ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Безопасность в чрезвычайных ситуациях

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

Порядок проведения измерений

Издание официальное

БЗ 12—2000/387

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

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 термолюминесценции 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 ректификованный 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 °С.

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 свыше 300 °С.

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

3.8 **добавочные дозы;** $D_{д_i}$: Дозы облучения образцов кварца перед термоактивациями, сравнимые 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 °С.

Издание официальное

4 Сущность метода

4.1 В рассматриваемом методе определения преддозы кварц, содержащийся в СК, используют в качестве природного дозиметра, поглощенная доза в котором накапливается с момента завершения высокотемпературного отжига (900 — 110 °С) 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:

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

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) $D_т$ эти центры рекомбинируют с образовавшимися электронными ловушками и дают низкотемпературный ТЛ-пик в районе 100 °С [1]. В этом случае ИТВ S_n при температуре 60 — 120 °С равен:

$$S_n = Q\ D_т = (Q_0 + \Delta Q) D_т, \qquad (2)$$

где Q_0 — ТЛ-чувствительность при температуре 60 — 120 °С без термоактивации.

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

$$S_n = S_0 + b\ D_a D_т, \qquad (3)$$

где S_0 — ИТВ образца кварца от $D_т$ без термоактивации.

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

$$b = (S - S_n)/(D_д D_т) \qquad (4)$$

и затем получить искомое значение D_a:

$$D_a = D_д(S_n - S_0)/(S - S_n). \qquad (5)$$

4.5 Для проверки справедливости линейной зависимости ТЛ-чувствительности от D_a определяют ИТВ образца кварца, дооблученного перед термоактивацией дозой $D_д$ 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 термолюминесцентную 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 отмучивание в водопроводной воде с окончательной отмывкой до прозрачности промывающей жидкости в дистиллированной воде;

6.1.5 обработку порции полученного песка (массой 5 — 10 г) 50 см^3 10 %-ной соляной кислоты с целью разрушения карбонатов до полного прекращения выделения пузырьков углекислого газа;

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

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

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 см^3 с концентрациями 5, 10, 20 % для разрушения оставшихся глинистых материалов и мягкого травления зерен кварца. Время такой обработки 35 — 40 мин;

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

6.11 высушивание в сушильном шкафу при температуре 50 °С;

6.12 обработку высушенной пробы концентрированной плавиковой кислотой объемом 30 — 40 см^3 в течение 45 мин при интенсивном перемешивании с помощью магнитной мешалки;

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

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

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 °С/с до температуры 150 °С 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 $D_т$ = 0,1 сГр, после снимают КТВ при температуре 20 — 140 °С.

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

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

7.3.3 Процедуру 7.3.2 повторяют при температурах активации 350, 400, 450, 500, 550 и 600 °С. 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 $T_{опт}$.

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 $T_{опт}$. В дальнейшем все ТА проводят при температуре $T_{опт}$.

7.6 Проводят облучение последней навески дозой $D_{д1}$, равной 3 сГр.

7.7 По 7.5 определяют значение S_1.

7.8 Вычисляют нулевую оценку преддозы D_0 по формуле

$$D_0 = D_{д1}(S_n - S_0)/(S_1 - S_n). \quad (6)$$

7.9 Проводят облучение той же навески добавочной дозой $D_{д2}$, равной D_0, и по 7.5 определяют значение S_2.

7.10 Операции по 7.9 проводят при значениях добавочных доз $D_{д3}$, $D_{д4}$ и $D_{д5}$, $D_{д3} = D_{д4} = D_{д5} = D_0$, 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

$$D_a = -x - D_т. \quad (8)$$

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 — $\tilde{S}(D_s)/S_0$ 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 термолюминесценции 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 Термолюминесцентная установка, обеспечивающая преобразование термолюминесценции кристаллов кварца в электрический ток при нагревании последних со скоростью 1 °С/с в интервале температур 60 — 120 °С 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) °С 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 $см^3$, емкости вместимостью 0,5 — 1 $дм^3$ для хранения соляной кислоты; посуда из полиэтилена вместимостью 0,5 — 1 $дм^3$ для разведения и хранения плавиковой кислоты; стаканы объемом 50 $см^3$; 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 $<D_{a_i}>$, сГр						Граница погрешности результата измерения с доверительной вероятностью 0,95
	1	2	3	4	5	$<D_{a_i}>$	
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}Co.

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

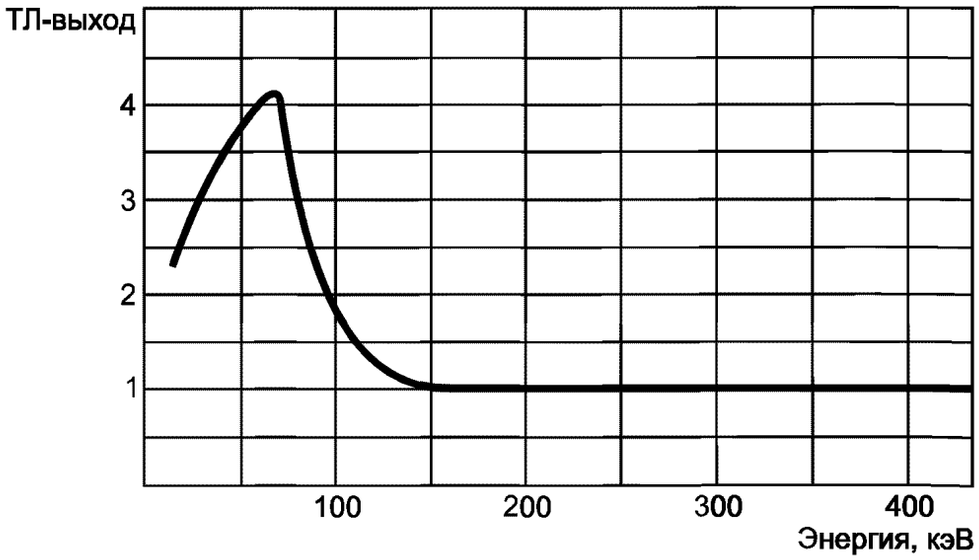

Рисунок В.1

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 $<D_{a_i}>$, среднеквадратическое отклонение результатов от вычисленного среднего $\sigma\ (<D_{a_i}>)$ 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 $\Theta/\sigma\ (<D_{a_i}>) < 0{,}8\ \Theta$ — 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

$$\varepsilon = t\,\sigma\ (<D_{a_i}>), \qquad (Г.1)$$

причем $\sigma\ (< D_{a_i} >) = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} (D_{a_i} - < D_{a_i} >)/((n-1)\,n)}$.

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 Hirosima & 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.Н. Прусакова*
Корректор *Н.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.печ.л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,70. Тираж 314 экз. С 2390. Зак. 1000.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru