

## RAPORT STIINTIFIC SI TEHNIC PUBLICABIL

### Obiectivele etapei:

- a) studiu referitor la folosirea senzorilor cu fibră optică în dozimetria radiațiilor / profilometria fasciculelor;
- b) model experimental privind dozimetria radiației folosind tehnologia senzorilor cu fibre optice quasi-distribuiți;
- c) utilizarea senzorilor cu fibre optice pentru monitorizarea containerelor utilizate în stocarea rezidurilor nucleare;
- d) protejarea drepturilor de proprietate industrială;
- e) diseminarea pe scară largă prin comunicare și publicare națională și internațională a

În cea de a doua etapă au fost realizate următoarele activități:

- A fost realizat studiul privind senzorii cu fibră optică distribuiți utilizați în dozimetria radiațiilor / profilometria fasciculelor de particule încărcate.
- Au fost întreprinse cercetări privind:
  - materiale (diferite tipuri de fibre optice, materiale nanostructurate pe baza de SiO<sub>2</sub>, o fibră optică de safir, materiale tip nitru de aluminiu) destinate realizării de senzori pentru monitorizarea /dozimetria radiațiilor ionizante;
  - senzori (extrinseci pe bază de materiale fosforescente, tip "long period grating") pentru dozimetria/ monitorizarea radiațiilor ionizante;
  - realizarea unor modele experimentale pentru dozimetria/ profilometria câmpurilor de radiații ionizante (folosind fibre optice, rețele tip Bragg);
  - monitorizarea containerelor destinate stocării rezidurilor nucleare folosind senzori cu fibre optice.

Contribuțiile originale sunt reflectate de lucrările publicate, în curs de publicare sau aflate în stadiul final de redactare, lucrări realizate împreună cu colective parteneri în proiectul COST TD1001, fapt care conferă vizibilitate rezultatelor proiectului. Originalitatea este susținută și de cererile de brevet de invenție depuse la OSIM.

Rezultatele proiectului au fost promovate la conferințe internaționale și la *First CETAL- Petawatt Workshop*, 19-20 November 2013. Prin noutățile pe care le aduce, prezentarea la *First CETAL- Petawatt Workshop* ilustrează posibilitățile pentru participarea în continuare la proiecte destinate aplicațiilor laserilor ultraintenși (CETAL și Extreme Light Infrastructure - ELI).

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.

### Studiu referitor la folosirea senzorilor cu fibra optica distribuiti in dozimetria radiatiilor/ profilometria fasciculelor.

Senzorii cu fibre optice distribuiți care sunt potențiali candidați pentru monitorizarea unor câmpuri de radiații ionizante sau pentru dozimetria radiațiilor pot fi clasificați în două categorii:

- a. „quasi-distribute optical fiber sensors”, caz în care senzori discreți similari sunt cuplați prin multiplexare, astfel încât să permită o evaluare spațială a câmpului de radiație;
- b. „fully-distributed optical fiber sensors”, caz în care o multitudine de senzori sunt realizați în aceeași fibră optică.

În primul caz, senzorii utilizați sunt senzori extrinseci bazați pe fenomene cum ar fi radioluminescența, termoluminescența, luminescența stimulată optic, sau senzori tip rețele Bragg sau „long period gratings”. Multiplexarea acestora se poate face după caz prin multiplexare spațială, folosind mai multe fibre optice interogate pe rând, sau multiplexare în lungimi de undă, caz în care senzorii sunt conectați în serie folosind o singură fibră optică și sunt interogați la diferite lungimi de undă.

În cea de a doua situație, senzorii sunt realizați prin diferite metode chiar în fibra care este folosită la transmiterea semnalului sau fibra însăși reprezintă senzorul utilizat.

În figura 1 este reprodusă schematic organizarea senzorilor cu fibre optice, intrinseci sau extrinseci, de interes pentru prezentul proiect.

## Modele experimentale privind dozimetria/ profilometria câmpului de radiații folosind tehnologia senzorilor cu fibre optice

Strategia de realizare a activităților din etapa care este raportată, a avut ca punct de plecare studiul a cărui sinteză a fost prezentată în paragraful 3.1. În conformitate cu această strategie activitățile realizate au inclus:

- a. investigarea unor materiale destinate realizării de senzori pentru monitorizarea/ dozimetria radiațiilor ionizante;
- b. studiul unor senzori pentru dozimetria/ monitorizarea radiațiilor ionizante;
- c. realizarea unor modele experimentale pentru dozimetria/ profilometria câmpurilor de radiații ionizante.

