

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

## БЕЗОПАСНОСТЬ В ЧРЕЗВЫЧАЙНЫХ СИТУАЦИЯХ

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

## ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

## ГОССТАНДАРТ РОССИИ

## МОСКВА

## 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

## СОДЕРЖАНИЕ

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

---

# 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;  $D_T$ :** 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, 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.

### 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:

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

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 °С [1]. В этом случае ИТВ  $S_n$  при температуре 60-120 °С равен:

$$S_n = Q D_T = (Q_o + \Delta Q) D_T, \quad (2)$$

где  $Q_o$  - ТЛ-чувствительность при температуре 60-120 °С без термоактивации.

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

$$S_n = S_o + b D_a D_T, \quad (3)$$

где  $S_o$  - 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 -  $S$ :

$$b = (S - S_n) / (D_d D_T) \quad (4)$$

и затем получить искомое значение  $D_a$ :

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

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 отожденном 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  $^{137}\text{Cs}$  или  $^{60}\text{Co}$  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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> с концентрациями 5, 10, 20 % для разрушения оставшихся глинистых материалов и мягкого травления зерен кварца. Время такой обработки 35-40 мин;

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

6.1.11 высушивание в сушильном шкафу при температуре 50 °С;

6.1.12 обработку высушенной пробы концентрированной плавиковой кислотой объемом 30-40 см<sup>3</sup> в течение 45 мин при интенсивном перемешивании с помощью магнитной мешалки;

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

6.1.14 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  $D_T = 0,1$  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 прodelывают 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  $T_{opt}$ .

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  $D_{Д1}$ , равной 3 сГр.

7.7 По 7.5 определяют значение  $S_1$ .

7.8 Вычисляют нулевую оценку преддозы  $D_o$  по формуле

$$D_o = D_{Д1}(S_n - S_o)/(S_1 - S_n). \quad (6)$$

7.9 Проводят облучение той же навески добавочной дозой  $D_{Д2}$ , равной  $D_o$ , и по 7.5 определяют значение  $S_2$ .

7.10 Операции по 7.9 проводят при значениях добавочных доз  $D_{Д3}$ ,  $D_{Д4}$  и  $D_{Д5}$ ,  $D_{Д3} = D_{Д4} = D_{Д5} = D_o$ , получая в результате  $S_3$ ,  $S_4$  и  $S_5$ .

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

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

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

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 -  $\tilde{S}(D_s)/S_o$  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  $S(D_s)/S_o = 1$  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**

A.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).

A.2 Печь высокотемпературного отжига, обеспечивающая отжиг при температуре (900

± 10) °С в течение часа.

А.3 Образцовая гамма-установка 2-го разряда с источником  $^{137}\text{Cs}$  или  $^{60}\text{Co}$ , 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 рН от 3 до 9.

А.9 Химическая посуда: стеклянные мерные цилиндры, химические стаканы вместимостью 500 см<sup>3</sup>, емкости вместимостью 0,5-1 дм<sup>3</sup> для хранения соляной кислоты; посуда из полиэтилена вместимостью 0,5-1 дм<sup>3</sup> для разведения и хранения плавиковой кислоты; стаканы объемом 50 см<sup>3</sup>; 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 $D_{ai}$ и $\langle D_{ai} \rangle$ , сГр						Граница погрешности результата измерения с доверительной вероятностью 0,95
	1	2	3	4	5	$\langle D_{ai} \rangle$	
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  $^{60}\text{Co}$ .

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



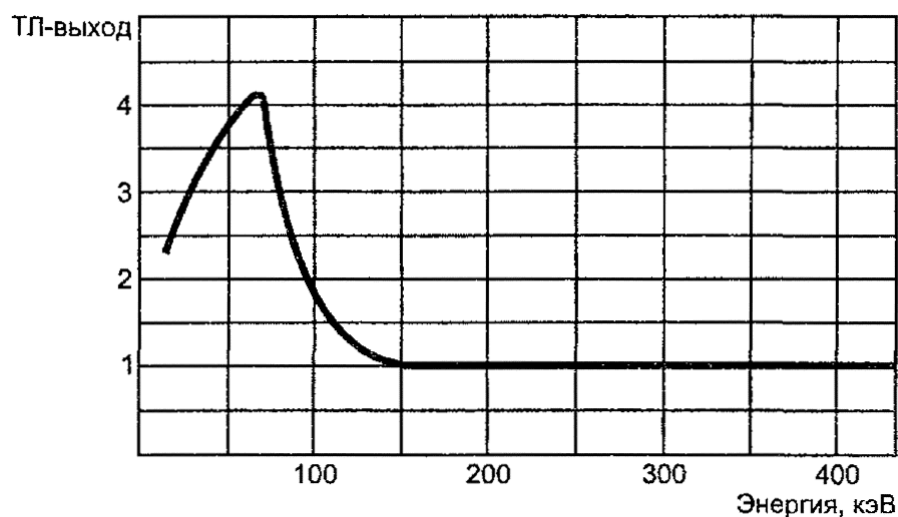


Рисунок В.1

ПРИЛОЖЕНИЕ Г  
(справочное)

**Методика оценки погрешности определения поглощенной дозы**

Измерения с навесками из одного образца повторяют несколько  $n$  раз, определяют  $D_{ai}$ , - преддозы для каждой навески, затем вычисляют среднее арифметическое результатов определения преддозы  $\langle D_{ai} \rangle$ , среднеквадратическое отклонение результатов от вычисленного среднего  $\sigma (\langle D_{ai} \rangle)$  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  $\sigma / \langle D_{ai} \rangle < 0,8$  - 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  $\varepsilon$  вычисляют по формуле

$$\varepsilon = t\sigma / (\langle D_{ai} \rangle), \quad (Г.1)$$

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

Если граница погрешности  $\varepsilon$  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  $\varepsilon$  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)

---

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

---