

LATVIJAS UNIVERSITĀTE
FIZIKAS, MATEMĀTIKAS UN OPTOMETRIJAS FAKULTĀTE
FIZIKAS NODAĻA

**AR HROMU LEGĒTA ALUMĪNIJA OKSĪDA
IZMANTOJAMĪBA DOZIMETRIJĀ**

BAKALaura DARBS

Autors: Ernests Einbergs

Studenta apliecības Nr.: ee16015

Darba vadītājs: M.Sc.Phys. Aleksejs Zolotarjovs,

RĪGA 2019

ANOTĀCIJA

Darbā pētītas ar hromu aktivēta alumīnija oksīda dozimetriskās īpašības. Paraugi tika sagatavoti izmantojot Sol-Gel daļiņu sintēzes metodi.

Darba galvenais mērķis ir pielāgot materiālu dozimetriskiem nolūkiem. Izveidotajiem paraugiem tika pētītas morfoloģiskās, optiskās un dozimetriskās īpašības. Rezultātā noteikta optimālā hroma oksīda koncentrācija un materiāla TSL intensitātes atkarības no apstarošanas laika, kā arī noteikts uzkrātā starojuma dozas linearitātes apgabals. Lineāra reakcija uz apstarošanas laiku novērota no 1 līdz 60 apstarošanas minūtēm ar rentgenu.

Pētījumu rezultāti norāda, ka materiālam piemīt vērā ņemams potenciāls tikt izmantotam dozimetrisku materiālu izveidē. Darbā iegūtos rezultātus var izmantot materiāla sintēzes un aktivācijas koncentrācijas tālākai optimizācijai, kā arī, lai uzlabotu morfoloģiskās īpašības un reakciju uz jonizējošā starojuma dozu.

Atslēgvārdi: Dozimetrija, alumīnija oksīds, hroma oksīds, sol-gel.

ABSTRACT

Dosimetric properties of chromium doped alumina were explored. Samples were synthesized using sol-gel method.

Main goal of this work was to create a promising material for use as ionizing radiation dosimeter. Morphologic, optical and dosimetric properties of prepared samples were explored. Optimal chrome concentration, TSL intensity dependence of irradiation time and linear response region were determined. Linear response to X-ray irradiation from 1 to 60 minutes was observed.

Results show that the chromium doped alumina has meaningful potential to be used as a dosimeter. Results from this work can be used for further optimization of activator concentration and synthesis parameters in order to improve morphological and doze response properties.

Keywords: Dosimetry, alumina, chromium, sol-gel.

SATURA RĀDĪTĀJS

APZĪMĒJUMU SARAKSTS	5
IEVADS	6
1. LITERATŪRAS APSKATS	8
1.1. Materiāls kopumā	8
1.1.1. Alumīnija oksīds	8
1.1.2. Alumīnija oksīds ar piejaukumu joniem	11
1.1.3. Sola-Gēla metode	14
1.2. Mērījumu metodes	15
1.2.1. Starojums	16
1.2.2. Morfoloģisko īpašību noteikšana (XRD, SEM, EDX)	16
1.2.3. Optisko īpašību noteikšana (PL, XRL, TSL)	20
1.2.4. Dozimetrija	26
2. EKSPERIMENTĀLĀ GAITA	27
2.1. Izmantotās iekārtas	27
2.2. Izvēlētas koncentrācijas	28
3. REZULTĀTI UN ANALĪZE	29
3.1. Alumīnija-hroma īpašības	29
3.2. Luminiscences spektrs ar aprakstu	31
3.3. TSL līknes	33
3.4. Dozimetriskās īpašības	35
3.5. Salīdzinājums ar TLD-500	38
4. KOPSAVILKUMS UN SECINĀJUMI	40
5. AUTORA IEGULDĪJUMS	41
6. PATEICĪBAS	42
IZMANTOTĀ LITERATŪRA	43

APZĪMĒJUMU SARAKSTS

- c – gaismas ātrums
 d – distance starp kristālrežģa plaknēm
 E – elektriskā lauka amplitūda
 E (eV) – elektrona līmeņa enerģija
EDX – rentgenstaru enerģijas dispersā elementu analīze
 h – Planka konstante
 \hbar – svītrotā Planka konstante
 I – emisijas intensitāte
 K, L, M – atomārās čaulas
lum. – luminiscence
 n – kārtā
nm - nanometri
PL – fotoluminiscence
r.v. – relatīvas vienības
SEM – skenējošā elektronu mikroskopija
 t – laiks
TSL – termostimulētā luminiscence
 V – svārstību līmenis
wt% - masas procenti
XRD – rentgenstaru difrakcija
 θ – difrakcijas leņķis
 λ – viļņa garums
 r – pozīcijas vektors
 α – absorbcijas koeficients
 κ – gaismas ierosinājspēja
 \tilde{k} – kompleksais viļņa vektors
 ν – svārstību frekvence
 τ – pusmūžs
 ω – leņķiskā frekvence