În cadrul acestei categorii de investigații au fost studiate:

- a. diferite tipuri de fibre optice comerciale;
- b. materiale tip nitru de aluminiu
- c. materiale nanostructurate pe bază de SiO<sub>2</sub>;
- d. o fibră optică de safir.

Figura 2 ilustrează modificarea atenuării optice la anumite lungimi de undă specifice unor centri de culoare pentru cazul iradierii tip bremsstrahlung, la temperatura camerei (a) și iradierii cu radiație gamma tot la temperatura camerei. Se poate observa dinamica diferită, în funcție de tipul de fibră optică și al radiației folosite.

Postprocesarea datelor a urmărit dinamica evoluției centrilor de culoare asociați lungimilor de undă raportate în literatura de specialitate:  $\lambda = 248 \text{ nm}$ ;  $\lambda = 265 \text{ nm}$ ;  $\lambda = 320 \text{ nm}$ ;  $\lambda = 330 \text{ nm}$ . Linearitatea dependenței atenuării optice în funcție de doza totală depinde de aceleași condiții. În cazul din figura 2 b modificările la lungimile de undă  $\lambda = 320 \text{ nm}$ ;  $\lambda = 330 \text{ nm}$  sunt nesemnificative dovedind o concentrație mică reziduală a clorului în cămașa fibrei optice, comparativ cu fibra optică prezentată în figura 2 a.

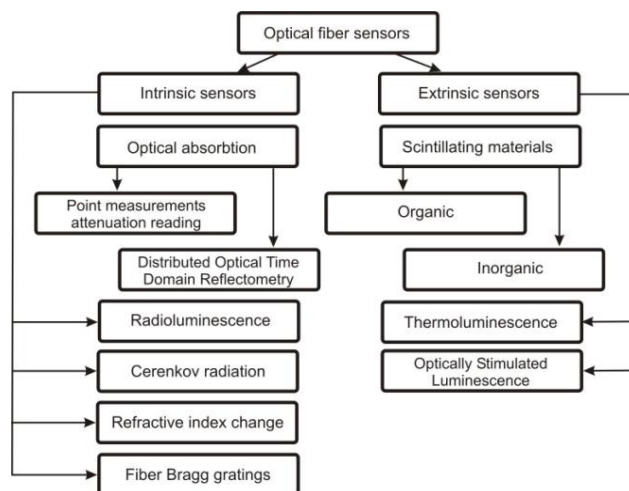


Figura 1. Clasificarea senzorilor cu fibra optica de interes pentru prezentul studiu.

Concluziile principale ale acestor investigații sunt:

- pentru prima dată au fost studiate fibre optice de UV la iradierea cu fascicule de electroni și tip bremsstrahlung;
- a fost studiat în cazul acestor fibre optice efectul încălzirii pe durata iradiării;
- a fost investigat pentru prima dată efectul dopării cu H<sub>2</sub> și al unui înveliș de Al;
- diferite tipuri de fibre optice prezintă o imunitate mărită față de anumite radiații, în funcție de dopanții și centrii de culoare investigați;
- alegerea adecvată a fibrei optice în funcție de tipul de iradiere și al temperaturii de încălzire permite proiectarea unor detectoare de radiații ionizante adecvate unor anumite condiții de iradiere.

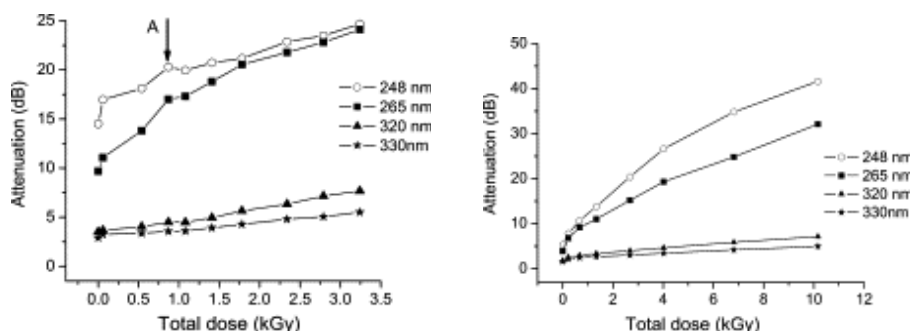


Figura 2. Modificarea atenuării optice la patru lungimi de undă pentru iradierea cu radiație gamma, la temperatura camerei.

