

Безопасность в чрезвычайных ситуациях

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОГЛОЩЕННОЙ
ДОЗЫ ВНЕШНЕГО ГАММА-ИЗЛУЧЕНИЯ
ПО ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ КВАРЦА
СТРОИТЕЛЬНОЙ КЕРАМИКИ**

Порядок проведения измерений

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским испытательным центром радиационной безопасности космических объектов (НИИЦРБ КО), доработан с участием Рабочей группы специалистов Технического комитета по стандартизации ТК 71 «Гражданская оборона, предупреждение и ликвидация чрезвычайных ситуаций»

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 71 «Гражданская оборона, предупреждение и ликвидация чрезвычайных ситуаций»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 16 августа 2001 г. № 336-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Определения и сокращения	1
4 Сущность метода	2
5 Оборудование и материалы для проведения измерений	2
6 Подготовка образца	2
7 Выполнение измерений и обработка результатов	3
8 Погрешность определения поглощенных доз по термolumинесценции кварца строительной керамики	4
9 Требования безопасности	4
Приложение А Оборудование и материалы для проведения измерений	5
Приложение Б Протокол отбора проб и результатов измерений	5
Приложение В Энергетическая зависимость интенсивности термовысвечивания кварца	6
Приложение Г Методика оценки погрешности определения поглощенной дозы	7
Приложение Д Библиография	7

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**Безопасность в чрезвычайных ситуациях****МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОГЛОЩЕННОЙ ДОЗЫ ВНЕШНЕГО ГАММА-ИЗЛУЧЕНИЯ
ПО ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ КВАРЦА СТРОИТЕЛЬНОЙ КЕРАМИКИ****Порядок проведения измерений**

Safety in emergencies. Method of external gamma rays absorbed dose determination by thermoluminescence of quartz extracted from building ceramics. The order of carrying out measurements

Дата введения 2002—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения поглощенной дозы внешнего гамма-излучения для ретроспективного восстановления доз на местности в регионах, пострадавших в результате радиационного загрязнения окружающей среды, по термолюминесценции кварца строительной керамики с использованием преддозовой технологии.

Стандарт применяется специализированными лабораториями.

Определение поглощенной дозы внешнего гамма-излучения по термолюминесценции кварца строительной керамики в соответствии с настоящим стандартом проводят по методикам, аттестованным согласно установленному порядку.

2 Нормативные ссылки

ГОСТ 4403—91 Ткани для сит из шелковых и синтетических нитей. Общие технические требования

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректифицированный технический. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ Р 22.0.02—94 Безопасность в чрезвычайных ситуациях. Термины и определения

3 Определения и сокращения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями и сокращениями:

3.1 **чрезвычайная ситуация;** ЧС: По ГОСТ Р 22.0.02.

3.2 **строительная керамика;** СК: Строительный керамический материал, который в соответствии с технологией изготовления прошел отжиг при температуре 900 °C.

3.3 **кварц строительной керамики:** Выделенный из строительной керамики кварц.

3.4 **термолюминесценция кварца;** ТЛ: Излучение света кварцем при нагревании.

3.5 **кривая термовысвечивания;** КТВ: Зависимость ТЛ от температуры.

3.6 **термоактивация;** ТА: Нагревание образца кварца до температуры выше 300 °C.

3.7 **«тестовые» дозы;** D_t : Дозы облучения образцов кварца после термоактивации (малые по сравнению с определяемыми поглощенными дозами).

3.8 **добавочные дозы;** D_d : Дозы облучения образцов кварца перед термоактивациями, сравниваемые с измеряемыми поглощенными дозами.

3.9 **преддоза;** D_a : Поглощенная кварцем доза с момента изготовления строительной керамики.

3.10 **интегральный термолюминесцентный выход;** ИТВ: Выход ТЛ при температуре 60 — 120 °C.

4 Сущность метода

4.1 В рассматриваемом методе определения преддозы кварца, содержащийся в СК, используют в качестве природного дозиметра, поглощенная доза в котором накапливается с момента завершения высокотемпературного отжига ($900 - 110^{\circ}\text{C}$) в соответствии с технологией изготовления СК.

