هایی هستند که درخشندگی آنها وابسته به وجود غلظت کمی از این ناخالصی ها می باشد. تعداد کمی از کریستال های خالص که نمونه برجسته آن الماس است به صورت درخشنده عمل می کنند. در این حالت مراکز درخشندگی ناشی از عیوب در شبکه کریستالی است و اتم ها یا یون هایی که موقعیت های آنها نزدیک به این عیوب است به

سانتیگراد نمونه را تفت‌جوش^۳ شد [۵]. در این تحقیق سعی گردید تا برای نخستین بار این قطعه به روش تکنولوژی پودر تولید شود. برای این منظور ابتدا پودر فلوراید - لیتیوم با مقادیر مورد نیاز ناخالصی منیزیم و تیتانیوم ترکیب شده و سپس پرس شدند. نمونه‌های به‌دست آمده در کوره با اتمسفر آرگون و دمایی در حدود ۸۵۰-۶۵۰ درجه سانتیگراد و به مدت ۲۰-۱۰ ساعت حرارت دهی شده و سپس چگالی، سختی و منحنی درخشندگی و تصاویر میکروسکوپی آنها بررسی گردید. پس از تعیین مشخصات قرص‌های تولید شده آنها در معرض تابش چشمه^۶ Co به میزان ۵۰۰ mSv برای تست گاما قرار گرفت.

برای انجام این پروژه مواد مختلفی جهت آزمایش به کار گرفته شد. از جمله این مواد می‌توان به پودر فلوراید - لیتیوم (LiF)، فلز تیتانیوم (Ti)، فلز منیزیوم (Mg)، اکسید منیزیوم (MgO) و اکسید تیتانیوم (TiO₂) اشاره نمود. اصلی‌ترین ماده مورد مصرف در این پروژه پودر فلوراید - لیتیوم با درجه خلوص بالا با شماره ۳۰۱۱۷ از شرکت مرک تهیه شد. جهت شناختن این پودر آزمایش توزیع دانه‌بندی انجام گرفت. برای انجام این آزمایش از دستگاه اندازه‌گیری توزیع اندازه لیزری (LPSA) استفاده شد. نتیجه به‌دست آمده از آزمایش، توزیع اندازه ذره فلوراید - لیتیوم در شکل ۱ نشان داده شده است. با توجه به منحنی فوق می‌توان دریافت که میانگین توزیع اندازه دانه در پودر فلوراید - لیتیوم مصرفی در حدود ۵ میکرون می‌باشد. از دیگر مواد مورد مصرف در این تحقیق، اکسید منیزیوم (MgO) و اکسید تیتانیوم (TiO₂)، فلز منیزیوم و فلز تیتانیوم خالص بودند که همه آنها به صورت تجاری و از منابع داخلی تهیه شده‌اند. از دستگاه‌های مهم مورد استفاده در این تحقیق می‌توان به دستگاه‌های فرایندی همچون مخلوط کن، آسیاب، پرس هیدرولیک، سیستم تصفیه گازهای مصرفی، کوره مقاومتی لوله‌ای ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد، خشک کن، هیتر و همزن مغناطیسی و دستگاه‌های آنالیزی همچون پارتیکل سائز آنالایزر، میکروسکوپ الکترونی روبشی، دستگاه



شکل ۱. نمودار حاصل از آزمایش توزیع اندازه دانه پودر فلوراید - لیتیوم.

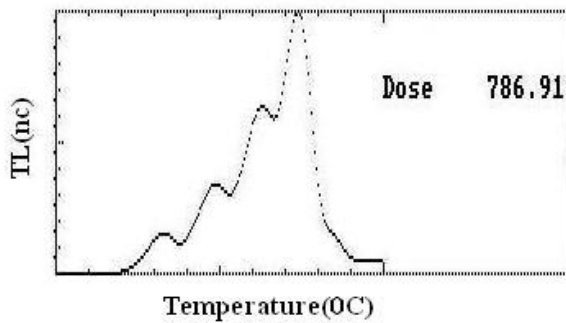
آزاد می‌شوند و می‌توانند با آشکارسازی توسط یک تکثیر کننده فوتون^۱ اندازه‌گیری شوند [۱].

