



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **240 448 A1**

4(51) G 01 T 1/16

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 T / 279 941 3 (22) 23.08.85 (44) 29.10.86

(71) VEB Filmfabrik Wolfen, Fotochemisches Kombinat, 4440 Wolfen 1, DD
(72) Plaschnick, Dieter, Dipl.-Chem.; Knabe, Günter, Dipl.-Chem.; Ihme, Bernd, Dr.; Dorschner, Helmut, Dr. Dipl.-Ing.; Heger, Adolf, Dr. sc. techn., DD

(54) **Verfahren zur Dosimetrie ionisierender Strahlungsfelder**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Dosimetrie ionisierender Strahlungsfelder mittels analytischer Materialien auf Basis von PETP-Folien, das es ermöglicht, auch den Zeitbereich < 24 h nach der Bestrahlung exakt meßtechnisch zu erfassen. Überraschend konnte festgestellt werden, daß durch Tempern der bestrahlten Meßfolie die sofortige Konstanz der Meßwerte (Änderung der Transmission) erreicht werden kann, die sich sonst erst nach 24 h natürlicher Lagerung einstellt. Als günstig haben sich Tempertemperaturen zwischen 80 und 125°C und Temperzeiten bis 30 Minuten erwiesen.

Erfindungsanspruch:

Verfahren zur Dosimetrie ionisierender Strahlungsfelder mittels analytischer Materialien auf der Basis von Polyethylenterephthalatfolien, **gekennzeichnet dadurch**, daß man die bestrahlten analytischen Materialien bis 30 Min. bei Temperaturen zwischen 80 und 125°C temperiert und danach ihre Dosimetrie in bekannter Weise durchführt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Dosimetrie von Anlagen zur Erzeugung ionisierender Strahlen mittels analytischer Materialien auf der Basis von Polyethylenterephthalat.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

In den letzten Jahren ist ein deutlicher Anstieg der Entwicklung und Anwendung von Elektronenbeschleunigern, Röntgen- und Gammabestrahlungsanlagen festzustellen. In mannigfaltigen Applikationsformen finden diese Anlagen in Produktion und Forschung Anwendung. Die strahlenchemische Behandlung von Produkten unterschiedlicher Spezies bietet auf Grund der deutlichen Qualitätsgewinne, die vielfach ohne schädliche Abprodukte erreicht werden, enorme Vorteile, die außerdem meist nur nach diesem Verfahrensweg erreicht werden können. Die Herausbildung der vorteilhaften Eigenschaften und deren ständige reproduzierbare Einstellung setzt die Kenntnis der Energiedosis und deren Verteilung, bzw. neben dieser Information deren ständige Kontrolle in kontinuierlichen Produktionsprozessen voraus. Kann man heute feststellen, daß die konstruktiven Voraussetzungen von leistungsfähigen Bestrahlungsanlagen geschaffen wurden, also die Verfahrensweise einer modernen Strahlungstechnologie vorliegt, so ist das wichtige Feld der meßtechnischen Probleme, also die zuverlässige Strahlendosimetrie, nur unzulänglich entwickelt.

Bei den wenigen hierzu bekannten Analysenmaterialien werden zumeist unterschiedlichste Polymerfolien verwendet, die auch Farbstoffe beinhalten können (Kaindl, K., u. Graul, E. H., „Strahlenchemie – Grundlagentechnik und Anwendung“ Hüthig-Verlag Heidelberg 1967; Boag, I. W., Radiation Res. 9 [1958], 559). Durch die Einwirkung z. B. von Elektronenstrahlen wird das Farbstoffmolekül zerstört, so daß der Verlust an Farbstoffdichte Aussagen über die Strahlendosis erlaubt (CH-PS 491 394, DD-PS 124 082). Solche Materialien wurden z. B. unter Verwendung des Farbstoffes Dimethoxydiphenyl-bis-azo-8-amino-1-naphthol-5,7-disulfonsäure und des Polymeren Celluloseacetat hergestellt (Faterpaker, S. A., Patnis S. P., Angew. Makromol. Chem. 90 [1980], 69–81).

Die Uneinheitlichkeit der Farbstoffverteilung im Polymeren und die unzureichenden physikalischen Eigenschaften dieser Folien ließen keine breite Anwendung zu. Höhere Strahlendosen konnten nicht vermessen werden, da die hierbei einsetzende Schädigung der Folie zur Unbrauchbarkeit führte.

Weiterhin wurden Celluloseacetatfolien beschrieben, die keine Farbstoffe beinhalten. Ihre Eigenschaften sind so beschaffen, daß sie für höhere Bestrahlungsdosen, z. B. beim Einsatz an Beschleunigern hoher Leistung, nicht befriedigen. So verändern diese Folien deutlich ihre Geometrie, und die Strahlenbelastung zerstört das Polymergefüge, woraus leicht brüchige und damit unbrauchbare Folien resultieren. Diese deutliche Versprödung sollte durch Verwendung von Polyethylenfolien vermieden werden (Grünwald, Th., Rumpf, G., Atompraxis 11 [1965] 2, 95–98; Kügler, I., u. a., Atomenergie 4 [1959] 1, 23).