4.2 Особенность метода заключается в том, что поглощенная в кварце доза D_a , подлежащая измерению, изменяет при условии дополнительного нагревания кварца его ТЛ-чувствительность Q практически независимо от времени, прошедшего с начала облучения. При этом изменение ТЛ-чувствительности Q приблизительно пропорционально дозе:

$$\Delta Q \approx b D_a. \quad (1)$$

4.3 Сущность метода состоит в том, что под действием ионизирующего излучения в кварце СК образуются и длительное время сохраняются дырочные ловушки глубокого залегания, количество которых пропорционально поглощенной в СК дозе и которые при ТА переходят в ТЛ-центры. При облучении образца такого кварца (после его ТА) D_t эти центры рекомбинируют с образовавшимися электронными ловушками и дают низкотемпературный ТЛ-пик в районе 100°C [1]. В этом случае ИТВ S_n при температуре $60 - 120^{\circ}\text{C}$ равен:

$$S_n = Q D_t = (Q_0 + \Delta Q) D_t, \quad (2)$$

где Q_0 — ТЛ-чувствительность при температуре $60 - 120^{\circ}\text{C}$ без термоактивации.

4.4 В случае линейной зависимости ТЛ-чувствительности от значения преддозы ИТВ S_n равен:

$$S_n = S_0 + b D_a D_t, \quad (3)$$

где S_0 — ИТВ образца кварца от D_t без термоактивации.

Облучение образца кварца D_d того же порядка, что D_a , позволяет определить значение коэффициента b по измеренному значению ИТВ — S :

$$b = (S - S_0)/(D_d D_t) \quad (4)$$

и затем получить искомое значение D_a :

$$D_a = D_d (S_n - S_0)/(S - S_n). \quad (5)$$

4.5 Для проверки справедливости линейной зависимости ТЛ-чувствительности от D_a определяют ИТВ образца кварца, дооблученного перед термоактивацией дозой D_d и последовательно три — четыре раза D_a . Полученная таким образом кривая ИТВ позволяет судить о приемлемости линейного приближения или о необходимости использовать аналогичную кривую на отожженном образце в качестве градуировочной для определения D_a .

5 Оборудование и материалы для проведения измерений

При измерениях используют термolumинесцентную установку, печь высокотемпературного отжига, образцовую гамма-установку 2-го разряда с источником ^{137}Cs или ^{60}Co и другие средства и материалы, приведенные в приложении А.

6 Подготовка образца

6.1 Подготовка образца для проведения измерений заключается в выделении из СК кварца и включает в себя:

6.1.1 снятие наружного слоя (2—3 мм) образца для удаления загрязнений и устранения влияния на результат дозы внешнего бета-излучения;

6.1.2 механическое разрушение образца в ступке из нержавеющей стали;

6.1.3 просеивание через сита для отделения фракции с размерами зерен меньше 300 и больше 110 мкм;

6.1.4 отмачивание в водопроводной воде с окончательной отмычкой до прозрачности промывающей жидкости в дистиллированной воде;

6.1.5 обработку порции полученного песка (массой 5 — 10 г) 50 см³ 10 %-ной соляной кислоты с целью разрушения карбонатов до полного прекращения выделения пузырьков углекислого газа;

6.1.6 отмыкву пробы дистиллированной водой до нейтральной реакции (контроль по индикаторной бумаге);

6.1.7 высушивание промытого песка в сушильном шкафу при температуре 50 °C;

6.1.8 отделение богатых железом частиц с помощью постоянного магнита;

6.1.9 последовательную обработку пробы (масса 1,5 — 2 г) при интенсивном перемешивании разбавленной плавиковой кислотой объемом 30 — 40 см³ с концентрациями 5, 10, 20 % для разрушения оставшихся глинистых материалов и мягкого травления зерен кварца. Время такой обработки 35 — 40 мин;

6.10 отмыкву пробы дистиллированной водой (до pH 5), а также спиртом;

6.11 высушивание в сушильном шкафу при температуре 50 °C;

6.12 обработку высущенной пробы концентрированной плавиковой кислотой объемом 30 — 40 см³ в течение 45 мин при интенсивном перемешивании с помощью магнитной мешалки;

6.13 окончательную отмыкву дистиллированной водой, а также спиртом или ацетоном;

6.14 высушивание пробы в сушильном шкафу при температуре 50 °C.

7 Выполнение измерений и обработка результатов

7.1 В специальной чашечке диаметром 8 мм из нержавеющей стали из полученного по разделу 6 кварцевого порошка готовят навеску массой (35 ± 1) мг.

7.2 Приготовленную навеску следует нагреть в термолюминесцентном устройстве со скоростью 1 °C/с до температуры 150 °C для снятия эффекта облучения светом во время приготовления пробы. Промежуток времени между последующими операциями (термоактивации, облучения добавочными дозами и измерения) не должен превышать 5 с.