فلوراید - لیتیوم در صورتی که حاوی فعال‌ساز باشد، یکی از مناسب‌ترین مواد برای اندازه‌گیری میزان دز می‌باشد. این ماده دارای مقاومت زیاد در مقابل خوردگی و سایش بالا و مقاوم به حلالیت در آب و اسیدهای قوی می‌باشد. این ماده توسط شرکت هارشا^۲ و به صورت مختلف از جمله پودر، قطعه‌های اکستروود شده و نواری تولید می‌شود [۳ و ۲]. ماده اصلی قرص‌های TLD-۱۰۰ فلوراید - لیتیوم بوده و یکی از متداول‌ترین روش‌هایی که امروزه جهت اندازه‌گیری میزان دز جذبی در پرتوگیری از پرتوهای یون‌ساز مورد استفاده قرار می‌گیرد دزیمتری به روش ترمولومینسانس TLD می‌باشد [۳ و ۴]. برای ساخت این قرص‌ها، می‌توان از روش‌های گوناگون استفاده کرد. متداول‌ترین این روش‌ها عبارتند از روش رشد بلور و روش تکنولوژی پودر (روش نفوذ دادن). در روش تکنولوژی پودر، می‌توان از پودر حاوی ناخالصی (فعال ساز) آماده جهت ساخت نمونه استفاده کرد و یا می‌توان از فلوراید - لیتیوم خالص همراه با افزودن ناخالصی‌ها به آن استفاده نمود. سپس پودر را در دمایی حدود ۱۰ درجه سانتیگراد زیر نقطه ذوب فلوراید - لیتیوم حرارت داد تا ناخالصی‌ها بتوانند در ساختار فلوراید - لیتیوم نفوذ کنند. سپس پودر را پرس کرده و تحت فشار خشی و دمایی حدود ۸۰۰ درجه

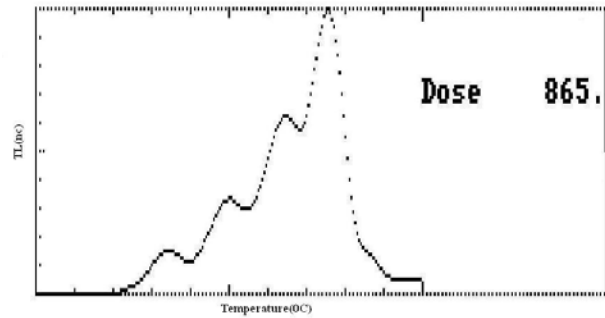
۱. photomultiplier

۲. Harshow

۳. Sinter



شکل ۳. منحنی درخشندگی برای TLD-100 نمونه هارشا.



شکل ۲. منحنی درخشندگی مربوط به نمونه آزمون.

ناخالصی‌ها به صورت ذوب، استفاده شد. به این ترتیب که با توجه به میزان افزودن ناخالصی منیزیوم (۱۰۰ ppm)، محاسبات انجام گرفت. و سپس مخلوط حاصل در یک بوته گرافیتی تحت فشار آرگون و دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد، مخلوط ذوب شد و محصول ابتدا خرد و پودر حاصل پس از دانه‌بندی مناسب جهت ادامه کار آماده گردید. در ادامه، با پودرهای به‌دست آمده از هر دو طریق تعدادی نمونه به وسیله پرس هیدرولیک ۳۰ تنی، تحت فشارهای ۳-۷ تن بر سانتیمتر مربع پرس شدند و سپس نمونه‌ها تحت اتمسفر آرگون به مدت ۱۰ ساعت قرار گرفتند. پس از انجام آزمایش‌های چگالی و سختی بر روی نمونه‌ها، آزمایش‌های پرتوی به صورت زیر بر روی نمونه‌ها انجام شد.

