



РЕСПУБЛИКА КАЗАХСТАН

(19) KZ (13) B (11) 34978

(51) G01T 1/00 (2006.01)

C09K 11/00 (2006.01)

МИНИСТЕРСТВО ЮСТИЦИИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21) 2020/0114.1

(22) 19.02.2020

(45) 02.04.2021, бюл. №13

(72) Шункеев Куанышбек Шункеевич (KZ); Мясникова Людмила Николаевна (KZ); Сагимбаева Шынар Жанузаковна (KZ); Убаев Жигер Картбаевич (KZ); Герман Андрей Евгеньевич (BY); Лицкевич Артур Юрьевич (BY)

(73) Шункеев Куанышбек Шункеевич (KZ)

(56) Георгиев Г. П., Зирап В.Э. Перенос заряда и излучательная рекомбинация в кристаллах NaCl, Электронные процессы и дефекты в ионных кристаллах: Сборник научных трудов /Отв. ред. И. Тале. - Рига: ЛГУ им. П. Стучки. 1985. Стр. 3-22

KZ 14383 A, 05.05.2004

RU 2570107 C1, 10.12.2015

US 522348 A, 21.12.1993

(54) СПОСОБ РЕГИСТРАЦИИ СПЕКТРОВ
ТЕРМОСТИМУЛИРОВАННОЙ
ЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ

ЩЕЛОЧНОГАЛОИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ

(57) Изобретение относится к физике конденсированного состояния и люминесцентного

материаловедения, и может быть использовано для разработки сцинтилляционных и дозиметрических материалов, основанное на рекомбинационной люминесценции радиационных дефектов щелочногалоидных кристаллов.

Способ реализуется в следующей последовательности: кристалл охлаждается до низких температур (100 К) и при этой фиксированной температуре длительное время (60 мин.) облучается рентгеновской радиацией для накопления достаточной концентрации противоположно заряженных радиационных дефектов. После прекращения облучения, кристалл нагревается с постоянной скоростью (0,15 град/с) до температуры разрушения радиационных дефектов (400 К).

В результате происходит рекомбинационная люминесценция радиационных дефектов, которая регистрируется в широком диапазоне спектра (1,8÷5,3 эВ) в момент ее разгорания путем быстрого сканирования (50 нм/с) при минимальном изменении температуры (0,9 К) образца.

(19) KZ (13) B (11) 34978

Область техники, к которой относится изобретение.

Изобретение относится к физике конденсированного состояния и люминесцентному материаловедению, и может быть использовано для разработки сцинтилляционных и дозиметрических материалов, основанных на рекомбинационной люминесценции радиационных дефектов щелочногалоидных кристаллов.

Уровень техники.

Известен способ определения годности сцинтилляционного материала на основе кристаллов NaI-Tl (SU 1402108 A1, 08.04.1986) основанный на предварительно построенной зависимости интенсивности пиков термостимулированной люминесценции от содержания таллия и йодат-ионов. Однако в указанном способе не продемонстрирован спектральный состав радиационных дефектов путем измерения спектров термостимулированной люминесценции.

Известен способ обработки вещества твердотельного детектора ионизирующих излучений на основе оксида алюминия (RU 2229145 C1, 20.05.2004), основанный на нагреве вещества детектора до температуры 300-350°C и облучение материала детектора в нагретом состоянии в этом интервале температур ультрафиолетовым излучением мощностью 1-10 мВт в диапазоне волн 200-220 нм в течение 1-10 мин. Однако в предлагаемом способе в качестве ионизирующего излучения используется только ультрафиолетовое излучение.

Известен способ термолучевой подготовки к экспозиции термолюминесцентных детекторов ионизирующих излучений на основе оксида алюминия (RU 2288485 C1, 27.11.2006), включающий облучение детекторов при комнатной температуре оптическим излучением мощностью 1-15 мВт в диапазоне длин волн 420-570 нм в течение 5-35 мин, дальнейшим нагревом до температуры 300-320°C и выдержкой при этой температуре 1-2 мин. Однако, область работы начинается только с комнатной температуры, в то время как в нашем способе, температурный интервал начинается от 100 К.

Известно применение оксинитрида алюминия, активированного трехвалентными ионами церия с концентрацией 0,05-0,2 ат. % - $Al_3O_6N:Ce^{3+}$ в качестве рабочего вещества для термолюминесцентной дозиметрии рентгеновского и гамма-излучения (RU 2656022 C1, 30.05.2018). Однако его рабочий температурный диапазон варьируется от 0°C до 250°C.

