

# RAPORT STIINTIFIC SI TEHNIC PUBLICABIL

## Obiectivele etapei:

- a) studiu privind caracterizarea de materiale noi pentru dozimetria radiațiilor;
- b) metodă privind utilizarea unor materiale pentru dozimetria radiațiilor.

În prima etapă au fost realizate următoarele activități:

1. studii referitoare la folosirea diferitelor materiale pentru senzorii fotonici de radiații ionizante;
2. elaborarea unor tehnologii pentru utilizarea unor materiale folosite în detecția radiației;
3. experimentarea diferitelor materiale folosite în detecția radiației;
4. elaborarea referințelor pentru o metodă de folosire a materialelor investigate în detecția radiațiilor.

Investigațiile au fost centrate pe studierea senzorilor cu fibre optice intrinseci și extrinseci:

- senzori bazați pe fenomenul de luminescență;
- folosirea fibrelor optice rezistente la radiații în realizarea senzorilor distribuiți prin detecția radiației optice împrăștiate Raman și Brillouin;
- senzori cu fibre optice tip rețele Bragg clasice;
- senzori cu fibre optice tip "long period".

Cercetările au inclus și colaborări cu parteneri din proiectul COST TD 1001: Universitatea din Limerik, Universitatea din Palermo; Institute of Photonic Technology din Jena; Autoritatea Franceză pentru Gestionarea Deșeurilor Nucleare.

## Documentare privind utilizarea senzorilor extrinseci cu fibră optică folosind luminescența pentru detecția radiațiilor.

În cadrul acestei etape a fost realizată (folosind accesul la Internet) documentarea referitoare la utilizarea senzorilor extrinseci cu fibre optice și folosirea acestora pentru detecția/ monitorizarea radiațiilor ionizante. Aceasta documentare constituie o completare la capitolul de carte pe care l-am publicat la începutul acestui an în străinătate (peste 1550 de accesări de la lansare), împreună cu partenerii de la Universitatea din Limerik. Documentare suplimentară a fost direcționată în mod special asupra unor soluții apropiate sau asemănătoare celor pe care le abordăm în prezentul proiect. În continuare este prezentată o trecere în revistă a soluțiilor publicate în domeniul de interes.

În analiza întreprinsă s-a avut în vedere capacitatea senzorilor cu fibră optică de a funcționa în condiții de mediu extreme (expunere la radiații, câmp electromagnetic puternic, temperaturi extreme etc.) și faptul că astfel de senzori sunt ușor de adaptat la o gamă largă de aplicații.

În funcție de materialul utilizat pentru fabricarea fibrelor optice, de modul de prelucrare, în urma aplicării unui stres asupra acestora (de exemplu, iradiere) pot să apară diferite fenomene ce conduc la degradarea fibrelor optice astfel încât aceste modificări să fie utilizate în aplicații specifice (dozimetrie, analiza de distribuție a energiei în secțiunea transversală a unui fascicul de particule încărcate, monitorizarea câmpului de radiații). Printre aceste aplicații, fibrele optice pot fi utilizate pentru

monitorizarea radiației în locații greu accesibile, putând fi incluse în sisteme de dozimetrie a radiației beta, gamma, neutroni. De interes pentru prezentul proiect este și faptul că fibrele optice pot fi folosite pentru investigarea proprietăților structurale ale unor materiale de tip compozit.

O categorie aparte a senzorilor cu fibre optice o constituie senzorii optici care înglobează fibre optice de plastic (abreviate în literatura POF – plastic optical fiber), care se regăsesc în literatura de specialitate ca fiind de tipul Polymethyl Methacrylate (PMMA). Comparativ cu fibrele din sticlă, fibrele din plastic reprezintă o tehnologie în dezvoltare și prezintă următoarele avantaje: sunt foarte flexibile, ușor de procesat, au un cost redus de fabricație și sunt mai rezistente la acțiuni mecanice.

Fenomenele care pot să apară la expunerea fibrelor optice la radiație sunt variate (de exemplu, formarea centrilor de culoare, degradare mecanică). De asemenea, în funcție de compoziția materialului fibrei sau a materialelor senzorilor intrinseci sau extrinseci realizați în fibra optică poate să apară fenomenul de luminescență (în cazul fibrelor care includ materiale tip scintilator sau care au atasat un astfel de material). Alte fenomene care pot apărea la expunerea fibrelor optice la radiație ionizantă este termoluminescența sau luminescența stimulată optic. Aceste efecte apar în cazul existenței în senzorul cu fibra optică a unor nivele energetice intermediare care pot stoca temporar sarcina electrică.

O variantă de senzori extrinseci cu fibre optice asupra cărora întreprindem investigații în cadrul proiectului o constituie senzorii cu fibre optice care includ materialele fosforescente care permit conversia energiei unei radiații ionizante, X sau gamma, în radiație optică. În acest fel, pot fi realizați relativ ușor, cu costuri reduse dispozitive de detecție cu fibra optică având aplicații în sisteme de securitate, tehnică militară, medicină etc..