În colaborare cu Universitatea din Palermo au fost studiate mai multe materiale nanostructurate pe baza de SiO<sub>2</sub>, prin evaluare efectelor iradierii cu particule alfa și deuteroni. Au fost investigate șapte tipuri de pastile formate din materiale nanostructurate pe bază de SiO<sub>2</sub> la iradiere cu particule alfa la fluentele: 10<sup>12</sup>, 10<sup>13</sup>, 10<sup>14</sup>, 10<sup>15</sup>, 10<sup>16</sup> ioni/cm<sup>2</sup> și iradiere cu deuteroni la fluentele: 10<sup>12</sup>, 10<sup>13</sup>, 10<sup>14</sup>, 10<sup>15</sup>, 10<sup>16</sup> ioni/cm<sup>2</sup>.

După iradiere probele au fost examinate la Universitatea din Palermo folosindu-se: rezonanță electronică de spin; fotoluminescență; absorbție de IR; investigații Raman; microscopie de forță atomică. In figura 3 sunt reproduse ca exemplu, rezultatele măsurărilor de luminescență. Un exemplu de spectru Raman obținut prin microscopie cofocală este prezentat în figura 4.

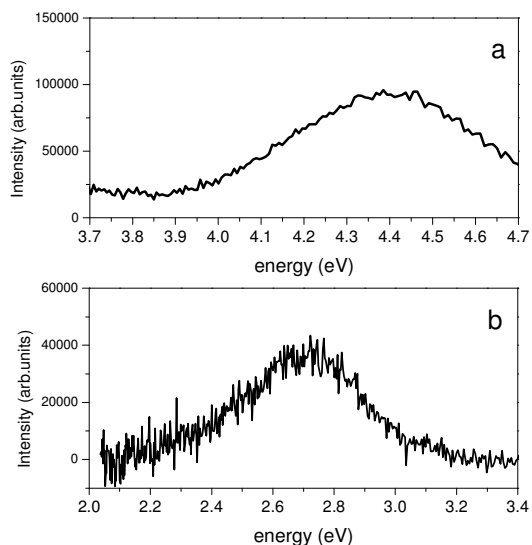


Figura 3. a) Spectrul de emisie în cazul excitării la 5 eV în domeniul spectral 3.7-4.7 eV; b) spectrul de emisie în cazul excitării la 5 eV după 2 ms de la declanșarea pulsului laser, pentru proba AE200/A/1016.

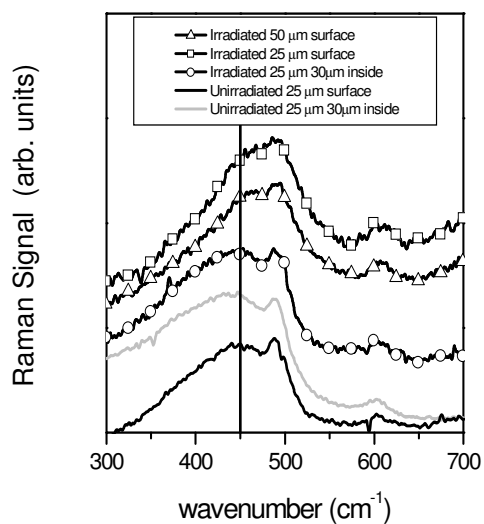


Figura 4. Spectrele de la investigația Raman spectra pentru proba I301, în cazul unei focalizări pe suprafața probei folosind o apertură de 50  $\mu\text{m}$  ( $-\Delta-$ ), și 25  $\mu\text{m}$  ( $-\square-$ ), și în cazul focalizării la 30  $\mu\text{m}$  în profunzime cu o apertură de 25  $\mu\text{m}$  ( $-\circ-$ ); pentru comparare este prezentată și proba neiradiată I301, focalizat la suprafață ( $\text{—}$ ) și 30  $\mu\text{m}$  în volum ( $\text{—}$ ) cu o apertură de 25  $\mu\text{m}$ .

În vederea estimării efectului celor două tipuri de iradieri asupra probelor au fost realizate simulări pentru o probă de SiO<sub>2</sub> cristalină. Exemple de rezultate sunt indicate în figura 5.

