

ЛЮМІНЕСЦЕНТНІ ВЛАСТИВОСТІ ПОЛІКРИСТАЛІВ $\text{Li}_2\text{V}_4\text{O}_7:\text{Cu}$, ОТРИМАНИХ ПРИ МАЛІЙ ТРИВАЛОСТІ ВІДПАЛУ СКЛА

В.М.Марунчак

Інститут електронної фізики НАН України
вул. Університетська, 21, Ужгород, 88016
e-mail: ier@ier.uzhgorod.ua

Наведено результати досліджень інтегральних термостимульованої люмінесценції (ТСЛ) та рентгенолюмінесценції (РЛ) двох партій полікристалів $\text{Li}_2\text{V}_4\text{O}_7:\text{Cu}$ (без відхилень від стехіометрії та з надлишком 3,0 мол.% V_2O_3), отриманих відпалом скла від 10 до 2000 с. Виявлено, що при заданих режимах збудження ТСЛ скла на рівні фону, а для полікристалів обох партій спостерігаються три максимуми. Встановлено, що збільшення тривалості відпалу $\text{Li}_2\text{V}_4\text{O}_7:\text{Cu}$ веде до зростання інтенсивності всіх трьох максимумів, а для зразків з надлишком V_2O_3 інтенсивність збільшується лише у високотемпературних максимумів.

Вступ

Однією з перспективних матриць для виготовлення термолюмінесцентних дозиметрів є тетраборат літію ($\text{Li}_2\text{V}_4\text{O}_7$, ТБЛ) [1]. На даний час проведено дослідження термостимульованої люмінесценції (ТСЛ) полікристалів тетраборату літію, легованих марганцем, міддю, сріблом, тербієм та деякими комбінаціями цих елементів і виявлено, що від типу та концентрації домішки суттєво змінюється інтенсивність і форма кривої ТСЛ [2–5]. Найкращі дозиметричні характеристики отримано при легуванні $\text{Li}_2\text{V}_4\text{O}_7$ міддю [1–3, 5]. Цей матеріал характеризується тканиноеквівалентністю (дуже рідкісна властивість серед неорганічних матеріалів, що використовуються в дозиметрії), високою радіаційною стійкістю, лінійною дозовою залежністю та широким діапазоном робочих доз [1].

Результати раніше проведених нами досліджень показали, що люмінесцентні властивості $\text{Li}_2\text{V}_4\text{O}_7:\text{Cu}$ значною мірою залежать від фазового стану (полікристал чи монокристал), а також відхилень від стехіометричного складу в бік Li_2O або

V_2O_3 [6, 7]. В наших попередніх роботах встановлено, що з відхиленням в бік V_2O_3 інтенсивність термостимульованої люмінесценції та рентгенолюмінесценції (РЛ) підвищується, а також знайдено оптимальні концентрації міді (0,1–0,3 мол.%) та надлишку V_2O_3 (3,0 мол.%), при яких інтенсивність дозиметричного максимуму найвища [6, 8].

Водночас у літературних джерелах не наводиться інформації про вивчення впливу режимів відпалу на люмінесценцію полікристалів $\text{Li}_2\text{V}_4\text{O}_7:\text{Cu}$, тому дослідження ТСЛ полікристалів $\text{Li}_2\text{V}_4\text{O}_7:\text{Cu}$, отриманих при різній тривалості відпалу скла становлять значний інтерес.

Умови проведення експерименту

Вихідну шихту одержували сплавленням необхідної кількості високочистих Li_2CO_3 , V_2O_3 та CuO в платинових тиглях на повітрі. Методом гартування в режимі виключеної печі були виготовлені дві партії стекол легованого міддю (0,3 мол. % CuO) тетраборату літію, причому одна партія – без відхилення від

стехіометрії, а друга – з надлишком 3,0 мол. % B_2O_3 . Розмір досліджуваних зразків становив $5 \times 5 \times 1$ мм³. Для отримання полікристалів проводився відпал при температурі ~ 670°C протягом різного часу (від 10 до 7200 с).

Вимірювання ТСЛ полікристалів здійснювали на раніше розробленій автоматизованій установці, детальний опис та програмне забезпечення якої представлено в роботі [9]. Для опромінення зразків використовувалась рентгенівська трубка з мідним антикатодом, через яку протікав струм 20 мА при напрузі 20 кВ, час опромінення становив 100 с. Інтегральна інтенсивність люмінесценції реєструвалась методом лічби фотонів за допомогою фотоелектронного помножувача ФЭУ-106. Керування процесом вимірювань від IBM PC дало змогу проводити нагрівання зразків, яке здійснювалось в межах від кімнатної температури до 450°C із швидкістю лінійного нагріву $\beta = 2,90$ К/с, досягти високої відтворюваності температурних режимів та широкого динамічного діапазону реєстрації інтенсивності. Одержані результати записувались у файли, а далі проводилась математична обробка, яка полягала у згладжуванні кривих за стандартною методикою і усередненні по чотирьох незалежних вимірах.