7.3 Навеску облучают $D_t = 0,1$ сГр, после снимают КТВ при температуре 20 — 140 °C.

7.3.1 По КТВ (7.3) определяют ИТВ S_n при температуре 60 — 120 °C.

7.3.2 Навеску выдерживают при температуре 300 °C в течение 5 мин, после чего проделывают процедуры по 7.3 и 7.3.1 и получают значение ИТВ после активации при температуре 300 °C — $S_n(300)$.

7.3.3 Процедуру 7.3.2 повторяют при температурах активации 350, 400, 450, 500, 550 и 600 °C. В результате получают значения ИТВ $S_n(350)$, $S_n(400)$, $S_n(450)$, $S_n(500)$, $S_n(550)$, $S_n(600)$. Затем по кривой $S_n(T)$ определяют максимальное значение и соответствующее ему значение температуры активации принимается оптимальной температурой активации T_{opt} .

7.4 Готовят новую навеску по 7.1, с которой проводят операции по 7.2 — 7.3.1.

7.5 По 7.3.2 определяют S_n при температуре T_{opt} . В дальнейшем все ТА проводят при температуре T_{opt} .

7.6 Проводят облучение последней навески дозой D_{d1} , равной 3 сГр.

7.7 По 7.5 определяют значение S_1 .

7.8 Вычисляют нулевую оценку преддозы D_0 по формуле

$$D_0 = D_{d1}(S_n - S_0)/(S_1 - S_n). \quad (6)$$

7.9 Проводят облучение той же навески добавочной дозой D_{d2} , равной D_0 , и по 7.5 определяют значение S_2 .

7.10 Операции по 7.9 проводят при значениях добавочных доз D_{d3} , D_{d4} и D_{d5} , $D_{d3} = D_{d4} = D_{d5} = D_0$, получая в результате S_3 , S_4 и S_5 .

7.11 Строят график функции относительного ИТВ — $S(x)/S_0$ по измеренным значениям $S(D_s)/S_0$, где D_s — суммарная добавочная доза, включая все тестовые дозы после прошедших термоактиваций.

7.12 Если последняя зависимость линейная, то находят x , решая уравнение:

$$S(x)/S_0 = 1. \quad (7)$$

Искомую преддозу D_a в этом случае определяют по формуле

$$D_a = -x - D_t. \quad (8)$$

7.13 В случае нелинейной зависимости измерения с исследуемой навеской продолжают.

7.14 Та же навеска отжигается при температуре 900 °С в течение часа.

7.15 С отожженной навеской проделывают все операции по 7.9 — 7.11 вплоть до получения кривой зависимости относительного ИТВ — $S(D_s)/S_0$ от суммарной добавочной дозы D_s , для отожженной навески

$\tilde{S}(D_s)$ — функция зависимости ИТВ отожженной навески от суммарной добавочной дозы.

7.16 Кривую, полученную на неотожженной навеске, следует экстраполировать в сторону отрицательных значений добавочных доз эквидистантно кривой, полученной на отожженной навеске, до значения $S(D_s)/S_0 = 1$ и искомую преддозу D_a определяют по формуле (8).

7.17 Отбор проб и результаты измерений оформляют протоколом (приложение Б).

7.18 Зависимость определенных значений поглощенной дозы от энергии гамма-излучения на загрязненных в результате ядерных испытаний и радиационных аварий территориях представлена в приложении В.

7.19 Для определения дозы, сформированной за счет радиационного загрязнения территории, следует из полученной интегральной дозы (преддозы) вычесть суммарное значение доз: от естественного радиационного гамма-фона и за счет облучения образца инкорпорированными бета-радионуклидами.

8 Погрешность определения поглощенных доз по термolumинесценции кварца строительной керамики

8.1 Суммарная погрешность определения поглощенных доз при доверительной вероятности 0,95 в соответствии с нормативными требованиями к дозиметрическому контролю внешнего облучения должна быть:

- не более 100 % — для диапазона доз 0,05 — 0,1 Гр;
- не более 50 % — для диапазона доз 0,1 — 0,2 Гр;
- не более 40 % — для диапазона доз 0,2 — 0,5 Гр;
- не более 30 % — для диапазона доз выше 0,5 Гр.

8.2 При определении поглощенной дозы методом дооблучения добавочными дозами с последующими термоактивациями (в соответствии с разделом 7) способ оценки суммарной погрешности определения поглощенной дозы приведен в приложении Г.