IEVADS

Medicīna ir ievērojami attīstījies pēdējos pārsimts gados. Dzīvībai draudošas veselības problēmas ir iespējams detektēt ne tikai iejaucoties ķirurģiski, bet arī izmantojot neinvazīvas metodes. Arvien plašāk tiek pielietoti rentgena stari, magnētiskās rezonanses parādība, pozitronu emisija un ultraskaņa. Šīs metodes, balstoties uz zinātniskiem pētījumiem, palielina risku izjaukt DNS struktūru un pieļaut ļaundabīgu audzēju izveidi.[1]–[3] Personālie un industriālie dozimetri sniedz iespēju konstatēt, kādas jonizējošā starojuma dozas emitē iekārtas vai radioaktīvie elementi, kuru ir nepieciešams kontrolēt, lai mazinātu medicīniskā un robežsardzes personāla risku saslimt ar jonizējošā starojumam izraisītām dzīvībai draudošām slimībām.

Lai gan dozimetru lietošana ir standarta prasība un to klāsts ir plašs, tomēr esošie dozimetri nav perfekti. Linearitātes apgabali un jutību diapazoni ir ierobežoti, kā arī ķīmiskā stabilitāte var liegt ilglaicīgu izmantošanu. Pēdējā laikā ir pieaugusi interese par jauniem, labākiem dozimetriskajiem materiāliem.

Alumīnija oksīds bija viens no pirmajiem, kurš tika pētīts dozimetriskiem nolūkiem, bet tas kopumā izrādīja mazu jutību pret gamma starojumu. Akselrod *et al.* atklāja, ka materiālu ir iespējams pielāgot dozimetriskiem nolūkiem to aktivējot ar oglekli, kas ievērojami uzlaboja tā linearitātes apgabalu un jutību mazu dozu diapazonā. [4] Šajā darbā tiek piedāvāta alternatīva esošajiem alumīnija oksīda bāzētajiem dozimetriem, aktivējot to ar hromu, kurš līdz šim ir maz pētīts tieši dozimetriskiem nolūkiem.

Darba mērķis ir iegūt ar hromu aktivētas alumīnija oksīda daļiņas, izmantojot sola gēla metodi. Noskaidrot optimālo piejaukumjonu koncentrāciju, pie kuras materiāls izrāda visintensīvāko termostimulēto luminiscenci, un noteikt termostimulētās luminiscences intensitātes atkarību no apstarošanas laika. No iegūtajiem rezultātiem noteikt materiāla dozas linearitātes apgabalu, kā arī novērot un saprast, cik lielā mērā laiks starp apstarošanu un nolasījumu ietekmē mērījuma rezultātu.

Darba uzdevumi:

- Izpētīt zinātnisko literatūru par luminiscences parādību, dozimetriju un termostimulēto luminiscenci;
- Izpētīt alumīnija oksīda kristālisko struktūru tīram un legētam materiālam;
- Veikt materiāla optisko un morfoloģisko īpašību izpēti;
- Noteikt materiāla dozimetriskās īpašības;

- Veikt iegūto rezultātu analīzi;
- Izdarīt secinājumus un novērtēt materiāla potenciālu tikt izmantotam kā dozimetram.

1. LITERATŪRAS APSKATS.

1.1. Materiāls kopumā

Pirms domāšanas par materiāla legēšanu un optimizēšanu, ir jāiepazīstas ar izvēlēto materiālu. Tā pielietojumus un kristāliskā struktūru jāapskata nedaudz vispārīgāk. Jānoskaidro, vai materiālu ir iespējams iegūt tikai vienā kristāliskajā fāzē un vai tas veiktu kādas fāžu pārejas pie temperatūrām, kuras varētu būt aktuālas termostimulētās luminiscence mērījumiem jeb kuras varētu limitēt dozimetra pielietojumu.

Pirmā darba nodaļa veltīta vispārīga materiāla apskatam un to izmanto kā izvēlētās fāzes pamatojumu.