În funcție de compoziția chimică a materialului fosforescent, de tipul fibrei optice utilizate, de modul în care este cuplată radiația optică de la traductor la fibra optică, de tipul și de doza totală și de rata dozei radiației la care sunt expuși, scintilatorii au sensibilitate și rezistență la iradiere diferită. Sensibilitatea materialului fosforescent utilizat pentru senzori cu fibră optică depinde de mărimea particulelor de fosfor, de puritatea materialului, de distribuția și morfologia particulelor de fosfor în masa senzorului. Unul dintre cele mai eficiente materiale fosforescente utilizate la expunerea la radiație X este Gd<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S: Tb, datorită capacității sale mărite de a converti energia neutronilor. În plus, datorită eficienței sale de conversie și emisie în domeniul 540 – 560 nm, caracteristicile sale sunt utile în realizarea dispozitivelor de analiză a imaginii. Un astfel de tip de senzor a fost utilizat pentru eficientizarea sistemelor de imagistică cu rezoluție spațială mare. Acest tip de fosfor este sensibil într-o anumită măsură și la radiația gamma.

## Elaborarea de tehnologii și metode de investigarea a materialelor folosite în detecția radiațiilor

Obiectivul principal al acestei etape a fost de a evalua răspunsul optic și modificările induse în senzori extrinseci cu fibra optică, bazati pe detecția luminescenței produse în urma expunerii la raze X. Au fost investigate zece astfel de senzori construiți la Universitatea din Limerik și care folosesc fibre optice de plastic pentru captarea și ghidarea semnalului optic emis de materialul fosforescent expus radiației X. Cei zece senzori analizați diferă prin lungimea, grosimea, concentrația și tipul materialului fosforescent utilizat: Gd<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S dopat cu Eu, Pr, Tb și ZnS/Ag. Deoarece Gd<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S: Tb este recunoscut ca fiind un scintilator foarte eficient, acesta a fost utilizat în concentrații diferite pentru construcția a șapte senzori diferiți, notați în acest raport cu UKL 65/ FR1, Sample 55, Sample 56, Sample 57, Sample 58, Sample 59 și Sample 60. Caracteristicile acestor senzori sunt prezentate în Tabelul 1. Fibrele optice folosite în construcția acestor senzori sunt de tipul PMMA.

În etapa raportată au fost întreprinse mai multe investigații asupra celor zece senzori cu fibre optice. Testele au fost realizate prin expunerea la raze X, încercările realizate se referă la:

- studiul responsivității senzorilor pentru diferite condiții de operare ale instalației de raze X (curent, tensiune);
- investigarea prin radiografie și tomografie de raze X a structurii celor zece senzori.

În figurile 1-3 sunt prezentate, cu titlul de exemplu, rezultatele obținute pentru:

- responsivitatea spectrală ca funcție de tensiune și curent pentru senzorul GL47;
- reprezentare comparativă a responsivității relative (specificată în număr de evenimente înregistrate) pentru cazul senzorilor GL47 și UKL 59, în reprezentare 3D în funcție de curentul și tensiunea aplicate generatorului de raze X;
- comparație între responsivitățile relative ale diferiților senzori la o tensiune fixă și curent variabil.

Investigații similare au fost întreprinse pentru toți cei zece senzori de radiație X investigați.

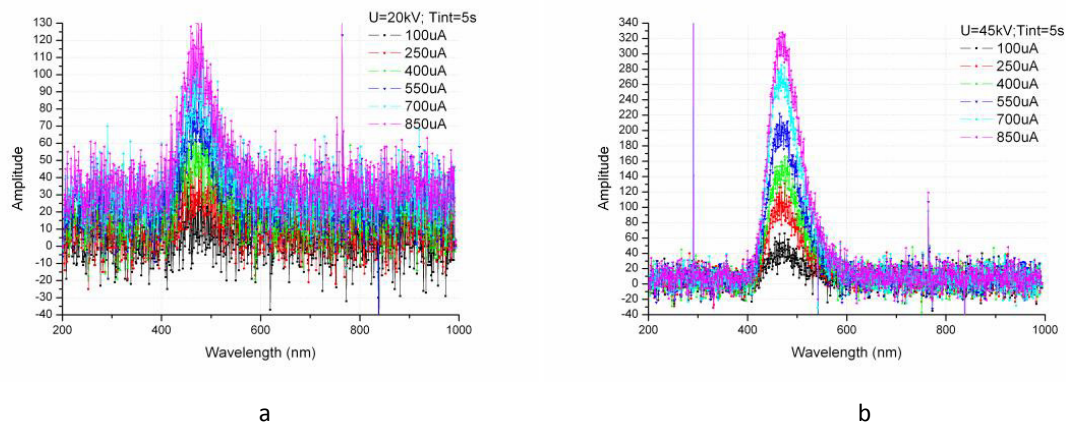


Figura 1. Sensibilitatea spectrală a senzorului GL47 pentru: a – o tensiune de 20 kV; b – o tensiune de 45 kV, în cazul unui timp de integrare la detecție de 5 s și șase trepte de curent.