Aber auch diese Folien sind für sehr hohe Bestrahlungsdosen nicht zu verwenden. Außerdem besitzen diese Folien eine ungenügende Oberflächenhärte, wodurch beim Meßvorgang mechanische Beschädigungen auftreten können. Andere Dosimeterfolien können nicht bei Tageslicht verwendet werden, da sonst eine vorzeitige Zerstörung bzw. Aktivierung des Nachweisagens eintreten würde, eine Handhabungsforderung, die einem universellen Einsatz entgegensteht. Auf dieser Grundlage werden z. B. Dosimeterfolien aus Polyamid hergestellt, die als fargebende Substanz radiochrome Aminotriphenylderivate beinhalten (DD-PS 126 045). Neben den bereits beschriebenen Nachteilen ist eine Anwendung nur im Bereich von 0 bis 300 kGy möglich. Ein weiterer Nachteil der meisten bisher bekannten Folien ist ihre zu hohe Feuchteempfindlichkeit, wodurch durch die ablaufenden Quellprozesse Veränderungen in der Geometrie und damit in der Meßgenauigkeit resultieren.

In der US-PS 3 450 878 ist ein Dosimetrierfahren beschrieben, bei dem die Dosismessung durch Ermittlung von Viskositätsänderungen bestrahlter Polyesterfolien und Vergleich mit einer Eichkurve erfolgt. Nachteilig bei diesem analytischen Element ist der mit der Viskositätsbestimmung verbundene erhebliche Arbeitsaufwand und die mit einem relativ großen Fehler behaftete Viskositätsmessung bestrahlter Polyesterfolien; da unter dem Einfluß energiereicher Strahlung neben dem Kettenabbau des polymeren Grundkörpers die Bildung funktioneller Gruppen stattfindet, die zu inter- bzw. intramolekularen Wechselwirkungen befähigt sind und dadurch den Viskositätswert undefiniert beeinflussen können. Damit ist zur Zeit weltweit der Stand erreicht, daß bei deutlichen Steigerungsraten beim Bau und der Anwendung von Bestrahlungsanlagen hoher Leistung für höhere Bestrahlungsdosen wenig brauchbare Foliendosimeter aus Mangel an geeigneten analytischen Elementen zur Verfügung stehen.

In dem WP G 01 T/265 655 wird ein neues analytisches Material zur Dosimetrie ionisierender Strahlungsfelder vorgeschlagen. Hierbei handelt es sich um Polyethylenterephthalat (PETP)-Folien, die nach einem strengen physikalischen und chemischen Verfahren hergestellt werden. Diese Folien beseitigen die bisher bekannten Nachteile bei der Foliendosimetrie und lösen zunächst damit das bisher bestehende Problem. Allerdings erwies sich als nachteilig, daß die Auswertung dieser Folien erst nach einer Lagerzeit von ca. 20 Stunden konstant erfolgen kann. Für eine schnelle Zugriffszeit stellt dieser Verfahrensweg ein nicht zu lösendes Problem dar.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht in der Schaffung eines Verfahrens zur sofortigen stabilen Auswertung von analytischen Materialien auf der Basis von PETP für die Dosimetrie von Elektronen- und Beta- sowie Röntgen- und Gammastrahlung.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht in der Schaffung der Möglichkeit einer Sofortauswertung von Dosimeterfolien auf der Basis von PETP für die Dosimetrie an Bestrahlungsanlagen, wobei diese Folien über das breite Feld der unterschiedlichsten Energiebeträge bis zu Energiedosen von 2500 kGy anwendbar sein und bei den Meßvorgängen ihre Geometrie, ihre visuelle Transparenz und ihre guten physikalisch-mechanischen Eigenschaften beibehalten sollen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß man in einem Verfahren zur Dosimetrie ionisierender Strahlungsfelder mittels analytischer Materialien auf der Basis von Polyethylenterephthalatfolien die bestrahlten analytischen Materialien bis 30 Min. bei Temperaturen zwischen 80 und 125°C temperiert und danach ihre Dosimetrie in bekannter Weise durchführt.