Известен способ измерения высокого давления (SU 1315838 A1, 07.06.1987), в котором в качестве чувствительного элемента используют монокристалл LiF. После воздействия измеряемого давления его облучают гамма квантами с энергией 0,1-10 МэВ и мощностью дозы не более 10 Гр/с, а затем нагревают и измеряют интенсивность люминесценции при нагреве, причем определяют соотношение интенсивности пиков люминесценции в интервалах температур 340-350 К и 395-405 К, а

затем по соответствующей градуировочной зависимости определяют величину давления. Однако, температурный диапазон измерения составляет всего лишь 300-550 К.

Известен способ усиления люминесценции кристалла KCl путем активирования легкими катионами Na (KZ (13) В (11) 33327, 07.12.2018, бюл. №46), в котором понижение симметрии решетки кристалла KCl легкими катионами натрия (Na) приводит к сборке электронных возбуждений за счет чего усиливается люминесценция кристалла KCl-Na. Однако, изменения термостимулированной люминесценции не регистрировали.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ усиления собственной люминесценции щелочногалоидных кристаллов (предпатент (19) KZ (13) A(11) 14383, 05.05.2004, бюл. №5). Указанный способ уникален в том, что применяется низкотемпературная одноосная деформация щелочногалоидных кристаллов, в результате которой регистрируется усиление люминесценции. Низкотемпературная деформация кристаллов способствует к более эффективной автолокализации электронных возбуждений с их излучательной релаксацией. В связи с тем, что собственная люминесценция щелочногалоидных кристаллов при комнатной температуре (300 К) потушена, то и описанный эффект регистрируется только при низких температурах (100 К).

Однако, все перечисленные аналоги изобретения не рассматривают возможности регистрации спектрального состава при фиксированной температуре максимума термостимулированной люминесценции при воздействии низкотемпературной деформации.

Предлагаемый способ регистрации спектров термостимулированной люминесценции щелочногалоидных кристаллов отличается тем, что спектральный состав люминесценции образца измеряется в узком интервале температур (5÷10К), соответствующей температуре делокализации радиационных дефектов.

Сущность изобретения.

Целью изобретения является разработка способа регистрации спектров в пиках термостимулированной люминесценции щелочногалоидных кристаллов за время разгорания, обусловленные рекомбинацией подвижных радиационных дефектов в интервале температур - (100÷400 К).

Техническим результатом, достигаемым в данном изобретении, является реализация способа разложения на спектральные составляющие в пиках термостимулированной люминесценции кристаллов в широком интервале температур (100÷400 К) за время разгорания, интенсивность которого изменяется в узком интервале температур (5÷10 К). На максимуме пика термостимулированной люминесценции ее максимальная интенсивность за короткое время становится почти постоянной величиной (не зависимой от температуры), и создается благоприятная ситуация для регистрации

ее спектра. Максимальная скорость сканирования аппаратуры (50 нм/с) позволяет при минимальном изменении температуры (0,9 К) образца регистрировать спектр в пиках термостимулированной люминесценции в интервале 300 нм (например, от 200 нм до 500 нм) за 6 секунд. При сужении интервала регистрируемой области спектра до 100 нм сканирование осуществляется за 2 секунды, что соответствует изменению температуры кристалла на 0,3 К.

Экспериментально установлено, что время разгорания одного пика термостимулированной люминесценции щелочногалоидных кристаллов в зависимости от полуширины полосы по температуре 5 К и 10 К составляют 33 и 66 секунд, соответственно.

За время разгорания одного пика термостимулированной люминесценции кристалла аппаратура успевает многократно сканировать задаваемую область спектра (от 6 до 10 раз), так как сканирование осуществляется в двух направлениях без «мертвого времени».

Термостимулированная люминесценция щелочногалоидных кристаллов регистрировалась в режиме счета фотонов фотоэлектронным умножителем типа Н 8259 фирмы «Hamamatsu» (Япония). Контроллеры монохроматора МСД-2 и медь-константановой термопары построены на базе высокопроизводительных 32-битных микропроцессоров семейства STM32 с ядром Cortex-M архитектуры ARM производства STMicroelectronics (Швейцария). Автоматизированное сканирование термостимулированной люминесценции кристаллов с заданными параметрами осуществляется с помощью программы ThermoSCAN, а спектры в пиках термостимулированной люминесценции - SpectraSCAN. Скорость линейного нагрева образца от 100 К до 400 К составляла 0,15 град/с.

Сущность изобретения заключается в регистрации спектров (1,8-5,3 эВ) в пиках термостимулированной люминесценции щелочногалоидных кристаллов в широком интервале температур (100-400 К) при нагреве с постоянной скоростью (0,15 град/с) после облучения рентгеновскими лучами при 100 К.

