



Appareillage destiné à l'étude de la thermoluminescence entre 77 K et 773 K

S. Sanzelle, J.-C. Vennat, C. Guillemain

► To cite this version:

S. Sanzelle, J.-C. Vennat, C. Guillemain. Appareillage destiné à l'étude de la thermoluminescence entre 77 K et 773 K. *Revue de Physique Appliquée*, 1975, 10 (6), pp.471-473. 10.1051/rphysap:01975001006047100 . jpa-00243947

HAL Id: jpa-00243947

<https://hal.science/jpa-00243947>

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Classification
Physics Abstracts
0.676

APPAREILLAGE DESTINÉ A L'ÉTUDE DE LA THERMOLUMINESCENCE ENTRE 77 K ET 773 K

S. SANZELLE, J. C. VENNAT et C. GUILLEMAIN

Laboratoire de Physique Corpusculaire de l'Université de Clermont
associé à l'IN2P3 (CNRS), BP 45, 63170 Aubière, France

(Reçu le 16 juin 1975, accepté le 30 juin 1975)

Résumé. — Nous décrivons un appareil permettant l'enregistrement des courbes de thermoluminescence d'échantillons minéraux ou organiques entre 77 K et 773 K avec des vitesses de chauffage pouvant aller jusqu'à 2 K/s. Ce dispositif, bien que conçu pour effectuer des mesures expérimentales de thermoluminescence, peut être utilisé pour des mesures dosimétriques de routine. Il permet l'étude de la thermoluminescence induite par différentes radiations ionisantes telles que le rayonnement gamma, les particules α , β et les ions lourds.

Abstract. — We describe an apparatus used for the recording of thermoluminescence glow curves of various organic and inorganic samples, operating in the 77 K-773 K temperature range. The aim of this apparatus is to provide experimental data in the field of thermoluminescence. It may be used also as a routine equipment for radiation dosimetry. A heating rate of up to 2 K/s can be achieved. Thermoluminescence from samples irradiated by γ -rays, α and β particles or heavy ions can be studied.

1. Introduction. — Dans un article de synthèse, F. Kieffer et M. Magat [1] ont étudié les principaux résultats de thermoluminescence des composés organiques. Les pics de luminescence (glow-peaks) observés sont généralement situés entre 77 K et 300 K. I. Boustead et A. Charlesby [2] confirment ce domaine de température dans le cas du polyéthylène.

Pour les composés minéraux, D. W. Zimmerman [3] cite la présence de pics entre 300 K et 773 K.

G. N. Kenessy *et al.* [4] et P. Keller *et al.* [5] ont conçu des dispositifs dans les domaines de températures précités, mais à notre connaissance il n'en existe aucun fonctionnant de 77 K à 773 K. Il nous a semblé intéressant de pouvoir étudier les polymères et les minéraux dans ce domaine de température.

2. Appareillage. — **2.1 CONDITIONS EXIGÉES.** — L'étude des composés organiques nécessite leur irradiation à basse température. On devrait donc transporter l'échantillon irradié jusqu'au lecteur en le maintenant à basse température, ce transfert doit de plus être opéré à l'abri de la lumière ambiante. Ces manipulations délicates peuvent être évitées en effectuant les irradiations dans une chambre d'expérimentation étanche à la lumière, comportant le système de lecture.

— Ces irradiations seront effectuées sous air ou sous vide, soit par sources radioactives soit par faisceau d'ions lourds.

— Les montées en température doivent être linéaires et parfaitement reproductibles.

— Les vitesses de chauffage doivent être facilement adaptées au rendement de thermoluminescence des différents échantillons.

— Le détecteur de lumière devra être protégé du rayonnement thermique induit par le four.

2.2 DESCRIPTION. — Le dispositif expérimental dont le schéma de principe est donné (Fig. 1) comprend six parties essentielles :

- une chambre d'expérimentation,
- un dispositif d'irradiation,
- un porte-échantillon,
- un ensemble électronique de programmation et de régulation de la température de l'échantillon,
- un détecteur de lumière,
- un système d'enregistrement des courbes de thermoluminescence.

2.2.1 Chambre d'expérimentation. — Il s'agit d'un prisme hexagonal étanche au vide et à la lumière. Il est

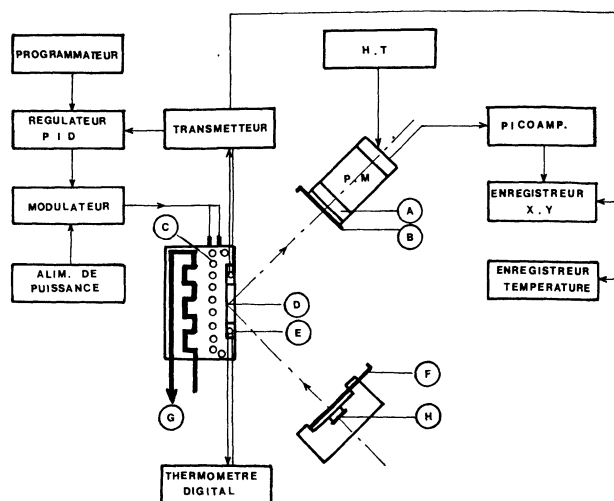


FIG. 1. — Schéma de principe du dispositif expérimental : A : Guide de quartz, B : Vanne optique, C : Résistance chauffante, D : Echantillon, E : Thermosonde, F : Obturateur, G : Circulation d'azote liquide, H : Source radioactive.