Результати досліджень та їх обговорення

Типові криві інтегральної ТСЛ для полікристалів обох партій представлено на рис. 1. Як слідує з наведених залежностей, криві містять три максимуми – низькотемпературний (100–130°C), середньотемпературний (195–200°C) та високотемпературний (235–240°C), які позначені відповідно А, В та С. У зразків з надлишком B_2O_3 інтенсивність усіх трьох максимумів вища в порівнянні зі стехіометричними, що добре узгоджується з результатами [6], причому інтенсивність максимумів А і В зростає приблизно в 1,4 рази, а максимуму С – в 2,3 рази. Для низькотемпературних максимумів харак-

терною є значна втрата інтенсивності з часом навіть при кімнатній температурі. Це зумовлено тим, що час життя носіїв заряду на відповідних локальних рівнях прилипання значно менший у порівнянні з середньо- та високотемпературними максимумами [10], які відіграють основну роль для термолюмінесцентної дозиметрії [1]. Слід зазначити, що при вказаних режимах опромінення термолюмінесценція склоподібних зразків обох партій була на рівні фону.

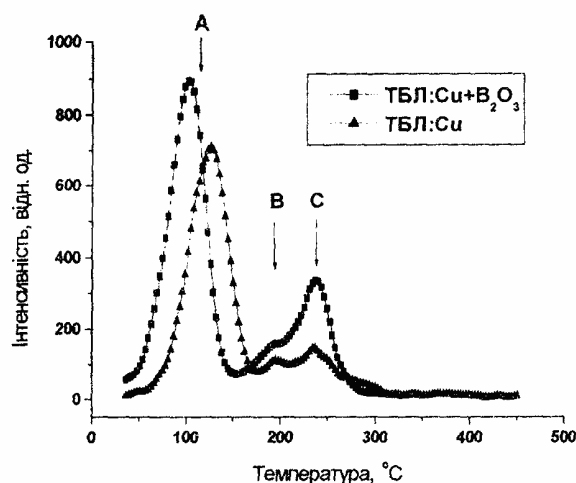


Рис.1. Типові криві інтегральної ТСЛ полікристалів ТБЛ:Cu без відхилень від стехіометрії та з надлишком 3,0 мол. % B_2O_3

Отримані залежності інтенсивності максимумів ТСЛ стехіометричних полікристалів від часу відпалу наведено на рис. 2. Із збільшенням тривалості відпалу інтенсивність усіх трьох максимумів зростає. Цікавою особливістю є те, що стрімкий ріст інтенсивності ТСЛ спостерігається при переході зразків від склоподібного до полікристалічного стану (10–20 с відпалу), що може бути пов'язано з утворенням великої кількості дефектів на границях кристалічних зерен, а також між кристалічними зернами та склоподібною фазою. Збільшення часу відпалу до 1800 с приводить до меншого приросту інтенсивності, що можна пояснити подальшим переходом склоподібною фази в полікристалічну, а на ділянці 1800–7200 с змін інтенсивностей макси-

мумів не спостерігалось, що свідчить про завершення процесу кристалізації зразків.

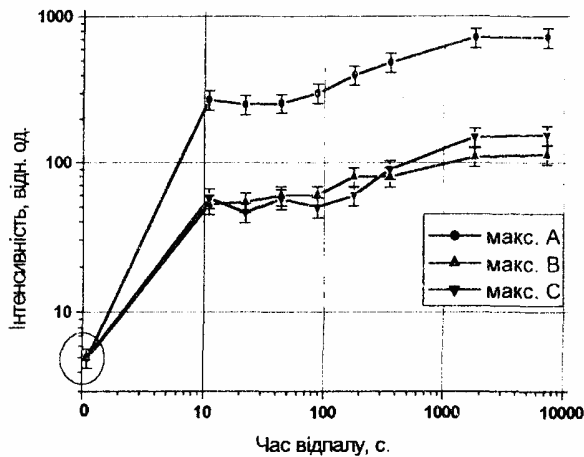


Рис. 2. Залежність інтенсивності максимумів інтегральної ТСЛ від тривалості відпалу полікристалів ТБЛ:Cu.

Залежності інтегральної ТСЛ від часу відпалу для партії полікристалів з надлишком V_2O_3 показано на рис. 3. Отримані криві мають подібний до попереднього випадку характер, однак із збільшенням тривалості відпалу до 2 годин спостерігається зменшення інтенсивності низькотемпературного максимуму, а інтенсивність середньотемпературного та високотемпературного максимумів зростає.

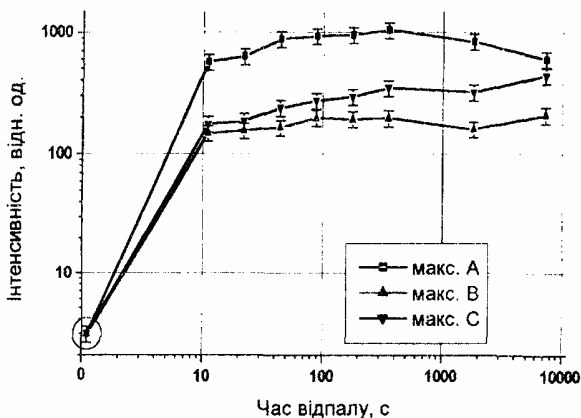


Рис. 3. Залежність інтенсивності максимумів інтегральної ТСЛ від тривалості відпалу полікристалів ТБЛ:Cu з надлишком 3,0 мол. % V_2O_3 .

