

Винахід відноситься до галузі виробництва кристалічних і полікристалічних сцинтиляторів для приладів радіаційного моніторингу довкілля. Детектори на основі цього матеріалу можуть застосовуватись для визначення вмісту радіонуклідів, які випромінюють короткопробіжні іонізуючі частинки (α -, β -частинки) в пробах води.

Відомий рідкий органічний сцинтилятор (Н.З. Галунов, В.П. Семиноженко. Теория и применение радиoluminesценции органических конденсированных сред. - Киев: Наукова Думка, 1997. - 279 с.), що представляє собою рідку композицію люмінофора в розчиннику. Способом отримання цього рідкого органічного сцинтилятора є розчинення одного або кількох люмінофорів, наприклад, 2,5-дифенілоксазол, 1,4-біс-(2-(5-фенілоксазоліл))-бензол та інші, у одно- або багатокомпонентному розчиннику. В якості розчинників використовують толуол, ксилол, α -метилнафталін та інші. Випробувану на вміст радіонуклідів пробу води вводять безпосередньо в об'єм рідкого сцинтилятора (метод внутрішньої лічби), реєстрація радіонуклідів відбувається в 4 π -геометрії. Недоліком цього сцинтилятора є те, що введення проби води в його об'єм призводить до значного погіршення сцинтиляційних характеристик внаслідок зменшення прозорості сцинтилятора тому, що вода у суміші з органічним розчинником утворює мало прозору емульсію. Крім того, для отримання придатної для вимірювань проби, воду попередньо обробляють радіохімічними методами, які є працездатні, довготривалі та мають високу вартість.

Найбільш близьким за технічною суттю є обраний як прототип полікристалічний органічний сцинтилятор п-терфеніл, активований 1,4-дифенілбутадієном-1,3. Спосіб його виготовлення включає гаряче пресування шляхом одночасного здавлювання у прес-формі, яка забезпечує задані розміри і геометрію сцинтилятора, до тиску 80...100 МПа при температурі 360...380 К протягом 10 - 50 хв. із наступним зняттям тиску й повільним охолодженням до кімнатної температури кристалічного порошку п-терфенілу, активованого 1,4-дифенілбутадієном-1,3, із розмірами частинок 2 - 4 мм (пат. України №28178А, кл. С30В28/02, С04В35/00).

Отриманий цим способом полікристалічний сцинтилятор не дозволяє реалізувати 4 π -геометрію вимірювань, що приводить до недостатньої ефективності реєстрації іонізуючого випромінювання і не дозволяє визначати надмалі активності. Крім того, при використанні цього сцинтилятора пробу води для вимірювань готують методами радіохімії, які є працездатними, довготривалими і мають велику вартість.

В основу винаходу поставлена задача розробки полікристалічного сцинтилятора та способу його виготовлення, який забезпечує ефективну реєстрацію іонізуючого випромінювання завдяки реалізації 4 π -геометрії вимірювань і дозволяє виключити підготовку проб води методами радіохімії та спростити спосіб його виготовлення.

Вирішення цієї задачі забезпечується тим, що полікристалічний органічний сцинтилятор, згідно з винаходом, в своєму об'ємі має наскрізні пори, поверхня яких імпрегнована сорбентом радіонуклідів з води.

Вирішення цієї задачі забезпечується також тим, що спосіб отримання полікристалічного органічного сцинтилятора включає пресування вихідної сцинтиляційної сировини, згідно з винаходом, вихідна сцинтиляційна сировина додатково містить сорбент радіонуклідів та пороутворювач при наступному співвідношенні компонентів, мас. %:

сцинтиляційна органічна речовина	20...80,
сорбент радіонуклідів з води	10...30,
пороутворювач	10...50,

пресування проводять при температурі $T_{\text{прес}} < T_{\text{т.р.}}$, з наступною термообробкою при температурі $T_{\text{т.р}} < T_{\text{т.о}} < T_{\text{пер}}$, де $T_{\text{прес}}$ - температура пресування, $T_{\text{т.р.}}$ - температура термічного розкладу пороутворювача на газові компоненти, $T_{\text{т.о.}}$ - температура термообробки, $T_{\text{пер.}}$ - температура термічного перетворення сцинтиляційної органічної речовини.

Воду, яка аналізується на вміст радіонуклідів, без попередньої підготовки пропускають крізь пористий сцинтилятор, при цьому радіонукліди сорбуються на поверхні пор сцинтилятора. Таким чином, радіонукліди утримуються в об'ємі сцинтилятора, що забезпечує 4 π -геометрію вимірювань за стандартною методикою.