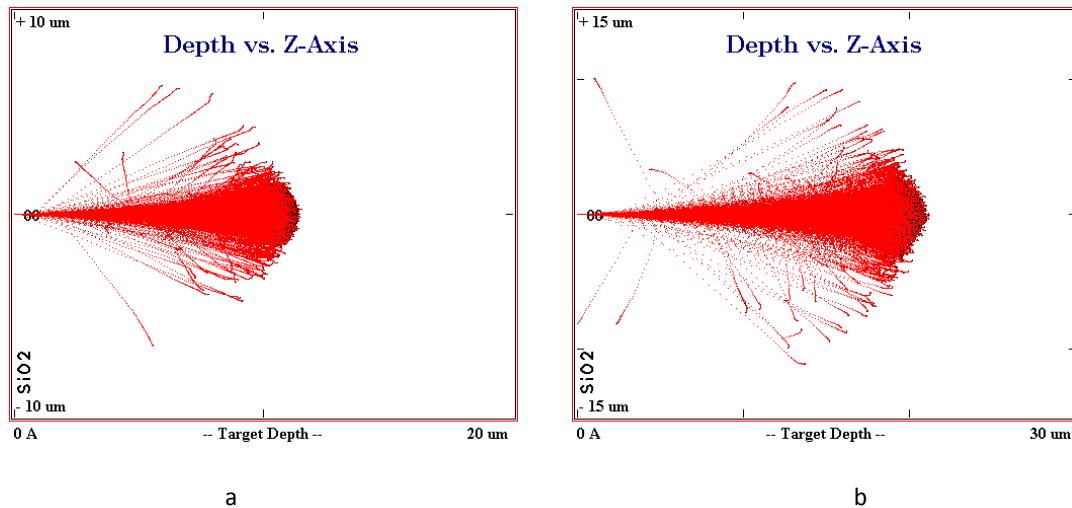
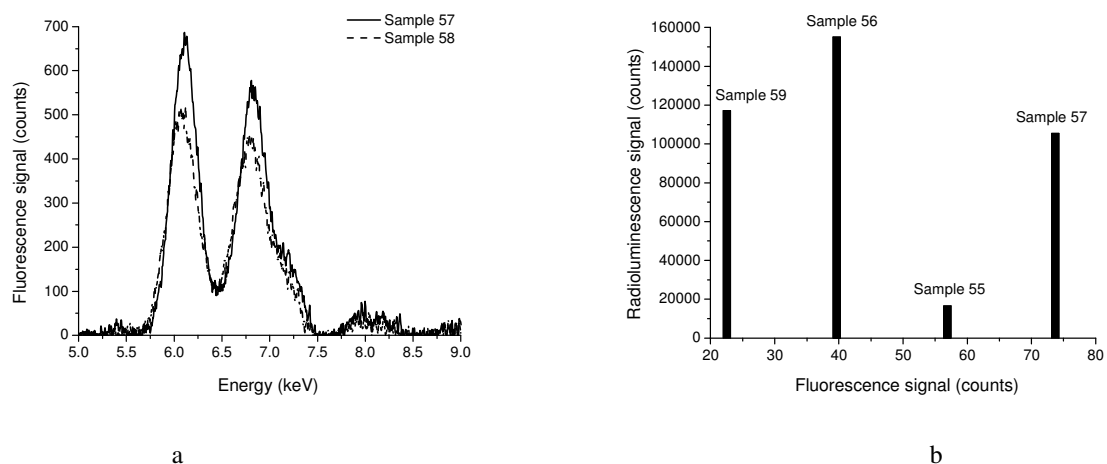
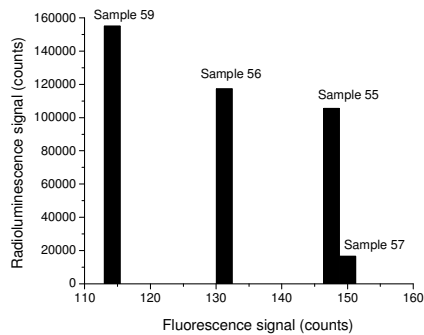


Figura 5. Adâncimea de pătrundere a : a – particulelor alfa (3 MeV) ; b – deuteronilor (1,5 MeV) în sticlă.

Investigațiile asupra senzorilor cu fibre optice care ar putea fi încorporați în instrumente pentru monitorizarea și dozimetria câmpurilor de radiații ionizante, sub forma unor senzori discreți sau "quasi-distribuiți" au fost focalizate pe senzori care folosesc fenomenul de radioluminescență și senzori tip "long period grating". În această etapă au fost continuate cercetările începute în prima etapă.