Als analytisches Material zur Dosimetrie ionisierender Strahlen werden die gemäß WP G 01 T/265 655 hergestellten PETP-Folien eingesetzt. Sie bieten auf Grund ihrer physikalischen und chemischen Parameter, d. h. mit einer Dichte von 1,393 bis 1,397 g/cm³, einer Folienstärke von 99 ± 1 µm, einer Zugfestigkeit von 200 ± 10 N/mm², einer Dehnung von 100 ± 10%, einer Kristallinität von 55 ± 1,5% und einer Thermoschrumpfung ≤ 1,5% das geeignete Material für das erfindungsgemäße Verfahren. Diese nach der Bestrahlung erfolgte Temperaturbehandlung, die vorzugsweise während 5 min bei 120°C erfolgt, ergibt überraschenderweise die Möglichkeit einer sofortigen Auswertung der PETP-Dosimeterfolien. Man erhält somit unmittelbar nach dem Tempern konstante Meßwerte, die sich ohne dieses Verfahren oft erst nach einer Lagerzeit von etwa 24 Stunden einstellen.

Die Vorteile der PETP-Folien bleiben auch nach diesem neuen Verfahren zur Dosimetrie ionisierender Strahlungsfelder erhalten. Diese Folien können in einem Meßbereich von 0 bis 2500 kGy eingesetzt werden, verlieren nicht ihre visuelle Transparenz, und ihre Geometrie bleibt unverändert. Dieser Vorteil der guten Geometriestabilität bleibt auch bei unterschiedlichen Luftfeuchten und Temperaturen erhalten.

Damit gibt es keine wesentlichen einschränkenden Bedingungen bei der Anwendung. Weitere Vorteile liegen in der sehr guten Oberflächenfestigkeit, wodurch ein Verschrappen durch mechanische Einflüsse unterbunden wird. Auch behalten die nach dem strengen technologischen und chemischen Regime hergestellten Folien ihre guten physikalisch-mechanischen Kennwerte weitgehend bei und werden nicht durch die Strahlenbelastung brüchig.

Auswertbar werden sie durch Veränderung ihrer Durchlässigkeit, die vorteilhaft bei 330–340 nm gemessen wird.

Diese Folien sind problemlos archivierbar und zeigen auch nach Monaten unveränderte Meßwerte, ein erheblicher Vorteil bei Produktionsprozessen und Messungen, die über größere Zeiträume verlaufen.

Die Erfindung wird nachstehend anhand von Beispielen näher erläutert.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

Es wird eine Polyethylenterephthalatfolie entsprechend WP G 01 T/265 655 hergestellt, deren physikalische Parameter in Tabelle 1 angegeben sind.

Parameter	Wert
Dichte g/cm ³	1,395
Dicke µm	99
Zugfestigkeit N/mm ²	204,5
Dehnung %	108
Kristallinität %	55,8
Thermoschrumpfung %*	in beiden Richtungen ≤ 0,8

* ermittelt nach 30 min bei 150°C

Beispiel 2

Eine gemäß Beispiel 1 hergestellte PETP-Folie wird entsprechend der Bestrahlungszone eines Elektronenbeschleunigers zugeschnitten, stationär im Strahlungsfeld angeordnet (Bestrahlungszeit 10 s, Elektronenenergie 1 MeV, Meßaufhängerstrom 9,6 µA).

Aus der Folie werden Meßproben geschnitten und der zeitliche Verlauf der Meßfunktion ermittelt. Die Ergebnisse zeigen, daß mit dem erfindungsgemäßen Verfahren eine Sofortauswertung möglich ist und die Werte ausgezeichnet mit denen der gelagerten Proben übereinstimmen. Die bestrahlte Folie ergibt nach einer natürlichen Lagerung von 24 h einen Transmissionswert von 48,8%.

Tabelle 2

Temperatur (°C)	Temperzeit (min)	Transmission (%)
RT (u)	0	70,0
	10	70,0
	20	70,0
	30	70,0
RT (b)	0	31,5
	10	31,5
	20	32,0
	30	32,5
100 (b)	0	31,5
	10	40,8
	20	43,5
	30	48,8
110 (b)	0	31,5
	10	47,2
	20	48,4
	30	48,8
120 (b)	0	31,5
	10	48,8
	20	48,8
	30	48,8

RT = Raumtemperatur $\pm 22^\circ\text{C}$

u = unbestrahlt, Folie nach Beispiel 1

b = bestrahlt

Beispiel 3

Proben des Beispiels 2 werden nach unterschiedlicher Lagerzeit ausgemessen, um den Einfluß der Verweilzeit nach der Bestrahlung zu ermitteln und die Übereinstimmung mit den Werten nach 24 Stunden festzustellen. Man erkennt, daß die Werte der Sofortmessung und der gelagerten Proben gut übereinstimmen und mit zunehmender Lagerzeit die notwendige Temperzeit verkürzt wird. Die Temperatur beträgt stets 120°C .

Tabelle 3

Lagerung nach Bestrahlung (h)	Transmission (%)	Temperzeit (min)
0,5	32,5	0
0,5	48,8	7,5
3,0	43,9	0
3,0	48,8	2
24,0	48,8	0
24,0	48,8	2
24,0	48,8	7,5
240,0	48,8	0
240,0	48,8	2
240,0	48,8	7,5