Физическая суть термостимулированной люминесценции щелочногалоидных кристаллов заключается в том, что в процессе нагрева кристалла, предварительно облученного рентгеновской радиацией при низких температурах (100 К), появляется излучение, обусловленное рекомбинацией радиационных дефектов, интенсивность которого зависит от температуры.

На фиг.1 представлена кривая термостимулированной люминесценции кристалла NaCl после облучения рентгеновскими лучами при температуре 100 К в течение 60 минут от установки РУП-120 (рентгеновская трубка - W, 3 мА, 100 кВ) в металлическом криостате в условиях высокого технического вакуума (10^{-4} Торр).

Зарегистрированы пики термостимулированной люминесценции кристалла NaCl, имеющие

максимумы при температурах 115 К (1), 125 К(2), 165 К(3), 200 К(4) и 260 К(5) (Фиг.1).

Спектральный состав зарегистрированных пиков термостимулированной люминесценции кристалла NaCl представлены на фиг.2. Кривая 1 соответствует пику термостимулированной люминесценции с максимумом при 115 К. Кривая 2 соответствует пику термостимулированной люминесценции с максимумом при 125 К, 3 - пику термостимулированной люминесценции с максимумом при 165 К, 4 - пику термостимулированной люминесценции с максимумом при 200 К, 5 - пику термостимулированной люминесценции с максимумом при 260 К(5).

При термической ионизации F⁺-центров (115 К и 125 К) за счет рекомбинаций высвобождающихся электронов с локализованными дырочными центрами формируются экситоноподобные возбуждения в поле легкого лития (e⁻+V_K)Li и их излучательная релаксация заканчивается излучениями с максимумами при 2,72 эВ и 2,69 эВ, соответственно (кривые 1 и 2, Фиг.2).

Термическая ионизация V_K- центров (165 К) и рекомбинация подвижных дырок с электронными F-центрами сопровождается излучением аналогичным люминесценции автолокализованного экситона, как в регулярных узлах решетки с максимумом при 3,4 эВ, так и в поле вакансионных нарушений с неразрешенными полосами излучения с максимумами около 2,9 и 4,0 эВ (кривая 3, Фиг.2).

Рекомбинация подвижных V_F- центров (200 К) с электронными F-центрами сопровождается излучением с максимумом при 4,0 эВ (кривая 4, Фиг.2) аналогично люминесценции автолокализованного экситона в поле дивакансий.

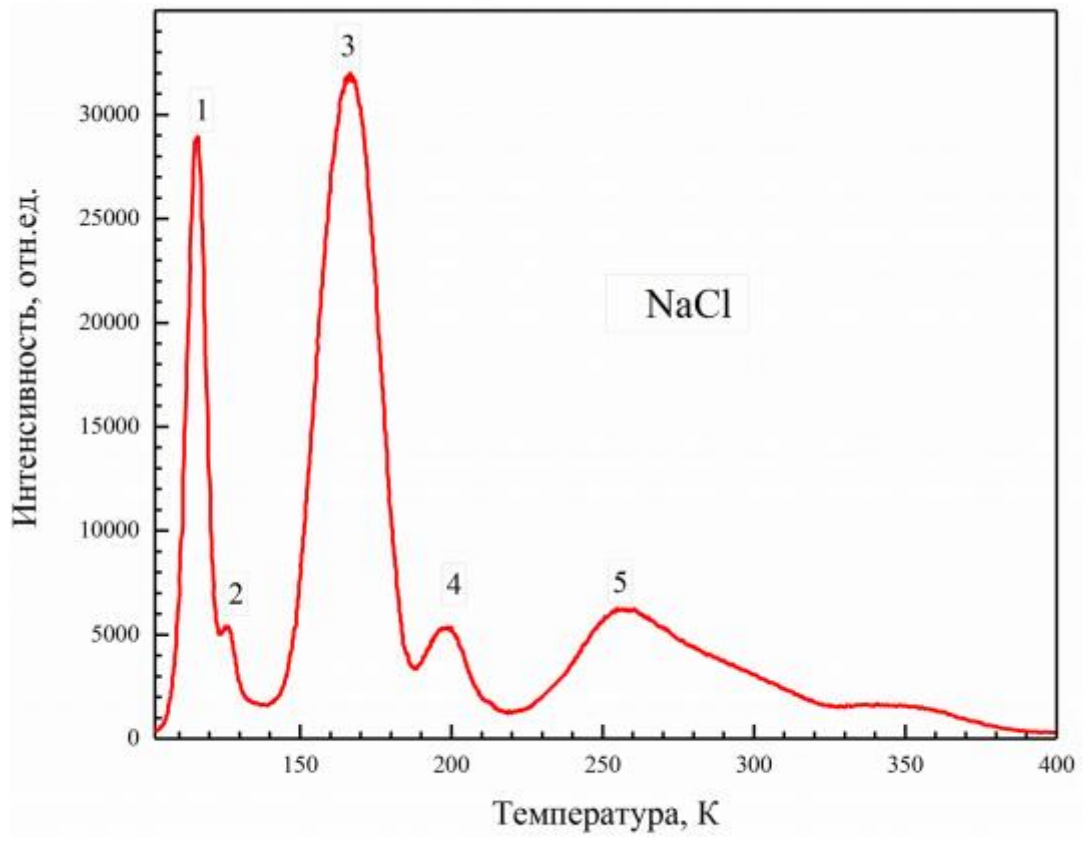
При температуре 260 К в спектрах термостимулированной люминесценции кристалла NaCl появляются спектры излучения с максимумами при 3,1 эВ неизвестной природы (кривая 5, Фиг.2).