În această etapă cercetarea senzorilor cu fibră optică extrinseci a fost extinsă la nivel microscopic pentru a estima: aportul substanțelor active în generarea semnalului optic; distribuția spațială a materialului activ în senzorul cu fibre optice; linearitatea și dinamica responsivității senzorului; reproductibilitatea tehnologiei de realizare a detectorului; evaluarea proiectului senzorului în vederea îmbunătățirii acestuia. În figura 6 sunt prezentate ca un exemplu, rezultatele investigațiilor de fluorescență de raze X utilizate în evaluarea contribuției ingredientelor în fosforul care alcătuiește senzorul extrinsec la generarea semnalului optic.



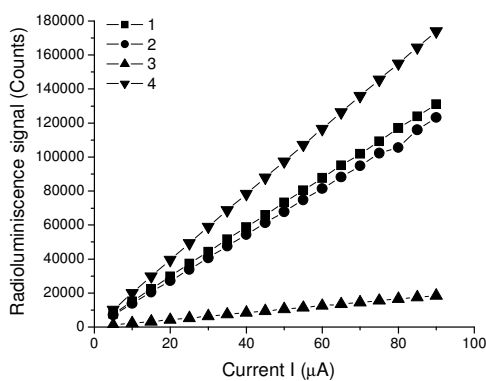


C

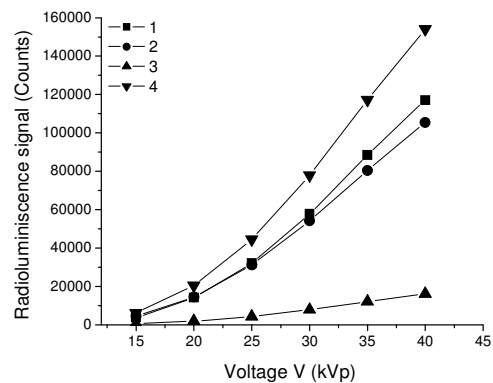
Figura 6. Semnalul de fluorescență de raze X obținut la excitarea frontală a senzorului 55 (a); relația dintre semnalul de fluorescență de raze X pentru linia  $\beta$  a Gd (b) și Tb (c) și semnalul de radioluminescență, pentru senzorii 55, 56, 57 și 59.

Responsivitatea senzorilor investigați pentru diferite condiții de operare ale sursei de raze X este prezentată în figura 7.

Estimarea calității de realizare ale senzorilor s-a făcut prin baleiajul în lungul unei generatoare cu un fasciul focalizat de raze X și înregistrarea într-o geometrie cilindrică a semnalului de radioluminescență. Acest test face posibilă estimarea atât a concentricității dintre miezul fibrei optice și învelișul fosforescent, cât și a cuplajului semnalului optic în fibra optică. Două exemple referitoare la rezultatele obținute pentru doi dintre senzorii studiați sunt reproduse în figura 8. În plus față de măsurările prezentate a fost evaluat semnalul de histerezis al senzorilor și efectul utilizării unor reflectoare asupra eficienței de cuplare a semnalului de radioluminescență la fibra optică (figura 9).



a



b

Figura 7. Responsivitatea senzorilor 55, 56, 57 și 59 în funcție de: modificarea valorii curentului de excitare a sursei de raze X (a), pentru o valoare a tensiunii sursei de  $V=40$  kVp; modificarea valorii tensiunii de excitare a sursei de raze X (b), pentru o valoare a curentului sursei de  $V=80$   $\mu$ A.

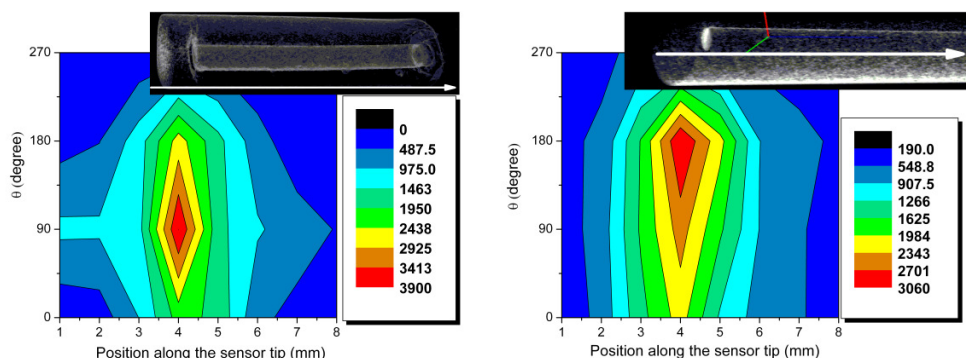


Figura 8. Semnalul de radioluminescență evaluat într-o geometrie cilindrică pentru senzorii: a – 55; b – 56.