Вказані пропорції кристалічної сцинтиляційної речовини, сорбенту радіонуклідів з води та пороутворювача підбрано експериментально на так, щоб вони забезпечували характеристики сцинтилятора, необхідні для ефективної реєстрації іонізуючого випромінювання, а разом з тим ефективно і достовірно визначення вмісту радіонуклідів у воді. Зменшення вмісту сцинтиляційної речовини призводить до зменшення прозорості матеріалу, ефективності реєстрації іонізуючого випромінювання та погіршення сцинтиляційних характеристик. Збільшення вмісту сцинтиляційної речовини призводить до зменшення поверхні пор імпрегнованої молекулами сорбенту і тим самим до зниження ступеню сорбції. Зменшення вмісту сорбенту призводить до зменшення кількості радіонуклідів, що сорбуються, а його збільшення - до зменшення сцинтиляційних характеристик внаслідок погіршення прозорості. Зменшення вмісту пороутворювача призводить до зменшення ступеню сорбції в наслідок зменшення активної поверхні пор, а його збільшення - до зменшення механічної міцності матеріалу.

Збільшення $T_{\text{прес.}}$ більше $T_{\text{т.р.}}$ може привести до випаровування пороутворювача вже під час пресування, що виключає можливість отримання пор в об'ємі сцинтилятора. Зниження $T_{\text{т.о.}}$ нижче за $T_{\text{т.р.}}$ веде до збереження пороутворювача, при цьому не забезпечується отримання наскрізних пор в об'ємі сцинтилятора. Збільшення $T_{\text{т.о.}}$ вище $T_{\text{пер.}}$ призводить до перетворення органічної сцинтиляційної речовини (плавлення, окислення).

Параметри тиску та тривалості пресування залежать від об'єма вихідної сировини. Тривалість термообробки при даній температурі визначається параметрами термічного розкладу матеріалу пороутворювача.

Сорбент радіонуклідів імпрегнован не тільки по поверхні пор, а знаходиться і в об'ємі сцинтилятора, але його вклад у поглинання випромінювання радіонуклідів є незначним.

Як сцинтиляційну речовину можливо використовувати різні широко вживані сцинтиляційні матеріали, наприклад, антрацен, п-терфеніл, нафталін, стильбен та інші. Як пороутворювач можливо використовувати речовини, які хімічно нейтральні щодо сцинтиляційної речовини і термічно розкладаються при температурах нижчих за температуру сублімації або хімічного розкладу сцинтиляційної речовини. Вибір матеріалу сорбенту залежить від того, які конкретно радіонукліди передбачається визначати у воді та його сумісність з матеріалом сцинтиляційної речовини та пороутворювача. Спосіб виготовлення пористого сцинтилятора є простішим ніж прототипа, тому що не потребує великих енерговитрат та електроустаткування, тому що пресування проводять

при кімнатній температурі.

У табл. 1 наведено порівняльні характеристики сцинтиляторів для визначення вмісту стронцію-90 у воді. Сцинтилятори, виготовлені за прототипом і запропонованим способом, мають розміри Ø 32 x 3мм. Вимірювання проводили на низько фоновому устаткуванні.

Запропонований винахід включає такі основні операції:

Змішування компонентів вихідної сировини в заявлених пропорціях

Пресування вихідної сировини.

Вилучення пороутворюючої домішки шляхом термічної обробки пористого сцинтиляційного матеріалу.

Приклади реалізації запропонованого винаходу.

Приклад 1.

На аналітичних вагах зважують 1,5г кристалічного порошку п-терфенілу, активованого 1,4-дифенілбутадієном-1,3 (сцинтиляційний органічний матеріал - 40мас.%), 1г синтетичного гідроксилапатиту (сорбент - 30мас.%) та 1г гідрокарбонату амонію (пороутворювач-30мас.%). Порошки завантажують у фторопластовий стакан з герметичною кришкою та ретельно перемішують.

Для пресування використовувався прес типу ДВ2428 і жорсткі металеві прес-форми, які не деформувались під дією тиску під час технологічного процесу. Для збільшення механічної міцності виготовленого сцинтилятора у прес-форму вкладають алюмінієве кільце висотою 3мм діаметром, який дорівнює діаметру прес-форми. Для виготовлення сцинтилятора з розмірами Ø 32 x 3мм у прес-форму завантажують 3,5г суміші порошків. Суміш стискають до тиску 20Гпа і витримують під цим тиском 15 хвилин, після чого знімають навантаження. Отриманий зразок завантажують у скляну колбу. Колбу ставлять на водяну баню, що має температуру 80°C і відкачують гази (CO₂ і NH₃), які утворюються при термічному розкладі пороутворювача. Для підвищення продуктивності процесу, гази з колби відкачують за допомогою форвакуумного насоса на протязі 2-х годин.

В результаті отримано полікристалічний органічний сцинтилятор з розмірами Ø 32 x 3мм, крізь який пропущено пробу аналізованої води без попередньої підготовки. Ефективність реєстрації склала 0,92імп/Бк*с.