9 Требования безопасности

При проведении измерений должны соблюдаться требования безопасности, соответствующие нормам радиационной безопасности НРБ-99 [2] и основным санитарным правилам ОСП-72/87 [3], правилам технической эксплуатации электроустановок потребителей [4], а также требования по технике безопасности при работе и хранении плавиковой и соляной кислот. Работа с этиловым спиртом в соответствии с ГОСТ 18300.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

Оборудование и материалы для проведения измерений

А.1 Термolumинесцентная установка, обеспечивающая преобразование термolumинесценции кристаллов кварца в электрический ток при нагревании последних со скоростью 1 °C/с в интервале температур 60 — 120 °C с последующей индикацией значения величины, пропорциональной значению интеграла этого тока в заданном выше интервале температур (например TLD SYSTEM 4000 HARSHAW).

А.2 Печь высокотемпературного отжига, обеспечивающая отжиг при температуре (900 ± 10) °C в течение часа.

А.3 Образцовая гамма-установка 2-го разряда с источником ^{137}Cs или ^{60}Co , позволяющая облучать образец в диапазоне измеряемых доз.

А.4 Постоянный магнит для удаления из исследуемого образца частиц, содержащих железо.

А.5 Аналитические или торзионные весы (ГОСТ 24104).

А.6 Сита на основе ситовых тканей (ГОСТ 4403) с размерами ячеек 100 мкм и 300 мкм.

А.7 Магнитная мешалка типа ММЗМ.

А.8 Химические реактивы марки х. ч. или ч. д. а.: соляная и плавиковая кислоты, дистиллированная вода (ГОСТ 6709), спектрально-чистый этиловый спирт, индикаторная бумага, позволяющая контролировать pH от 3 до 9.

А.9 Химическая посуда: стеклянные мерные цилиндры, химические стаканы вместимостью 500 см³, емкости вместимостью 0,5 — 1 дм³ для хранения соляной кислоты; посуда из полиэтилена вместимостью 0,5 — 1 дм³ для разведения и хранения плавиковой кислоты; стаканы объемом 50 см³; палочки, фильтровальная бумага.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

Протокол отбора проб и результатов измерений

Номер пробы	Название строения и дата постройки	Место отбора пробы и сторона света	Наличие окружающих строений	Радиационный фон в месте отбора пробы, сГр/год	Дата отбора пробы
1					
2					
...					

Номер пробы	Результат определения преддозы D_{a_i} и $\langle D_{a_i} \rangle$, сГр						Граница погрешности результата измерения с доверительной вероятностью 0,95
	1	2	3	4	5	$\langle D_{a_i} \rangle$	
1							
2							
...							

Измерения провел:

«_____» _____ Г.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
 (справочное)

Энергетическая зависимость интенсивности термовысвечивания кварца

Относительно зависимости измеренных величин поглощенной дозы от энергии гамма-излучения известно, что интенсивность ТЛ кварца, экстрагированного из строительной керамики, зависит от энергии гамма-излучения. Так, по данным работы [5] интенсивность ТЛ кварца от рентгеновского излучения с энергией 40 кэВ в 3,5 раза, а с энергией 100 кэВ в 1,8 раза больше, чем при облучении того же кварца гамма-излучением $^{60}\text{Сo}$.

Однако для типичного энергетического спектра атомной бомбы на расстоянии более 1 км от эпицентра флюенс фотонов с энергией менее 200 кэВ составляет менее 4 % по данным указанной работы. Поэтому в реальных измерениях доз облучения по ТЛ кварца на загрязненных в результате ядерных испытаний и аварий территориях при неизвестном энергетическом спектре гамма-излучения энергетическую зависимость можно не учитывать. В случае, если энергетический спектр известен, следует сделать поправку на зависимость измеренных величин поглощенной дозы от энергии гамма-излучения в соответствии с зависимостью интенсивности ТЛ кварца, представленной на рисунке В.1.