raccordé à un banc de pompage permettant d'obtenir un vide de 10^{-6} torr. Le porte-échantillon est placé au centre de ce prisme et peut tourner autour de l'axe vertical de façon à amener l'échantillon, face au dispositif d'irradiation, ou face au détecteur de lumière. Certaines faces du prisme ont été aménagées pour une fonction déterminée : introduction des échantillons, entrée de gaz, mesure du vide.

2.2.2 Dispositif d'irradiation. — Il a été conçu pour irradier sous air ou sous vide. Sur ce dispositif différentes sources radioactives (α , β , γ , fragments de fission du ^{252}Cf) peuvent être fixées. La distance source-échantillon est réglable et un obturateur commandé de l'extérieur de l'enceinte permet d'interrompre l'irradiation en cours. Cet ensemble peut être retiré de l'enceinte et isolé dans un sas fixé par l'intermédiaire d'une vanne à vide sur l'une des faces du prisme. Lors d'une irradiation par faisceau d'ions lourds, il suffit de retirer ce dispositif et d'établir la jonction entre le tube de sortie de l'accélérateur et la vanne à vide.

2.2.3 Constitution du porte-échantillon (Fig. 2). — Une résistance chauffante *Thermocoax* (type 1 ZEZ Ac15) enroulée en spirale est serrée entre deux disques épais en cuivre. Dans l'un d'eux, on a réalisé une chicane qui permet de faire circuler de l'azote liquide pour obtenir les conditions de basse température.

Afin de réduire les pertes par conduction thermique, la partie arrière du porte-échantillon, ainsi que les tubes d'arrivée et de sortie de l'azote liquide sont placés dans une enceinte en acier inoxydable de faible épaisseur, dans laquelle on réalise un vide de 10^{-2} torr.

Un anneau d'argent de 3 mm d'épaisseur permet de plaquer les feuilles de polymère contre la face avant du disque en cuivre. Pour des échantillons de fluorure de calcium (TLD 200 Harshaw) nous avons réalisé un disque en argent comportant une cavité aux dimensions de l'échantillon.

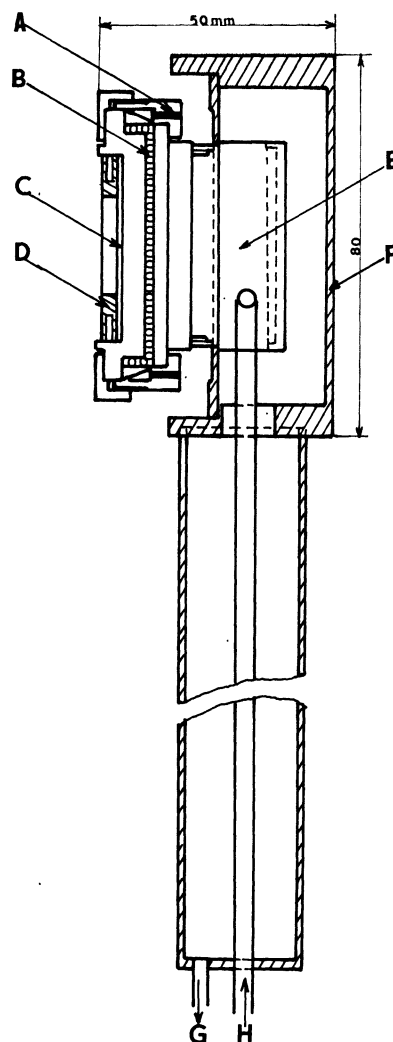


FIG. 2. — Schéma porte-échantillon : A : Vis de serrage, B : Résistance chauffante, C : Echantillon, D : Anneau en argent, E : Disque en cuivre parcouru par l'azote liquide, F : Enceinte en acier inoxydable, G : Prise de vide pour l'isolation thermique du porte-échantillon, H : Entrée et sortie d'azote liquide.

Deux thermosondes à résistance de platine ($100\ \Omega$ à 0°C) sont logées dans le disque ou l'anneau en argent et permettent d'une part, d'obtenir une lecture digitalisée de la température, d'autre part, d'effectuer le pilotage de la chaîne électronique de programmation de température.

2.2.4 Ensemble électronique de programmation et de régulation de température. — Nous avons choisi un mode de contrôle électronique afin d'obtenir une grande souplesse d'utilisation. En effet, le programme peut être adapté instantanément à l'échantillon mesuré, et au type de disque en argent utilisé. Il comprend :

2.2.4.1. — Un transmetteur (type TE 03 LRF) qui convertit une variation de la valeur de la résistance de la thermosonde de platine en un courant standard 4-20 mA.