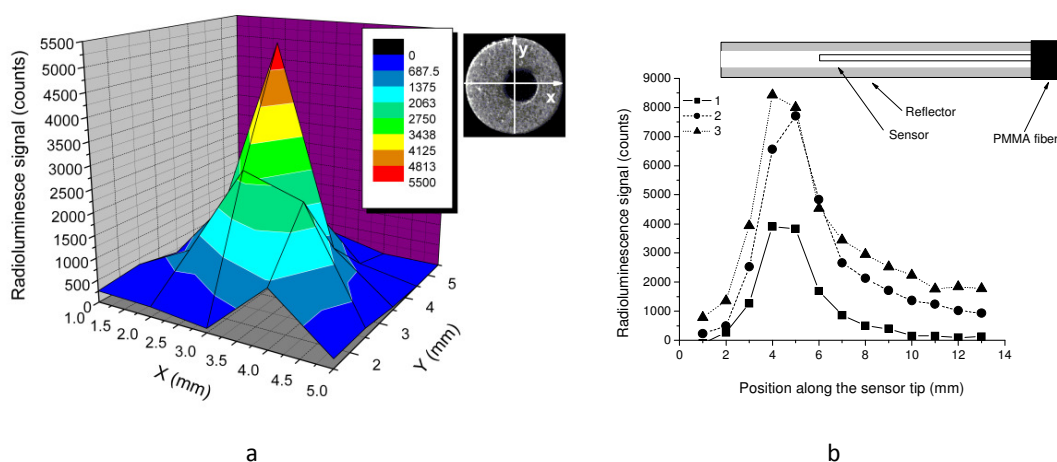


Figura 9. Reprezentarea 3D a semnalului de radioluminescență detectat în cazul folosirii ca reflector a unei folii de Al (a); distribuția spațială a responsivității sensorului fără reflector și cu două materiale reflectante diferite (b).

## Modele experimentale pentru dozimetria/ profilometria câmpurilor de radiații ionizante

În cazul profilometriei fasciculelor de particule încărcate, în cazul de față fascicule de electroni, a fost realizat modelul experimental și au fost dezvoltate programele de control, achiziție de date și prelucrare de date. În figura 10 este prezentat acest model experimental și interfața utilizator asociată. În funcție de perfecționările care vor fi aduse acestui echipament se va decide dacă rezultatele vor fi publicate sau brevetate. În intenția noastră este să testăm acest aparat folosind și anumiți senzori cu fibre optice produși la Institute of Photonic Technology din Jena cu care colaborăm în cadrul proiectului COST TD1001.

## Teste referitoare la monitorizarea containerelor destinate stocării rezidurilor nucleare folosind senzori cu fibre optice

Deșeurile radioactive sunt în mod uzual depozitate încasetate în blocuri de ciment obișnuit sau tip Portland modificat. În anumite situații aceste materiale nu sunt recomandate pentru cazul unor metale cum ar fi aluminiul sau magneziul, care nu sunt compatibile cu soluții alcaline având un pH care depășește valoarea de 13.0. Reacțiile chimice care apar conduc la producerea de hidrogen, fapt care

determina creșterea în volum, expansiune și apariția unor microfisuri. Monitorizarea acestor situații se poate face cu succes urmărind variația temperaturii interne și a tensiunilor mecanice care pot apărea.