Энергетическая зависимость интенсивности термовысвечивания кварца

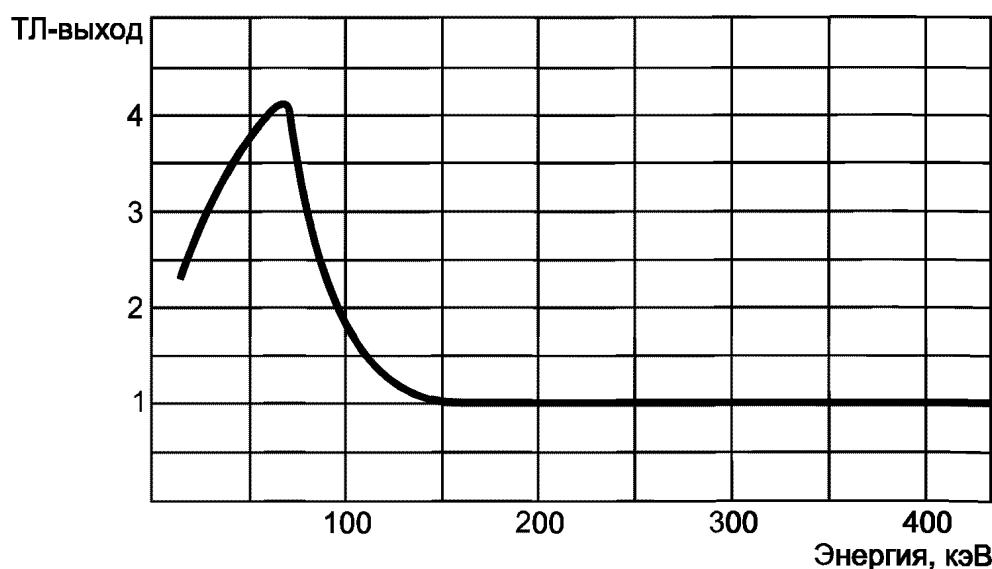


Рисунок В.1

ПРИЛОЖЕНИЕ Г
(справочное)

Методика оценки погрешности определения поглощенной дозы

Измерения с навесками из одного образца повторяют несколько n раз, определяют D_{a_i} — преддозы для каждой навески, затем вычисляют среднее арифметическое результатов определения преддозы $\langle D_{a_i} \rangle$, среднеквадратическое отклонение результатов от вычисленного среднего $\sigma (\langle D_{a_i} \rangle)$ и погрешность среднего значения с доверительной вероятностью 0,95 с использованием коэффициента Стьюдента T в зависимости от числа проведенных измерений (8.207—76). Поскольку в нашем случае $\Theta/\sigma (\langle D_{a_i} \rangle) < 0,8$ Θ — границы неисключенной систематической погрешности результата измерения, то неисключенными систематическими погрешностями, основной из которых является погрешность определения добавочной дозы по образцовой гамма-установке 2-го разряда (6 %), по сравнению со случайными пренебрегаем и принимаем, что граница погрешности результата ϵ вычисляют по формуле

$$\epsilon = t \sigma (\langle D_{a_i} \rangle), \quad (Г.1)$$

причем $\sigma (\langle D_{a_i} \rangle) = \sqrt{\sum_{i=1}^n (D_{a_i} - \langle D_{a_i} \rangle)^2 / ((n-1) n)}$.

Если граница погрешности ϵ превышает соответствующую указанную в разделе 8, то результат измерений признается негодным и не используется для реконструкции поглощенных доз на местности. В этом случае измерения с такой пробой следует продолжить до тех пор, пока ϵ будет удовлетворять требованиям раздела 8.

ПРИЛОЖЕНИЕ Д
(справочное)

Библиография

- [1] Dosimetry System 1986 y. (DS-86). US-Japan Joint Reassessment of Atomic Bomb Radiation Dosimetry in Hiroshima & Nagasaki. Final Report. Vol.1.Ch.4
- [2] НРБ-99 Нормы радиационной безопасности. М., Минздрав России, 1999
- [3] ОСП-72/87 Основные санитарные правила работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений. М., 1988
- [4] ПТЭ Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей. М., Энергия, 1970
- [5] T.Nagamoto, Y.Ichikawa, H.Ishii. Thermoluminescence Dosimetry of gamma-Rays from the Atomic Bomb at Hiroshima Using the Predose Technique, Radiation Research, 113, 227-234 (1988)

УДК 658.382.3:006.354

ОКС 17.240
13.280

Т58

ОКСТУ 0022

Ключевые слова: чрезвычайная ситуация, поглощенная доза, строительная керамика, кварц, термолюминесценция, преддоза

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *В.И. Прусакова*
Корректор *И.Л. Рыбалко*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 06.09.2001. Подписано в печать 23.10.2001. Усл.печл. 1,40. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 314 экз. С 2390. Зак. 1000.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru

Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. “Московский печатник”, 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102