قرص‌های تولید داخل در معرض چشمه ^{60}Co و به میزان 500 mSv برای تست گاما قرار گرفتند. سپس توسط قرائتگر هارشا مدل ۴۰۰۰ تحت شرایط ذیل قرائت گردید.

$$(\quad) ^{60}\text{Co}$$

کلیه قرص‌ها (تعدادی قرص تولید داخل و نمونه هارشا) در معرض چشمه ^{60}Co و به میزان 500 mSv برای تست گاما قرار گرفتند. نتایج منحنی‌های درخشندگی نمونه‌های مورد آزمایش و نمونه هارشا در شکل‌های ۲ و ۳ و ۴ نشان داده شده است.

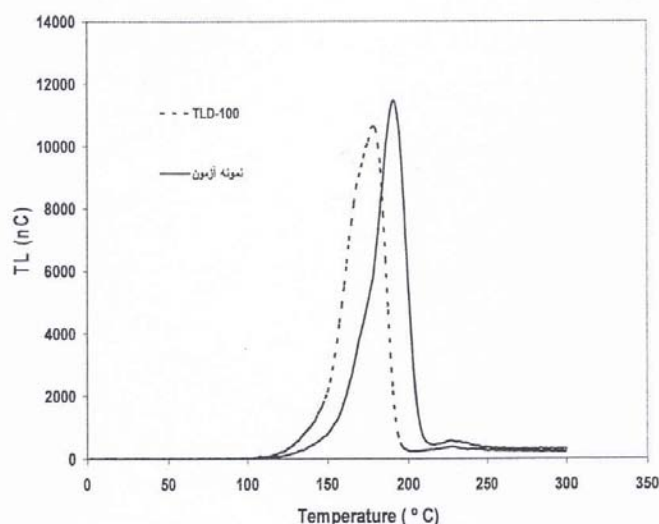
همان‌طوری که در شکل ۵ مشاهده می‌شود، می‌توان این‌گونه تحلیل نمود که، نمونه حرارت داده شده در دمای 750°C ، دارای تخلخل‌های باز بیشتری می‌باشد و نمونه‌ای که

جدول ۱. شرایط قرائت با قرائتگر هارشا مدل ۴۰۰۰.

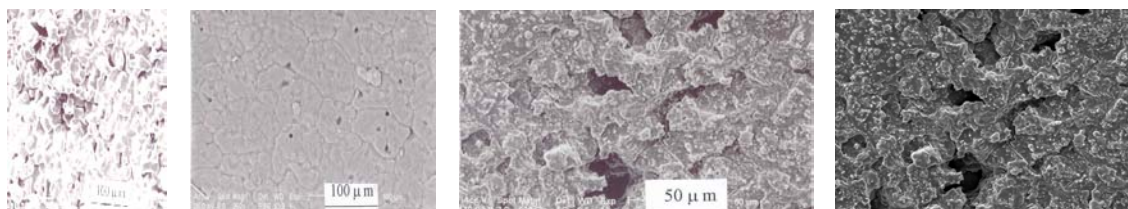
پارامتر	مقدار
دمای پیش گرمادهی	50°C
آهنگ دما	5°C/S
حداکثر دما	300°C
دمای بازپخت	300°C
زمان پیش گرمادهی	0°C
کل زمان قرائت	50 s
زمان بازپخت	2 s

اندازه‌گیری چگالی همراه با ترازوی چهار رقم اعشار، تجهیزات متالوگرافی و ... اشاره نمود.

در روش آزمایشگاهی مهم‌ترین کار انجام شده چگونگی افزودن مقادیر بسیار ناچیز (ppm) از مواد افزودنی به ماده فلوراید - لیتیوم بود. برای این منظور و برای افزودن ناخالصی‌های منیزیوم و تیتانیوم به فلوراید - لیتیوم دو روش مورد بررسی قرار گرفت. روش اول برای افزودن ناخالصی از طریق مخلوط سازی پودر جامد ناخالصی (مخلوط سازی عادی) و روش دوم، افزودن ناخالصی‌ها از طریق ذوب مخلوط ناخالصی‌ها و پودر فلوراید - لیتیوم. در روش اول برای افزودن مواد ناخالصی به پودر فلوراید - لیتیوم از اکسیدهای منیزیوم و تیتانیوم استفاده شد. برای این منظور مقادیر مورد نیاز برای ۱۰ گرم فلوراید - لیتیوم، محاسبه شد و با ترازوی چهار رقم اعشار این مقادیر وزن شده و به فلوراید - لیتیوم افزوده شد. در روش دوم برای دستیابی به پودری با یکنواختی بیشتر، از روش افزودن