Інші приклади реалізації способу наведені в таблицях 1 - 12.

Як видно з таблиць, лише у межах заявлених параметрів виконується рішення поставленої задачі.

Табл. 1

Матеріал	Склад матеріалу, мас.%			Ефективність реєстрації	МДА*	Кількість операцій аналізу	Примітки
	л-терфеніл, активований 1,4-дифеніл-бутадієном-1,3	сорбент гідроксилапатит	пороутворювач гідрокарбонат амонію				
Прототип	—	—	—	0,1 імп/Бк-с	71 Бк	21**	
Запропонований	20	30	50	0,85 імп/Бк-с	2,3 Бк	1	
	40	30	30	0,92 імп/Бк-с	0,26 Бк	1	
	80	10	10	0,83 імп/Бк-с	7,4 Бк	1	
	12	35	53	Реєстрація неможлива			Низькі світловий вихід та механічна міцність
	86	7	7	Реєстрація неможлива			Низька ступінь сорбції

Примітки

* Мінімальна детектсма активність.

** Радіохімічне визначення вмісту радіонуклідів у воді проводилось за методикою

"Методика определения радиоактивных веществ в аэрозолях, воде, почве и продуктах питания", М.:Всесоюзный центр наблюдения и лабораторного контроля, 1991.

Табл. 2

Матеріал	Склад матеріалу, мас. %			Ефективність реєстрації	МДА*	Кількість операцій аналізу	Примітки
	антрацен	сорбент	пороутворювач				
Прототип	-----	-----	-----	0,08 імпл/Бк-с	88 Бк	21**	
Запропонований	20	30	50	0,68 імпл/Бк-с	2,9 Бк	1	
	40	30	30	0,72 імпл/Бк-с	0,42 Бк	1	
	80	10	10	0,66 імпл/Бк-с	9,2 Бк	1	
	12	35	53	Реєстрація неможлива			Низькі світловий вихід та механічна міцність
	86	7	7	Реєстрація неможлива			Низька ступінь сорбції

Табл. 3

Матеріал	Склад матеріалу, мас. %			Ефективність реєстрації	МДА*	Кількість операцій аналізу	Примітки
	стильбен	сорбент	пороутворювач				
Прототип	-----	-----	-----	0,06 імпл/Бк-с	118 Бк	21**	
Запропонований	20	30	50	0,51 імпл/Бк-с	3,8 Бк	1	
	40	30	30	0,73 імпл/Бк-с	0,43 Бк	1	
	80	10	10	0,49 імпл/Бк-с	12,3 Бк	1	
	12	35	53	Реєстрація неможлива			Низькі світловий вихід та механічна міцність
	86	7	7	Реєстрація неможлива			Низька ступінь сорбції

Табл. 4

Матеріал	Склад матеріалу, мас. %			Ефективність реєстрації	МДА*	Кількість операцій аналізу	Примітки
	л-терфеніл, активований 1,4-дифеніл-бутадієном-1,3	сорбент	пороутворювач				
Прототип	-----	-----	-----	0,1 імпл/Бк-с	71 Бк	21**	
Запропонований	20	30	50	0,76 імпл/Бк-с	2,55 Бк	1	
	40	30	30	0,82 імпл/Бк-с	0,32 Бк	1	
	80	10	10	0,74 імпл/Бк-с	8,2 Бк	1	
	12	35	53	Реєстрація неможлива			Низькі світловий вихід та механічна міцність
	86	7	7	Реєстрація неможлива			Низька ступінь сорбції

Табл. 5

Матеріал	Склад матеріалу, мас. %			Ефективність реєстрації	МДА*	Кількість операцій аналізу	Примітки
	антрацен	сорбент	пороутворювач				
		Na-морденіт	гідрокарбонат амонію				
Прототип	—	—	—	0,08 імп/Бк·с	88 Бк	21**	
Запропонований	20	30	50	0,61 імп/Бк·с	3,2 Бк	1	
	40	30	30	0,65 імп/Бк·с	0,46 Бк	1	
	80	10	10	0,59 імп/Бк·с	10,2 Бк	1	
	12	35	53	Реєстрація неможлива			Низькі світловий вихід та механічна міцність
	86	7	7	Реєстрація неможлива			Низька ступінь сорбції

Табл. 6

Матеріал	Склад матеріалу, мас. %			Ефективність реєстрації	МДА*	Кількість операцій аналізу	Примітки
	стильбен	сорбент	пороутворювач				
		Na-морденіт	гідрокарбонат амонію				
Прототип	—	—	—	0,06 імп/Бк·с	118 Бк	21**	
Запропонований	20	30	50	0,45 імп/Бк·с	4,2 Бк	1	
	40	30	30	0,66 імп/Бк·с	0,47 Бк	1	
	80	10	10	0,44 імп/Бк·с	13,6 Бк	1	
	12	35	53	Реєстрація неможлива			Низькі світловий вихід та механічна міцність
	86	7	7	Реєстрація неможлива			Низька ступінь сорбції