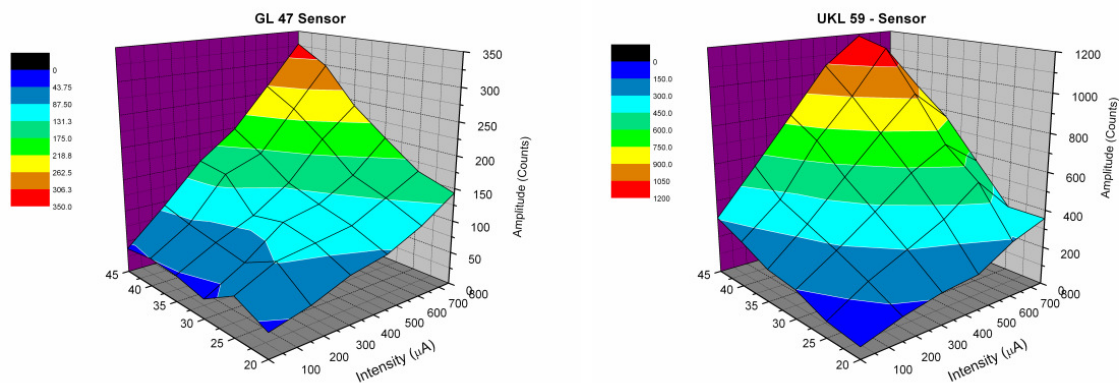


Figura 2. Comparație între responsivitățile relative ale senzorilor GL 47 și UKL 59 în funcție de tensiunea și curentul aplicate sursei de raze X.

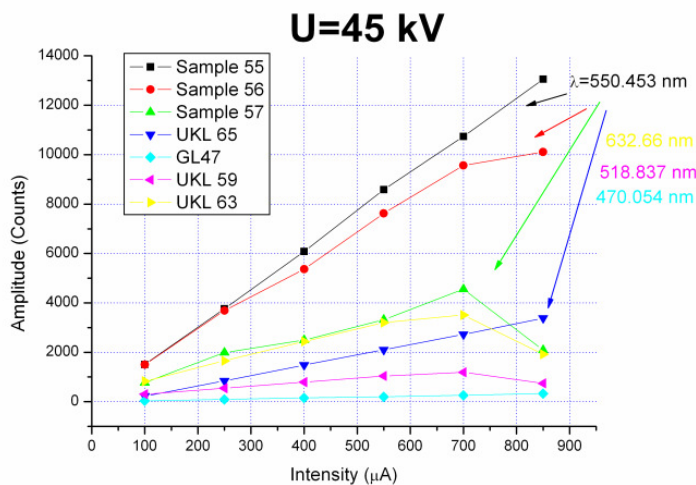
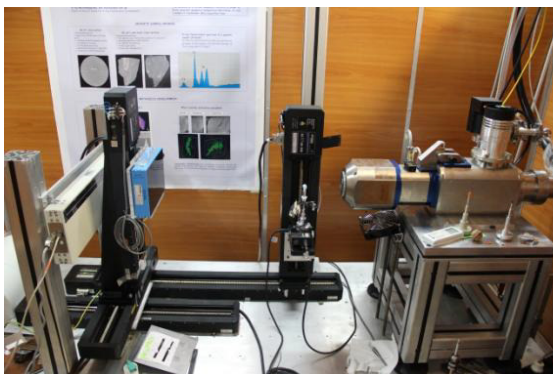


Figura 3. Responsivitatea relativă pentru șapte senzori cu fibre optice studiați în funcție de curentul aplicat sursei de raze X, la o tensiune de operare de 45 kV.

În plus, într-o primă etapă a fost realizată radiografia și tomografia a fiecărei fibre analizate, pentru a putea evidenția structura, distribuția materialului sensorului pe fibra optică și cuplarea semnalului optic în fibra optică. Tomografia și radiografierea fiecărei fibre și sensor în parte a fost realizată cu echipamentul de tomografie a Laboratorului de Microtomografie și Microfluorescență de Raze X – INFLPR. Acest echipament include o sursă de raze X cu energii în domeniu 10 – 180 kV, având rezoluția spațială de 1 μm. Detectorul utilizat este de tipul Flat panel Si 1248x1248, aria efectivă de 120 x 120mm<sup>2</sup>, prezentând posibilitate de deplasare, atât pe orizontală cât și pe verticală. Au fost măsurate 1200 de proiecții pentru 2 seturi a câte 4 senzori. Dimensiunea pixelului este de 74,8 μ, timp de integrare de 1200 ms, tensiune de 80 kV și curent de 200 μA. Senzorii au fost poziționați la o distanță de 95 mm față de sursă (figura 4). Imaginile obținute prin tomografiere au fost prelucrate cu aplicațiile software Image J și 10 Studio Max.



a



b

Figura 4. Montajul experimental (a) și geometria de iradiere a senzorilor (b) pentru realizarea tomografiei de raze X.

Fiecare sensor a fost investigat separat prin radiografie, obtinându-se o imagine primară a dispunerii diferiților constituenți în interiorul capsulei sensorului; ulterior realizându-se tomografia pentru seturi de câte patru senzori. Exemple de astfel de rezultate sunt prezentate în figurile 5 și 6. Din astfel de

imagini se poate vizualiza omogenitatea dispunerii fosforului în interiorul senzorului pentru diferite tehnici de fabricație.

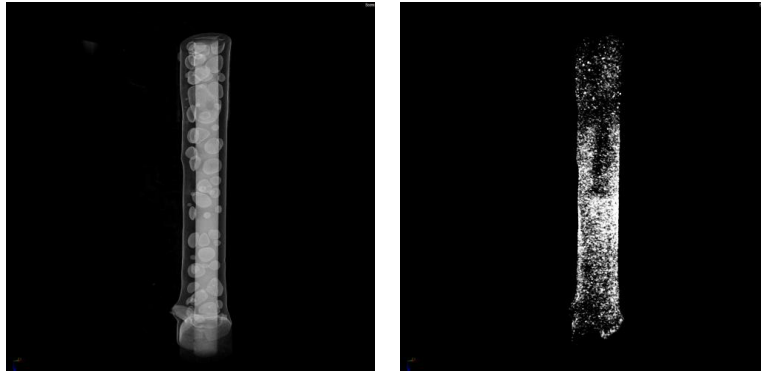


Figura 5. Imagini obtinute prin tomografie de raze X pentru senzorul UKL 65.