شکل ۴. منحنی درخشندگی برای نمونه آزمون و TLD-۱۰۰ (محل انجام آزمایش بخش دزیمتری سازمان انرژی اتمی تهران)، جابه‌جایی اندک محل قله‌ها مربوط به تفاوت در روش ساخت دو نوع دزیمتر می‌باشد و در ویژگی‌های دزیمتری تاثیری ندارد.



شکل ۵. ریز ساختار نمونه فلوراید - لیتیوم حرارت دهی شده از چپ به راست به ترتیب الف) در دمای 175°C ، ب) در دمای 75°C ، ج) در دمای 800°C ، د) در دمای 825°C

با توجه به مطالعات و آزمایش‌های انجام شده نتایج تحقیق به صورت ذیل حاصل گردید.

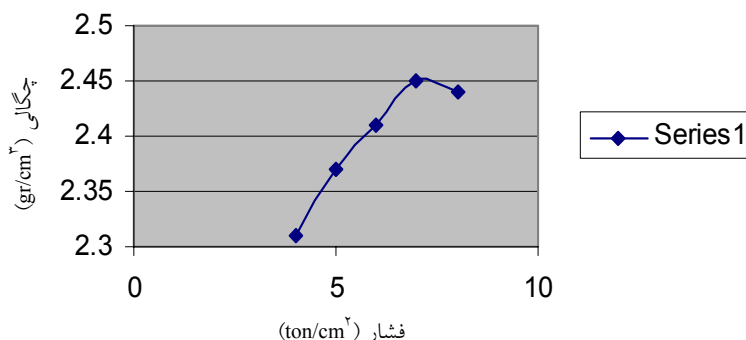
۱. روش تکنولوژی پودر یعنی فرآوری پودر، مخلوط کردن، فشردن^۱ و تفجوشی جهت ساخت TLD-۱۰۰ کاملاً مناسب است.
۲. بهترین فشار پرس برای رسیدن به دانسیته، سختی و منحنی درخشندگی مطلوب، فشار ۷ تن برسانتیمترمربع تعیین گردید. برای اندازه‌گیری تاثیر فشار پرس بر دانسیته، ۵ نمونه با فشارهای ۴، ۵، ۶ و ۸ (ton/cm^2) تهیه شد. این ۵ نمونه در اتمسفر آرگون (Ar) و دمای 800°C به مدت یک ساعت در کوره تیوپی حرارت داده شد. سپس به روش ارشمیدس، چگالی این نمونه‌ها اندازه‌گیری شد. نتایج حاصل از آزمایش چگالی در جدول ۲ آورده شده است.

در دمای 800°C حرارت دهی شده دارای تخلخل‌های کمتری نسبت به آن نمونه است و در نهایت نمونه‌ای که در دمای 825°C تفجوش شده است در سطح نمونه، ذوب سطحی به وجود آمده است. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که همان‌گونه که افزایش دما باعث افزایش فشردگی و یکنواختی در قطعه می‌شود و در دمای بالاتر، شاهد کاهش تخلخل خواهیم بود، اما اگر دمای تفجوشی به نقطه ذوب نزدیک شود، می‌تواند نتایج را به هم بزند و باعث ذوب سطحی گردد. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که منحنی پاسخ‌ها در فشار ۷ تن برسانتیمترمربع و دمای 800°C به منحنی نمونه هارشا نزدیک‌تر است. برای به دست آوردن زمان مناسب حرارت دهی نیز سه نمونه با فشار ۷ تن برسانتیمترمربع در دمای 800°C تحت اتمسفر آرگون به مدت ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ ساعت حرارت دهی شدند که پس از بررسی بر روی نمونه از نظر سختی و چگالی، بهترین نتیجه در زمان ۱۵ ساعت حاصل گردید.

۱. Pressing

جدول ۲. نتایج به دست آمده از آزمایش چگالی بر روی نمونه‌های فلوراید - لیتیوم

کد نمونه	فشار (ton/cm ^۲)	چگالی (gr/cm ^۳)
A۱	۴	۲/۳۱
A۲	۵	۲/۳۷
A۳	۶	۲/۴۱
A۴	۷	۲/۴۵
A۵	۸	۲/۴۴



شکل ۶. نمودار تغییرات چگالی با فشار.

شرایط مطلوب انتخاب گردید. برای انجام این آزمایش، سه نمونه‌ای که در زمان‌های ۵، ۱۰، ۱۵ و ۲۰ ساعت تحت عملیات حرارتی قرار گرفته بودند، تحت تابش اشعه گاما قرار گرفته و منحنی درخشندگی آنها رسم شد. با مشاهده منحنی‌های درخشندگی (شکل ۲ و ۳)، می‌توان دریافت که زمان ۱۵ ساعت حرارت دهی، منحنی درخشندگی مشابهی با نمونه استاندارد (هارشا) ارائه داده است. علت این امر این است که هر چه مدت زمان افزایش یابد، مواد افزودنی بیشتر در پودر فلوراید لیتیوم نفوذ کرده و تعداد بیشتری دام به وجود می‌آورند.

نمودار حاصل از تغییرات چگالی با افزایش فشار در شکل ۶ آمده است.

همان‌گونه که از جدول ۲ و شکل ۶ مشخص است، افزایش فشار باعث افزایش چگالی می‌شود زیرا در اثر افزایش فشار، اتصال ذرات و فشردگی ذرات نسبت به هم بیشتر می‌شود و ذرات با نظم بیشتری در کنار هم قرار می‌گیرند و تماس ذرات با هم بیشتر می‌شود. اما همان‌گونه که از شکل ۶ مشخص است افزایش فشار بیش از ۷ (ton/cm^۲) باعث تغییر چندانی در افزایش چگالی نشده است بنابراین بهینه چگالی فشار (ton/cm^۲) مناسب است.

۳. بهترین دمای تف‌جوش نمونه‌ها ۸۰۰ °C به دست آمد. برای به دست آوردن بهترین دمای حرارت دهی نمونه‌ها، ۳ نمونه با فشار ۷ (ton/cm^۲) ساخته شد و سپس این نمونه‌ها در فشار آرگون (Ar) و دماهای ۶۰۰ °C، ۶۷۵ °C، ۷۵۰ °C، ۷۷۵ °C و ۸۰۰ °C حرارت دهی شدند. بهترین چگالی و سختی در دمای ۸۰۰ °C به دست آمد

- تعداد ۳۰ عدد دزیمتر از مجموع نمونه‌های دزیمتر به صورت تصادفی انتخاب گردیده و آزمون‌ها بر روی آنها انجام گردیده است.
- به منظور صفر نمودن دزیمترها، شرایط گرمادهی استاندارد

۴. مدت زمان تف‌جوش نمونه‌ها ۱۵ ساعت برای رسیدن به

:

انحراف از معیار پاسخ نسبی نمونه‌ها در دزهای مختلف نباید از ۱۰٪ مقدار میانگین بیشتر باشد (گستره دز بین ۱ میلی گری تا ۱ گری) [۸].

پارامتر	مقدار	نتیجه S/\bar{Y}
مقدار میانگین \bar{Y}	۰/۰۶۷	٪۱۲
انحراف از معیار	۰/۰۰۸۱	٪۱۲

:

انحراف از معیار پاسخ ۵ نمونه آزمون پس از ۳۰ بار پرتودهی و قرائت نباید از ۵٪ مقدار میانگین تجاوز کند [۷].