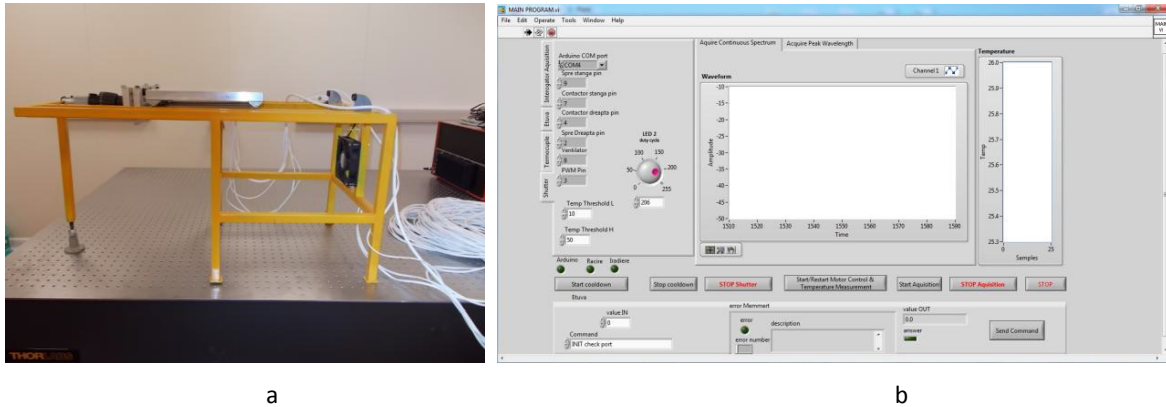


Figura 10. Modelul experimental al instrumentului pentru profilometria fasciculelor de electroni (a), interfața utilizator (b)

În contextul celor menționate anterior, coordonatorul de proiect împreună cu echipa partenerului P1 au definitivat referențialul pentru modelul experimental al echipamentului de monitorizare a containerelor pentru deșeuri radioactive și au întreprins cercetări referitoare la dinamica temperaturii în perioada de formare a capsulelor în care se introduc rezidurile. Aceste investigații au fost realizate pentru mai multe rețete de ciment.

Testele privind modificările termice ale modelului de container au fost realizate prin măsurări on-line (figura 11). Simultan a fost monitorizată temperatura ambiantă cu un termocuplu și temperatura în interiorul modelului de container folosind atât un termocuplu, cât și un senzor cu fibră optică, la care a fost urmărită variația lungimii de undă a unui senzor tip rețea Bragg. Evoluția temperaturii ambiante și a celei din interiorul machetei de container măsurată cu termocuple și un senzor cu fibră optică este prezentată în figura 12.

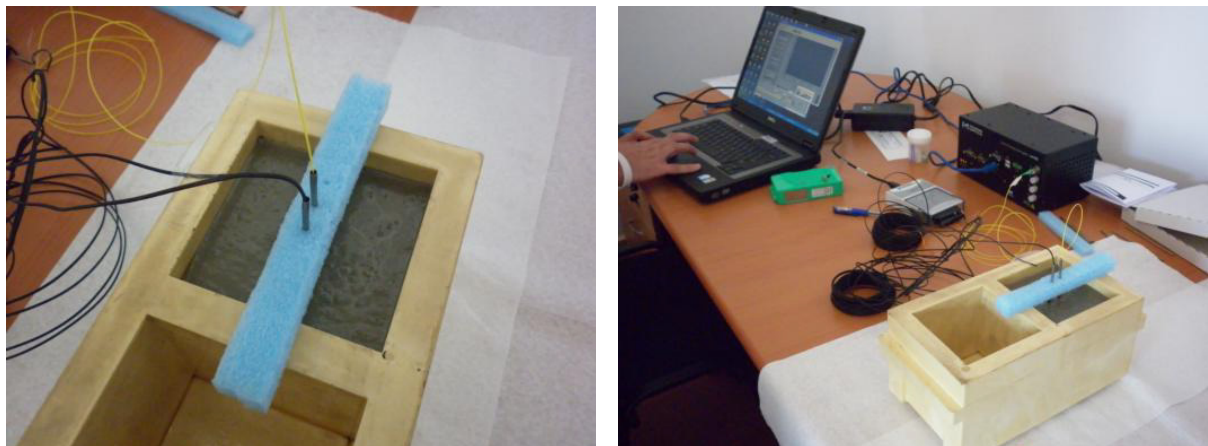


Figura 11. Monitorizarea on-line a probelor de ciment folosite în încasarea deșeurilor radioactive.