Табл. 7

Матеріал	Склад матеріалу, мас. %			Ефективність реєстрації	МДА*	Кількість операцій аналізу	Примітки
	л-терфеніл, активований 1,4-дифеніл-бутадієном-1,3	сорбент	пороутворювач				
		гідроксипалатит	нафталін				
Прототип	—	—	—	0,1 імп/Бк·с	71 Бк	21**	
Запропонований	20	30	50	0,72 імп/Бк·с	3,8 Бк	1	
	40	30	30	0,88 імп/Бк·с	0,66 Бк	1	
	80	10	10	0,69 імп/Бк·с	7,9 Бк	1	
	12	35	53	Реєстрація неможлива			Низькі світловий вихід та механічна міцність
	86	7	7	Реєстрація неможлива			Низька ступінь сорбції

Табл. 8

Матеріал	Склад матеріалу, мас. %			Ефективність реєстрації	МДА*	Кількість операцій аналізу	Примітки
	антрацен	сорбент	пороутворювач				
		гідроксилапатит	нафталін				
Прототип	—	—	—	0,068 імпл/Бк-с	92 Бк	21**	
Запропонований	20	30	50	0,54 імпл/Бк-с	4,9 Бк	1	
	40	30	30	0,62 імпл/Бк-с	0,52 Бк	1	
	80	10	10	0,56 імпл/Бк-с	10,2 Бк	1	
	12	35	53	Реєстрація неможлива			Низькі світловий вихід та механічна міцність
	86	7	7	Реєстрація неможлива			Низька ступінь сорбції

Табл. 9

Матеріал	Склад матеріалу, мас. %			Ефективність реєстрації	МДА*	Кількість операцій аналізу	Примітки
	стильбен	сорбент	пороутворювач				
		гідроксилапатит	нафталін				
Прототип	—	—	—	0,058 імпл/Бк-с	123 Бк	21**	
Запропонований	20	30	50	0,47 імпл/Бк-с	4,8 Бк	1	
	40	30	30	0,69 імпл/Бк-с	0,48 Бк	1	
	80	10	10	0,51 імпл/Бк-с	13,3 Бк	1	
	12	35	53	Реєстрація неможлива			Низькі світловий вихід та механічна міцність
	86	7	7	Реєстрація неможлива			Низька ступінь сорбції

Табл. 10

Матеріал	Склад матеріалу, мас. %			Ефективність реєстрації	МДА*	Кількість операцій аналізу	Примітки
	л-терфеніл, активований 1,4-дифеніл-бутадієном-1,3	сорбент	пороутворювач				
		Na-морденіт	нафталін				
Прототип	—	—	—	0,1 імпл/Бк-с	71 Бк	21**	
Запропонований	20	30	50	0,76 імпл/Бк-с	2,55 Бк	1	
	40	30	30	0,82 імпл/Бк-с	0,32 Бк	1	
	80	10	10	0,74 імпл/Бк-с	8,2 Бк	1	
	12	35	53	Реєстрація неможлива			Низькі світловий вихід та механічна міцність
	86	7	7	Реєстрація неможлива			Низька ступінь сорбції

Табл. 11

Матеріал	Склад матеріалу, мас. %			Ефективність реєстрації	МДА*	Кількість операцій аналізу	Примітки
	антрацен	сорбент Na-мordenіт	пороутворювач нафталін				
Прототип	—	—	—	0,068 імп/Бк-с	92 Бк	21**	
Запропонований	20	30	50	0,61 імп/Бк-с	3,2 Бк	1	
	40	30	30	0,65 імп/Бк-с	0,46 Бк	1	
	80	10	10	0,59 імп/Бк-с	10,2 Бк	1	
	12	35	53	Реєстрація неможлива			Низькі світловий вихід та механічна міцність
	86	7	7	Реєстрація неможлива			Низька ступінь сорбції

Табл. 12

Матеріал	Склад матеріалу, мас. %			Ефективність реєстрації	МДА*	Кількість операцій аналізу	Примітки
	стильбен	сорбент Na-мordenіт	пороутворювач нафталін				
Прототип	—	—	—	0,058 імп/Бк-с	123 Бк	21**	
Запропонований	20	30	50	0,44 імп/Бк-с	4,9 Бк	1	
	40	30	30	0,63 імп/Бк-с	0,51 Бк	1	
	80	10	10	0,49 імп/Бк-с	13,9 Бк	1	
	12	35	53	Реєстрація неможлива			Низькі світловий вихід та механічна міцність
	86	7	7	Реєстрація неможлива			Низька ступінь сорбції