پارامتر	مقدار	نتیجه S/\bar{Y}
مقدار میانگین \bar{Y}	۰/۲۵۷	٪۶
انحراف از معیار	۰/۰۱۶	٪۶

:

کمترین دز قابل اندازه‌گیری با توجه به چگالی سطحی نمونه نباید از مقدار ۰/۵ میلی سیورت فزونی یابد [۸].

نمونه	کمترین دز قابل اندازه‌گیری
هارشا	۰/۰۴۸
آزمون	۰/۰۵۴

:

مقدار اندازه‌گیری شده دز نمونه‌ها پس از ۳۰ روز نگهداری در محفظه با تابش زمینه بسیار کم نباید بیش از ۰/۵ میلی سیورت باشد [۸].

نمونه	پاسخ (mSv)
هارشا	۰/۰۴۳
آزمون	۰/۰۴۵

دز باقیمانده

اختلاف پاسخ نمونه دزیمتر در دز ۲ میلی سیورت در دو وضعیت قبل و بعد از پرتودهی ۱۰۰ میلی سیورت نباید بیش از ۱۰٪ تفاوت داشته باشند [۸].

یک ساعت ۴۰۰ درجه سانتیگراد و دو ساعت ۱۰۰ درجه سانتیگراد به کار رفته است. همچنین بعد از هر پرتودهی، دزیمترها در دمای ۱۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ده دقیقه پیش گرمادهی شده‌اند.

به منظور قرائت دزیمترها، از قرائتگر مدل ۴۰۰۰ هارشا استفاده شده است و سطح زیر منحنی درخشندگی در ناحیه دزیمتری ثبت گردیده است.

:

کلیه پرتودهی‌ها در میدان‌های مرجع استاندارد قابل ردیابی انجام گردیده است.

:

به منظور مقایسه نتایج برخی از آزمون‌ها، از نمونه استاندارد دزیمتر LiF:Mg,Ti تولیدی شرکت هارشا با نام تجاری TLD-۱۰۰ استفاده گردیده است.

:

حساسیت عبارت است از مقایسه پاسخ (سطح زیر منحنی درخشندگی) دزیمتر تحت آزمون، به پاسخ دزیمتر استاندارد TLD-۱۰۰ زمانی که تحت شرایط یکسان پرتودهی شده باشند. نمونه‌های دزیمتر مورد آزمون و نمونه هارشا در شرایط یکسان در میدان پرتودهی شده‌اند و میانگین پاسخ آنها با یکدیگر مقایسه شده‌اند.

نمونه	پاسخ نسبی
هارشا	۱
آزمون	۰/۹۲

:

انحراف از معیار پاسخ دزیمترها با در نظر گرفتن وزن نمونه‌ها نباید از ۸٪ مقدار میانگین تجاوز کند [۷].

نمونه	انحراف معیار
هارشا	٪۴/۱
آزمون	٪۱۱/۷

- University of Wisconsin Press, Ltd (1968) 3-7, 79-82 .
6. H James, W Schulman, Dale Compton "Color Centers In Solids," U. S. Naval Research Laboratory (1962).
 7. ASTM E 668-00, *Standard Practice for Application of Thermoluminescence-Dosimetry(TLD) Systems for Determining Absorbed Dose in Radiation-Hardness Testing of Electronic Devivces* (2000).
 8. IEC-ISO 1066, *Thermoluminescence Dosimetry Systems for Personal environmental Monitoring* (2003).
 1. Druka, "Thermophosphor Based on Lithium Fluoride", United States Patent, No. **3936390** (1973) 1-6.
 2. Klaus Becker, "Solid State Dosimetry", CRC press, (1973) 1-38.
 3. A J J Bos, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research* **184** (2001) 3-18.
 4. Y S Horowitz. *Thermoluminescence and Thermoluminescent Dosimetry*, CRC press, (1984) 45.
 5. J R Cameron, N Suntharaling, G N Kenny. "Thermoluminescent Dosimetr," London: The