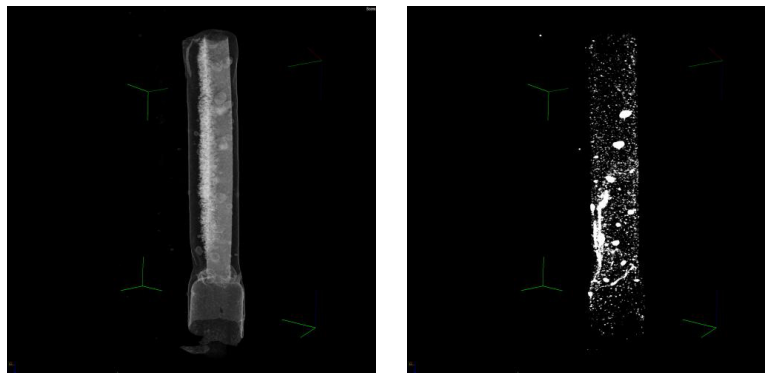


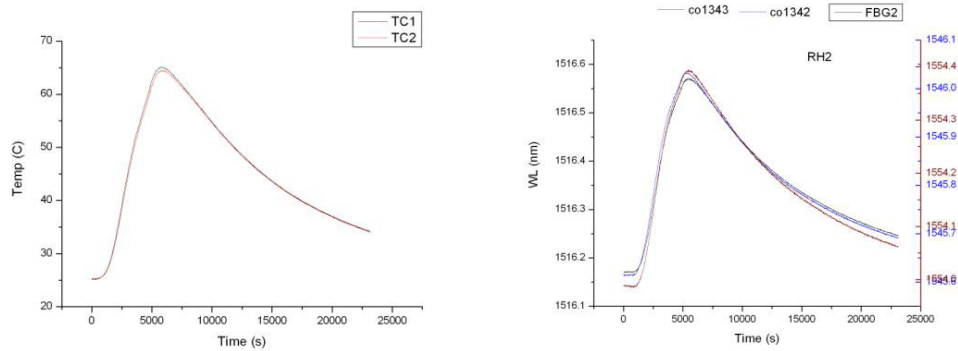
Figura 6. Imagini obtinute prin tomografie de raze X pentru senzorul GL 47.

În această etapă au fost întreprinse investigații preliminare asupra unor rețele tip Bragg realizate pe partenerul nostru din proiectul COST TD1001, Institute of Photonic Technology din Jena. Rețelele în cauză sunt speciale, în sensul că au fost înscrise în fibre optice monomod rezistente la iradiere, fibre furnizate de INFLPR. Cercetările pe care ni le-am propus să le realizăm vizează comportamentul acestor rețele Bragg la iradierea cu fascicule de electroni și cu radiație gamma. Anterior iradierii și aceste rețele au fost etalonate în laborator urmărindu-se comportamentul lor cu temperatura.

Pentru aceste rețele Bragg au fost realizate investigații preliminare la iradierea cu fascicule de electroni. Anterior iradierii, senzorii au fost etalonați, măsurându-se modificările poziției maximului reflectanței spectrale în funcție de temperatură.

Deoarece pe durata iradierilor cu fascicule de electroni, temperatura în zona de iradiere este monitorizată cu un termocuplu, două astfel de dispozitive au fost etalonate în laborator, astfel încât termocuplul supus iradierii să poată fi periodic testat în ceea ce privește degradarea caracteristicilor sale. Etalonarea senzorilor cu rețele Bragg și a termocuplurilor a fost realizată în plaja de temperaturi cuprinse între temperatura camerei și 65 °C. Figura 7 a ilustrează etalonarea celor două termocupluri, atât la încălzire, cât și la răcirea prin convecție naturală. Procesul de etalonare este complet automatizat, generând fișiere compatibile Excel. Pentru etalonare a fost folosită o etuvă controlată de un laptop prin programul Celsius. Pentru citirea termocuplurilor, acestea

au fost cuplate la două intrări diferențiale ale sistemului de achiziție de date cRFIO 9211 de la National Instruments. Procesul de etalonare a inclus și rețelele Bragg care urmează a fi investigate prin iradierea cu fascicule de electroni sau radiație gamma. Controlul temperaturii s-a făcut cu ajutorul etuvei menționate anterior, în timp ce citirea modificărilor induse de temperatură în senzorii Bragg a utilizat un echipament tip interogator de la firma Micron Optics, operând în domeniul spectral 1510 – 1590 nm (figura 7 b).



a b

Figura 7. Etalonarea a doua termocupluri (a); etalonarea a trei senzori cu fibre optice (b).

Gama de temperaturi folosite a fost similară cu cea folosită în cazul termocuplurilor menționate anterior. Figura 8 ilustrează spectrele de reflexie ale unor astfel de rețele realizate la comandă (co1341, co1340, co1344, co1345) prin comparație cu o rețea Bragg comercială (FBG2), rețea care va fi folosită ca martor în timpul iradierilor.

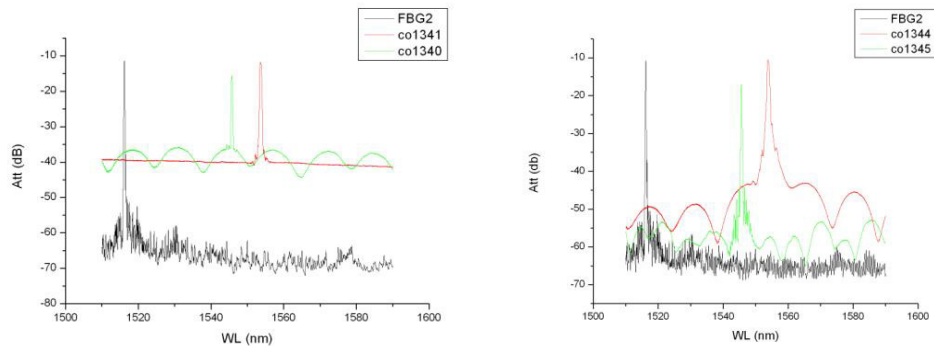


Figura 8. Spectrele de reflexie ale unor rețele Bragg speciale și spectrul de reflexie al unei rețele Bragg comerciale.

Cercetarile preliminare întreprinse au avut ca obiectiv studiul comportamentului acestor rețele Bragg speciale și a celor comerciale în timpul iradierii cu fascicule de electroni. Modificarea în timp a lungimii de undă centrale a probelor investigate în funcție de durata expunerii și variația de temperatură corespunzătoare în planul de iradiere (măsurată cu un termocuplu) este prezentată în figura 9.

Măsurarea senzorilor, atât în timpul etalonării în Laborator, cât și în timpul iradierii cu fascicule de electroni s-a realizat folosind simultan trei canale ale unui interogator cu laser acordabil de la firma Micron Optics (figura 10). Intervalul de timp între două achiziții a datelor per canal a fost de 1 s.

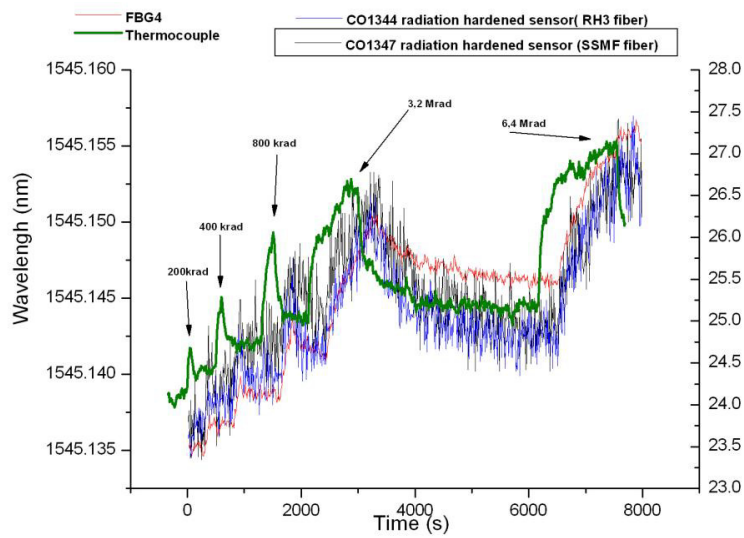
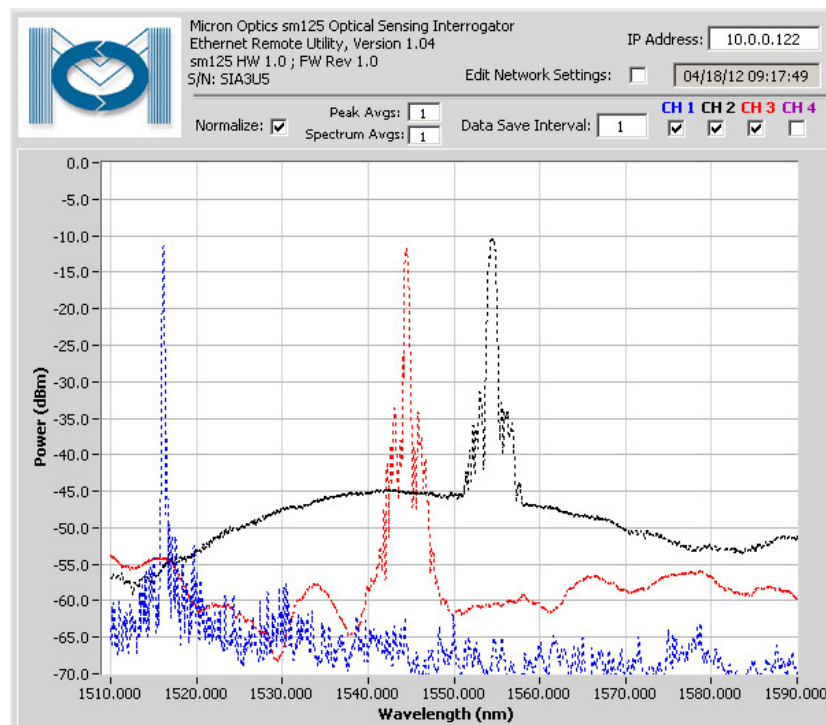


Figura 9. Modificarea valorii lungimii de undă a senzorilor Bragg speciali pe durata expunerii la un fascicul de electroni și variația corespunzătoare a temperaturii măsurată cu un termocuplu.



FBG2 —  
 Co1347 Radiation Hardened FBG —  
 Co1345 Radiation Hardened FBG —
Temperature - 27 C

Figura 10. Achiziționarea simultană a datelor de la senzorii Bragg.

Investigațiile noastre s-au focalizat și pe posibila utilizare în mediu de radiații ionizante a unor senzori intrinseci cu fibre optice realizați sub forma unor rețele Bragg cu perioadă mare. În acest caz, cercetările implică colaborarea cu parteneri din Franța (ANDRA și iXFiber) cu care a fost depus la începutul acestui an o propunere de proiect pentru colaborarea bilaterală. Testele urmează să fie efectuate prin măsurări on-line sau off-line, după caz, a degradării a patru astfel de senzori la iradierea cu radiație gamma. Ca și în cazul rețelelor Bragg discutate anterior, și în această situație senzorii au fost etalonați în Laborator referitor la sensibilitatea lor cu temperatura. În figura 11 este prezentat spectrul de transmisie a celor patru senzori, pentru domeniul spectral 800 nm – 1700 nm, rezoluție spectrală de 2 nm. Aceste determinări au fost realizate cu un analizor de spectru optice performant ANDO, iluminarea făcându-se cu un LED de banda largă sau cu o lampă cu incandescență stabilă. Figura 12 ilustrează pentru unul din acești senzori spectrele: spectrul de referință a montajului experimental și spectrul sensorului cu fibre optice. În aceasta ultimă situație, detecția măsurarea a fost realizată într-un domeniu spectral mult redus (1510 nm – 1560 nm) cu mare rezoluție (0.05 nm).

Long Period Gratings at 27 Celsius

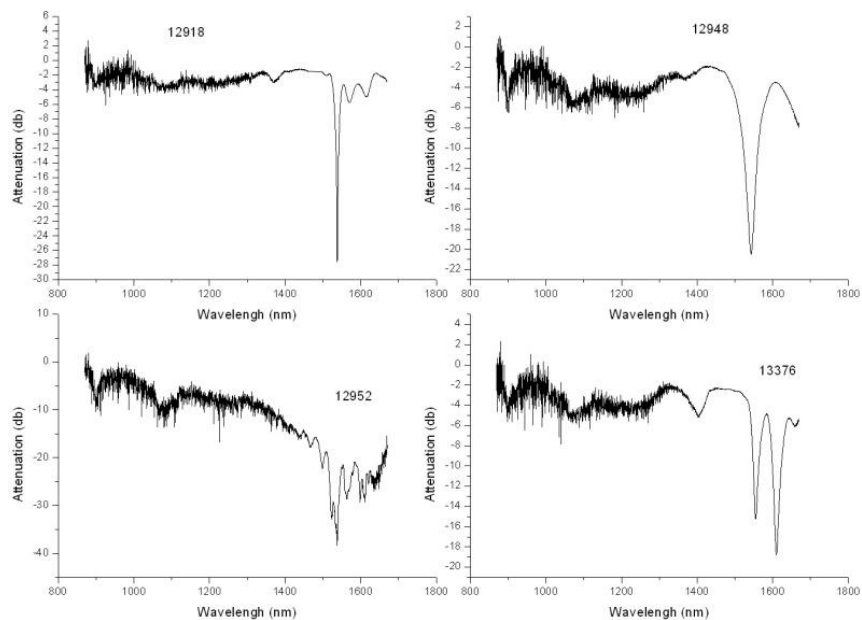
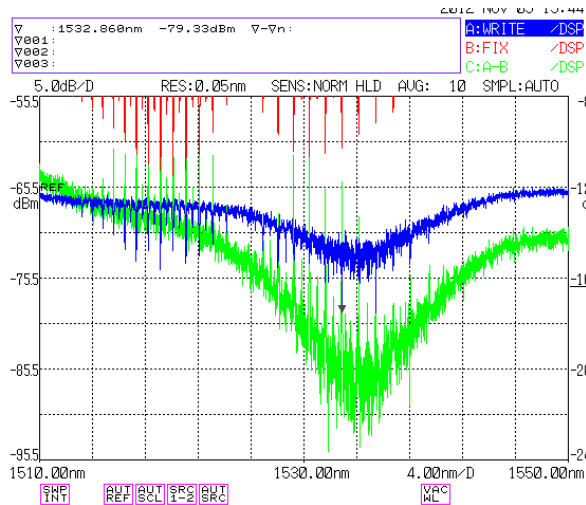


Figura 11. Spectrele de transmisie a celor patru rețele cu perioadă mare, măsurate în domeniul vizibil și IR apropiat.

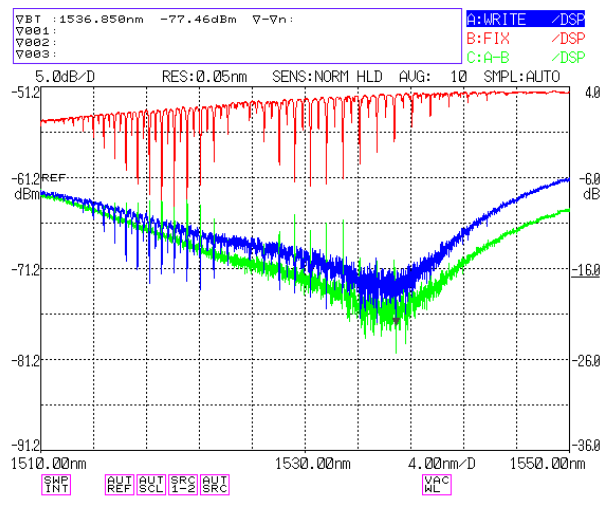
Etalonarea în Laborator a celor patru senzori a cuprins procese de încălzire și răcire cu variații de temperatură între 25 OC și 55 OC. Două astfel de etalonări sunt reproduse ca exemple în figura 13. Astfel de teste au fost repetate pentru a se verifica reproductibilitatea metodei (figura 14). Date similare există pentru toți senzorii investigați.