Таким образом, спектральный состав термостимулированной люминесценции щелочногалоидного кристалла позволяет установить природу рекомбинирующих пар радиационных дефектов при их термической делокализации.

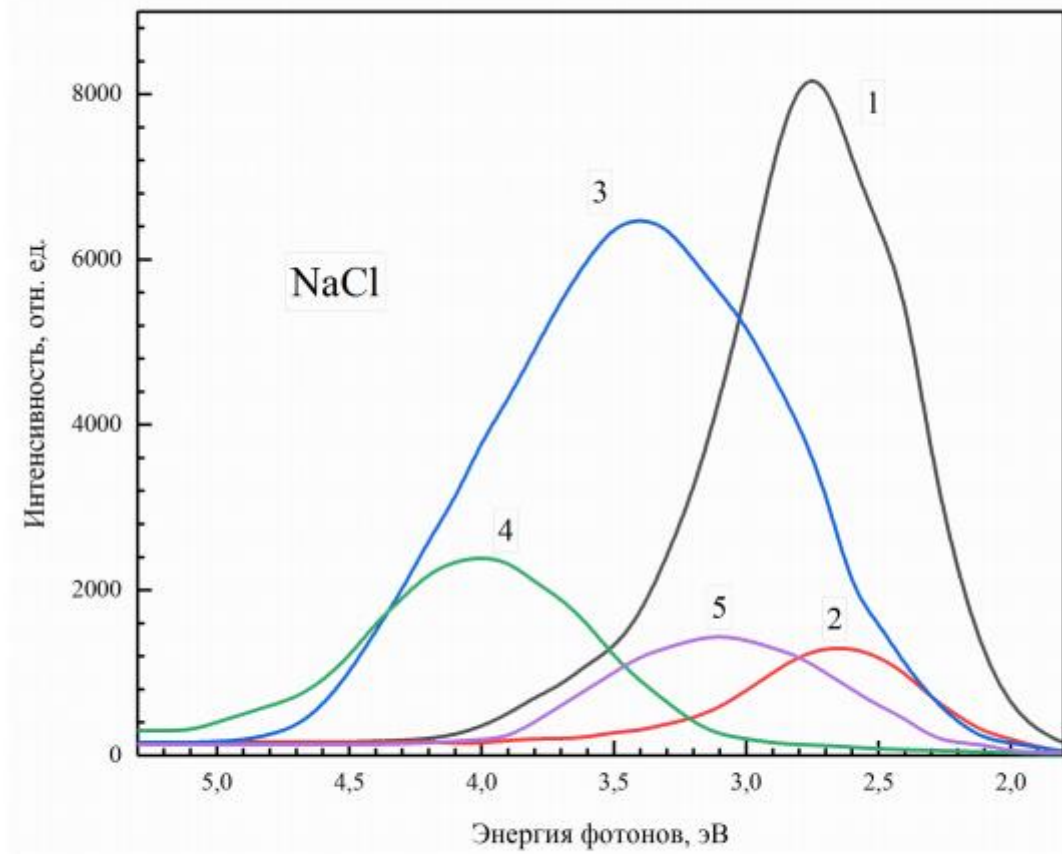
Работа выполнена в рамках проекта грантового финансирования Комитета науки МОН РК (ИРН AP08855672).

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ регистрации спектров термостимулированной люминесценции щелочногалоидных кристаллов, в котором предварительно облучают рентгеновской радиацией при низких температурах 100 К щелочногалоидных кристаллов, *отличающийся* тем, что регистрируют интенсивности люминесценции кристаллов в диапазоне спектра 1,8-5,3 эВ, в момент разгорания в определенном интервале температур 5-10 К, путем быстрого сканирования 50 нм/с при минимальном изменении температуры 0,9 К образца



Фиг. 1



Фиг. 2