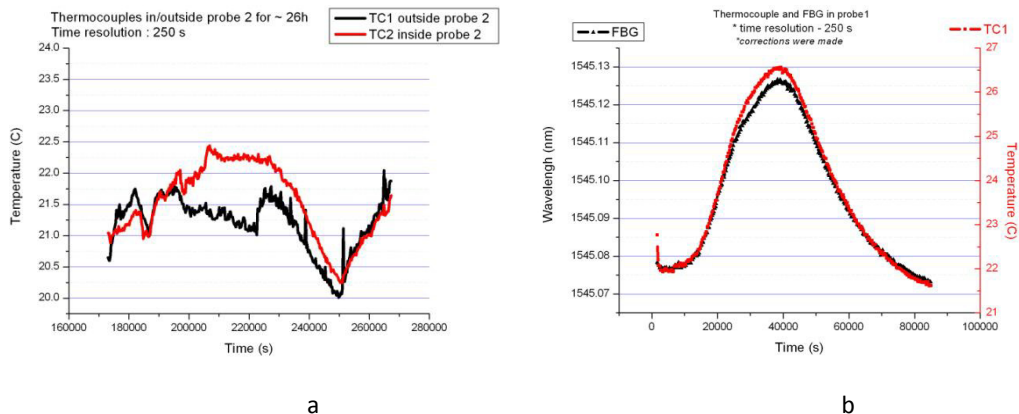


Figura 12. Temperatura ambianta și în interiorul probei de ciment monitorizată cu ajutorul a două termocuple (a); temperatura din interiorul probei de ciment monitorizată cu ajutorul unui termocuple și a unui senzor cu fibra optică (b).

## 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 Deșeurilor 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 un tânăr cercetător din INFLPR (dr. Laura Mihai) a fost invitat să prezinte rezultatele obținute în cadrul proiectului SOCI la întâlnirea de lucru a Acțiunii COST care s-a desfășurat la Padova. Un alt tânăr colaborator al proiectului SOCI (doctorand Andrei Stancălie) a primit premiul al III-lea din partea SPIE Student Chapter pentru o lucrare care raportează rezultatele cercetărilor efectuate în cadrul proiectului. Cei doi au obținut fiecare câte o bursă pentru a urma cursurile Scolii de vară —7th International Summer School – New Frontiers in Optical Technologies" organizată de Optoelectronics Research Centre, Tampere University of Technology, Finlanda august 2013, unde au prezentat câte un poster cu rezultatele investigațiilor pe care le-au realizat în cadrul proiectului SOCI.

Alte aspecte ale cooperării europene se referă la participarea INFLPR în calitate de asociat la un proiect de formare de tineri specialiști (burse tip Marie Curie) pentru realizarea și testarea rețelelor Bragg în fibre optice de plastic. Contribuția INFLPR se referă la încercări la iradiere a acestor senzori (coordonator Aston University, partener în proiectul COST TD1001).

## Diseminarea rezultatelor

Diseminarea rezultatelor proiectului a avut mai multe componente:

- a) actualizarea paginii de web a proiectului ([http://metrology.inflpr.ro/ro/proiect\\_SOC1.htm](http://metrology.inflpr.ro/ro/proiect_SOC1.htm));
- b) publicarea sau transmiterea spre publicare a rezultatelor în reviste internaționale de prestigiu;

- c) depunerea unor cereri de brevete de invenție;
- d) comunicarea rezultatelor la conferințe internaționale;
- e) comunicarea rezultatelor în cadrul comunității proiectului COST Action TD1001.

## Concluzii

*Referitor la noutățile din domeniul studiat, contribuția acestui proiect constă în:*

- evaluarea în premieră a unor fibre optice de UV la iradierea cu fascicule de electroni și radiație gamma;
- realizarea de teste privind modificările induse de iradierea cu particule alfa și deuteroni a unor materiale nanostructurate pe baza de SiO<sub>2</sub>;
- investigații complexe asupra unor senzori extrinseci cu fibre optice testați ca detectori pentru radiația X;
- testarea în premieră on-line a rețeleor tip "long period grating" (LPG) în timpul iradierii cu radiație gamma;
- investigarea posibilei folosiri a fibrelor optice de safir pentru detecția și dozimetria fasciculelor de particule încărcate;
- realizarea unui model experimental pentru evaluarea fasciculelor de electroni prin folosirea senzorilor cu fibră optică;
- teste folosind fibre optice referitoare la modificării temperaturii diferitelor tipuri de ciment folosite pentru realizarea casetelor destinate încapsulării deșeurilor radioactive.

Incheiem prezentul raport cu un citat dintr-un mesaj e-mail primit din partea unui cercetător din Statele Unite ale Americii, care se interesează de cercetările noastre și care lucrează la un laborator național asociat Departamentului Energiei: **"That sounds like very important work and definitely interesting to us. Do you plan to publish your results or will your reports be internal?"** (10 iulie 2013)