Având în vedere dependența de temperatură a lungimii de undă pentru un astfel de sensor, pentru a asigura o imunitate a măsurării în cazul măsurărilor on-line, a fost construită o incintă care să permită izolarea termică a sensorului în cazul iradierii cu radiație gamma la iradiatorul de la IRASM unde există curenți de aer de la sistemul de ventilație. Figura 16 prezintă efectul izolării termice asigurată de incintă. Au fost măsurate variațiile temperaturii ambiante și a celei din incintă pentru o durată de circa 2 h.





56 C



27 C

Figura 12. Spectrele de emisie/ transmisie ale: sursei (roșu); conexiunilor (albastru); senzorului (verde) măsurate cu o rezoluție de 0.05 nm și mediere pe 10 măsurări.

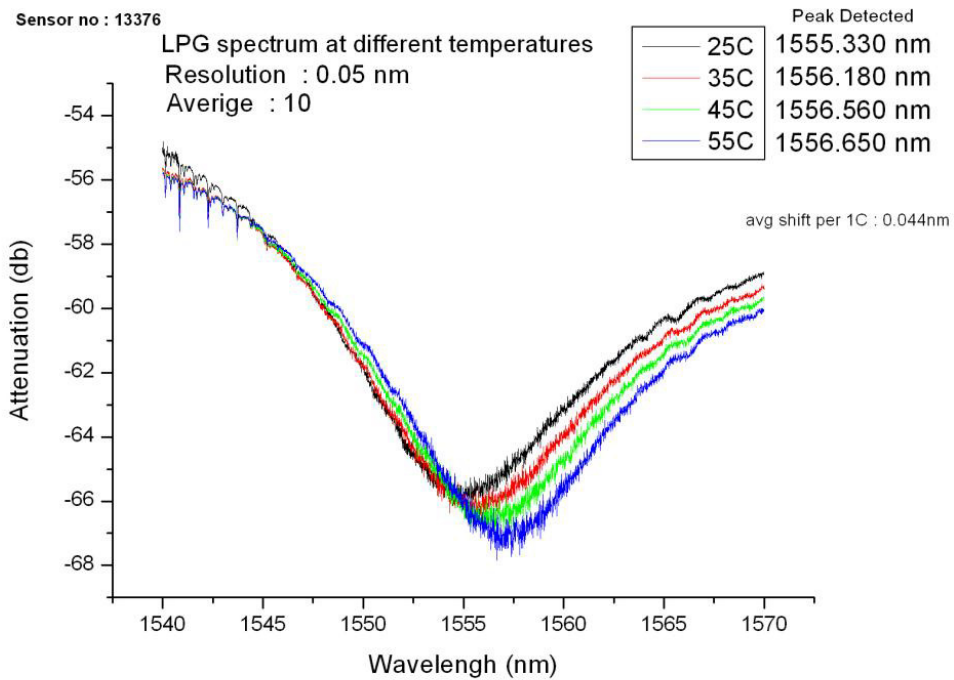


Figura 13. Modificarea cu temperatura a spectrului de transmisie pentru doi dintre senzori.

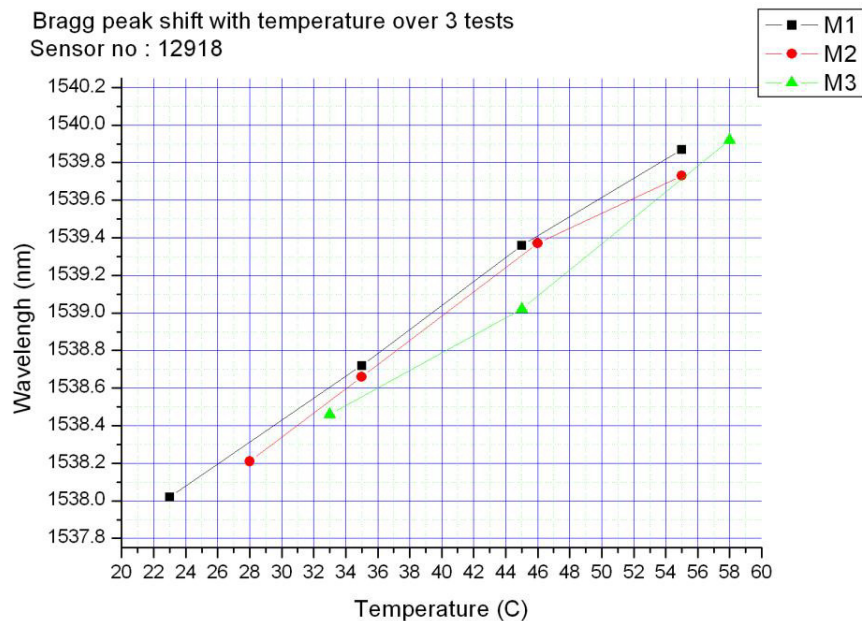


Figura 14. Evaluarea reproductibilității testării sensibilității lungimii de undă a senzorului #12918 la variația temperaturii.