2.2.4.2. — Un régulateur (type RE 01 PID) qui compare le signal de mesure provenant du transmet-

teur à un signal de consigne venant d'un programmeur. En fonction de cet écart mesure-consigne, il délivre un signal de sortie (signal de commande) agissant sur le modulateur de puissance de façon à amener l'écart à zéro. Pour assurer une bonne régulation, il est équipé de trois actions réglables : l'action proportionnelle qui fournit une réponse proportionnelle à l'écart mesure-consigne ; l'action intégrale qui compense les variations de charge de l'installation et l'action dérivée qui agit sur le signal de mesure en permettant d'anticiper la correction au moment des phénomènes transitoires.

2.2.4.3. — Un programmeur électronique (type PE 01), qui est un générateur de consigne permettant le contrôle permanent de sa valeur suivant une loi prédéterminée. La loi de variation de la consigne comporte trois phases distinctes : montée, palier, descente. La montée et la descente sont linéaires et leur pente est réglable, l'amplitude du palier et sa durée peuvent être ajustées. Les temps de montée, palier et descente, sont réglables indépendamment les uns des autres entre 6 min et 100 h.

2.2.4.4. — Un modulateur de puissance à thyristor destiné à faire varier la tension d'alimentation de la résistance chauffante proportionnellement au signal de commande fourni par le régulateur.

2.2.5 *Détecteur de lumière*. — Il s'agit d'un photomultiplicateur (56 AVP Radiotechnique) dont la réponse spectrale de la photocathode est de type S11. Il est placé dans un boîtier ajusté sur l'une des faces de la chambre d'expérimentation. Une vanne optique protège la photocathode lorsque la chambre est ouverte pour l'introduction des échantillons et un filtre anticalorique placé immédiatement après cette vanne diminue le rayonnement thermique vu par le photomultiplicateur lors du chauffage des échantillons.

2.2.6 *Enregistrement des courbes de thermoluminescence*. — Le signal continu délivré par le photomultiplicateur est envoyé sur un picoampèremètre

donnant une lecture directe du courant d'anode. Ce picoampèremètre possède une sortie enregistreur et un décalage de zéro permet d'éliminer le courant d'obscurité du photomultiplicateur. Le signal délivré est envoyé après amplification sur la voie y d'une table traçante, tandis que sur la voie x est envoyé un signal issu du transmetteur et proportionnel à la température. Nous obtenons ainsi directement le tracé des courbes de thermoluminescence.

3. **Fonctionnement** [6]. — Pour amener le porte-échantillon de 773 K à 77 K, 10 min sont nécessaires. Les vitesses de chauffage sont réglables de 0 à 2 K/s, les montées de température obtenues sont linéaires à mieux que 1 %, et sont reproductibles à 1 % près. (Ces valeurs ont été vérifiées pour une vitesse de chauffage typique de 1 K/s.)

Pour vérifier le bon fonctionnement de notre appareillage [7] de nombreux essais ont été effectués sur le fluorure de calcium dopé au dysprosium (TLD 200 Harshaw). En particulier, pour un cristal ayant reçu une dose de 7 krads en électrons issus d'une source de strontium 90 de 3 millicuries, on constate la présence de quatre pics aux températures suivantes : 397, 420, 496, 533 K, la vitesse de chauffage étant de 1 K/s. Cependant, un décalage est observé entre les températures d'apparition des pics de thermoluminescence mesurées et les températures réelles, celui-ci est dû aux contacts thermiques qui ne peuvent être parfaits entre porte-échantillon et échantillon d'une part, et entre porte-échantillon et thermosonde d'autre part. C'est ainsi que la température du porte-échantillon est en avance de 15 K sur l'échantillon pour les pics situés dans un domaine de 500 à 550 K et pour un taux de chauffage de 1 K/s.

Dans le domaine des basses températures, nous avons pu mettre en évidence la présence de deux pics à 137 K et 163 K dans le polyimide (kapton) irradié à 77 K et ayant reçu une dose de 40 krads en électrons du ^{90}Sr .

Bibliographie

- [1] KIEFFER, F., MAGAT, M., *Actions Chimiques et Biologiques des Radiations* (Masson et Cie, Paris), 14^e série, 1970, pp. 135-189.
- [2] BOUSTEAD, I., CHARLESBY, A., *Proc. R. Soc.*, A 316 (1970) 291-302.
- [3] ZIMMERMAN, D. W., *Rad. Eff.* 14 (1970) 81-92.
- [4] KENESSY, G. N., CAMERON, C. R., ZIMMERMAN, D. W., *Rev. Sci. Instrum.* 34 (1963) 769-771.
- [5] KELLER, P., LAPRAZ, D., IACCONI, P., *Modern Geology* 2 (1971) 71-74.
- [6] VENNAT, J. C., Thèse de 3^e cycle, Université de Clermont (1973).
- [7] GUILLEMAIN, C., Thèse de 3^e cycle, Université de Clermont (1974).