Результати досліджень інтегральної рентгенолюмінесценції наведено на рис. 4. Слід відзначити, що при вказаних режимах збудження вдалося зареєструвати РЛ стекло обох технологічних партій. Інтенсивність РЛ для стекло і полікристалів з надлишком V_2O_3 майже на порядок вища по відношенню до стехіометричних зразків. Цікаво, що зміна інтенсивності РЛ при переході скло-полікристал значно менша, ніж зміна інтенсивностей ТСЛ. При збільшенні тривалості відпалу інтенсивність РЛ для зразків обох партій зростала.

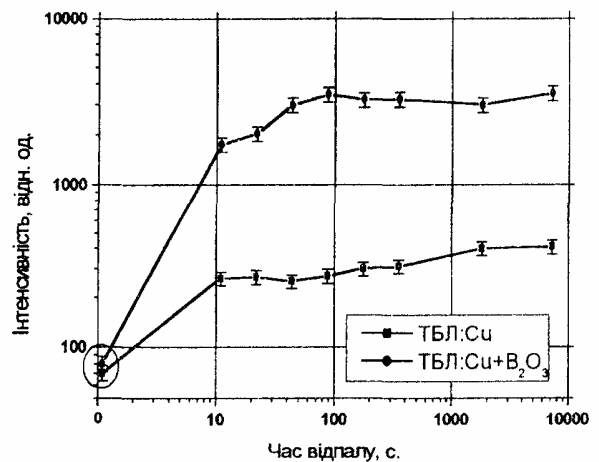


Рис. 4. Залежність інтенсивності РЛ від тривалості відпалу полікристалів обох технологічних партій.

Таким чином, оскільки зі збільшенням тривалості відпалу в межах вказаного інтервалу інтенсивність ТСЛ та РЛ для обох партій полікристалів зростає, доцільним є проведення аналогічних експериментів при значно більшій тривалості та вищих температурах з метою встановлення оптимальних режимів відпалу, а також досліджень мікроструктури та фазового складу полікристалічних зразків.

Автор виражає подяку Б.М.Гунді та В.М.Головею за допомогу в проведенні експерименту та участь у обговоренні результатів.

Роботу виконано при підтримці УНТЦ (проект № 2172).

Література

1. S. W. S. McKeever, M. Moscovitch, P.D. Townsend, *Thermoluminescence dosimetry materials: properties and uses* (Nuclear Technology Publishing, Ashford, 1995).
2. Т.И.Гимадова, И.Б.Кеирим-Маркус, Г.П.Лукьянова, в: *Люминесцентные приемники и преобразователи ионизирующего излучения*, (Наука, Новосибирск, 1985), с. 41.
3. J.K.Srivastava, S.J.Supe, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **22**, 1537 (1989).
4. A.S Pradhan, *Radiat. Prot. Dosim.* **3**, 153 (1981).
5. S.Lorain, J.P.David, R.Visocekas, G.Marinello, *Rad. Prot. Dos.* **17**, 385 (1986).
6. Б.М.Гунда. *Автореф. дис... канд. фіз.-мат. наук.* (Ужгород. 2000).
7. В.М.Головей, І.І.Турок, П.П.Пуга, *Патент України № 36340А* Бюл. **3**. (2001).
8. Б.М.Гунда, П.П.Пуга, А.М.Соломон, В.М.Головей, *Наук. вісник Ужг. унів. Сер. Фіз.* **4**, 127 (1999).
9. Б.М.Гунда, *Наук. вісник Ужг. унів. Сер. Фіз.* **5**, 198 (1999).
10. Б.М.Гунда, *Доповіді Національної академії наук України.* **11**, 88 (1999).

LUMINESCENT PROPERTIES OF $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}$ POLYCRYSTALS OBTAINED AT SHORT DURATION OF THE GLASS ANNEALING

V.M.Marunchak

Institute of Electron Physics, Ukr. Nat. Acad. Sci.,
Universytetska St. 21, Uzhhorod, 88000
e-mail: iep@iep.uzhgorod.ua

The results of integrated thermostimulated luminescence (TSL) and X-ray luminescence (XL) of two batches of $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}$ polycrystals (without deviations from stoichiometry and with the 3.0 mol. % excess of B_2O_3), obtained by the glass annealing during from 10 to 2000 s. At the given modes of excitation the TSL of the glass is shown to be at the background level, while for the polycrystals of both batches three maxima are observed. the increase of Встановлено, що збільшення тривалості відпалу $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}$ annealing duration results in the increase of intensity of the three maxima, while for the samples with excessive B_2O_3 the intensity increased only for the high-temperature maxima.