O contribuție importantă la caracterul inovator al proiectului îl constituie folosirea senzorilor cu fibre optice distribuiți în monitorizarea unor instalații critice. În acest sens, primele investigații au vizat utilizarea unor senzori distribuiți de temperatură și tensiuni mecanice în monitorizarea depozitelor de stocare a materialelor radioactive. Cercetările au fost realizate în parteneriat cu Agenția Franceză pentru Gestionarea Deșeurilor Radioactive – ANDRA, Universitatea din Saint-Etienne și două firme din Franța (iXFiber și Cementys) și au vizat testarea unor senzori distribuiți cu fibre optice bazați pe efectele Raman și Brillouin de retroîmprăștiere a radiației optice.

A fost investigată degradarea unor fibre optice multimod, comerciale și unele rezistente la radiații, în cazul iradierii cu radiație gamma, pentru doze totale mari. Figura 15 ilustrează modificările spectrale induse de radiația gamma într-o fibră optică MM rezistentă la radiații.

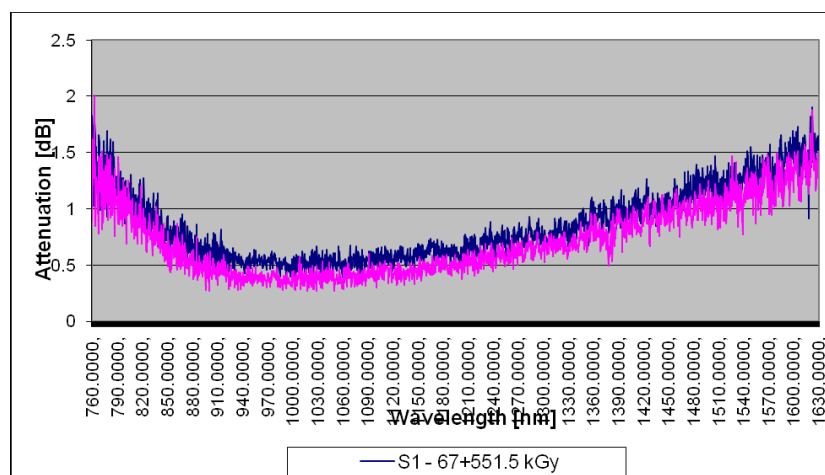


Figura 15. Variația atenuării spectrale pentru o fibră optică MM, rezistentă la radiații, la iradierea cu radiație gamma.

## Cooperare internațională

Cooperarea internațională a fost realizată în cadrul proiectului prin:

- cooperare bilaterală cu Universitatea din Palermo;
- cooperare bilaterală cu Universitatea din Limerik;
- cooperare bilaterală cu Agenția Franceză pentru Gestionarea Deseurilor Radioactive – ANDRA;
- cooperare bilaterală cu Institute of Photonic Technology din Jena,

care sunt partenerii INFLPR în cadrul proiectului COST TD1001, pentru care INFLPR este coordonator național.

În contextul proiectului COST TD1001 urmează ca un tânăr cercetător din INFLPR să efectueze un stagiu în cercetare la Universitatea din Limerik.

INFLPR participă în calitate de coordonator național și la proiectul COST Action IC1101 “Optical Wireless Communications - An Emerging Technology (OPTICWISE)”.

Alte aspecte ale cooperării europene au inclus depunerea a două propuneri de proiecte de cercetare (FP7):

- un proiect de cercetare în domeniul dezvoltării de senzori specializați pentru dozimetria radiațiilor ionizante pe durata tratamentului cancerului. INFLPR este partener în proiect, desemnat pentru testarea la radiație X și gamma a unor senzori speciali realizați în cadrul proiectului (coordonator Universitatea din Limerik, partener în proiectul COST TD1001).
- un proiect de formare de tineri specialiști (burse tip Marie Curie) pentru realizarea și testarea rețelelor Bragg în fibre optice de plastic. INFLPR este partener asociat la proiect asistând proiectul cu încercări la iradiere a acestor senzori (coordonator Aston University, partener în proiectul COST TD1001).

## Diseminarea rezultatelor

Diseminarea rezultatelor proiectului a avut mai multe componente:

1. publicarea rezultatelor într-o revistă internațională de prestigiu;
2. comunicarea rezultatelor la conferințe internaționale;
3. comunicarea rezultatelor în cadrul comunității proiectului COST Action TD1001.

## Concluzii

*Obiectivele prezentei etape au fost realizate și în unele situații depășite conform celor menționate mai jos:*

- au fost proiectate și realizate montaje destinate încercărilor de materiale și dispozitive cu posibile utilizări în detecția/ monitorizarea radiațiilor ;*
- au fost realizate primele măsurări și etalonari pentru senzori cu fibre optice :*
  - a. intrinseci care folosesc materiale luminescente ;*
  - b. senzori distribuiți cu fibre optice care funcționează prin detecția Raman și Brillouin a radiației retroîmprăștiată;*
  - c. senzori tip rețele Bragg clasice realizați în fibre optice rezistente la radiații;*
  - d. senzori tip "long period";*
- au fost investigați pentru prima dată prin tomografie de raze X senzori extrinseci cu luminescență și a fost studiată responsivitatea lor în funcție de curentul și tensiunea aplicate sursei de raze X.*