1.1.1. Alumīnija oksīds

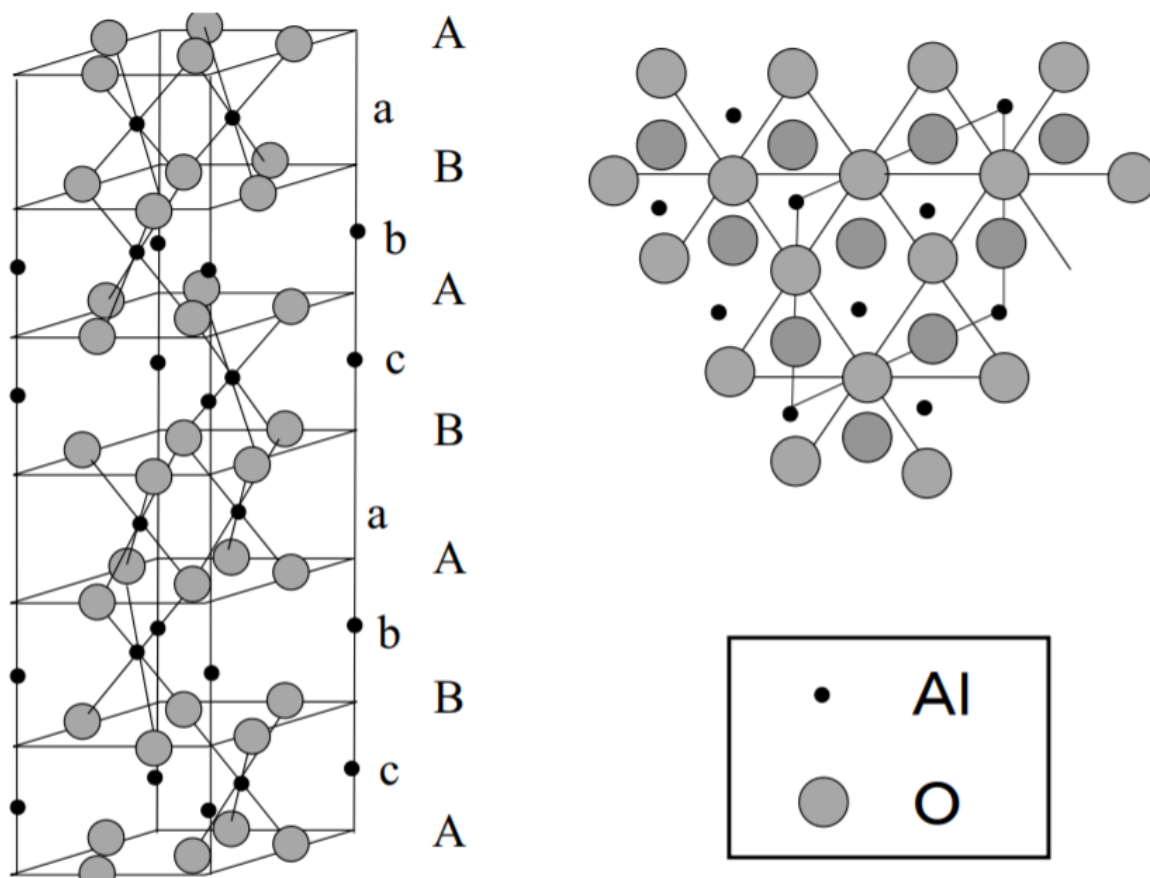
Alumīnija oksīds ir ķīmisks savienojums no metāla, alumīnija un nemetāla, skābekļa. Alumīnija oksīdu visbiežāk izmanto materiālu apstrādes jomā tā augstās cietības un ķīmiskās stabilitātes dēļ. Materiāla ķīmiskais saīsinājums ir Al_2O_3 – alumīnija(III) oksīds. Alumīnija oksīds ir dabā sastopams minerāls (1.1.1. att.). Laboratorijas apstākļos ir iespējams iegūt ar augstu tīrības pakāpi un mikro izmēra daļiņām dažādos veidos.[5]



1.1.1. att. Alumīnija oksīda izraktenis. [46]

Dabā sastopamo alumīnija oksīdu sauc par korundu, kurš sastāv praktiski tikai no alfa fāzes ar nelielu citu fāžu piemaisījumu. Alfa alumīnija jeb korunda kristālrežģa simetrija ir

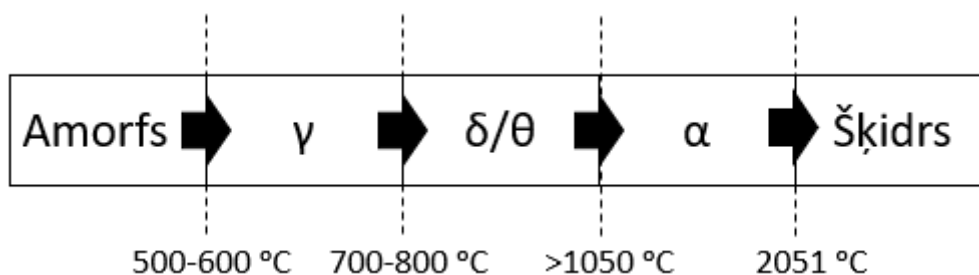
pamatā romboedriskās jeb trigonālās singonijas speciālgadījums, trīsdimensionālā figūra ir kā kubs, bet tā šķautnes veido rombi, ar 10 atomiem primitīvajā šūnā, lai gan biežāk kristāla struktūras aprakstīšanai izmantot heksagonāli cieši pakotu skābekļa struktūru (hcp, hexagonal close packed), kur alumīnijs aizņem divas trešdaļas pamatstruktūras, t.i., katrs alumīnija atoms saskarās ar sešiem skābekļiem, līdz ar to katram skābeklim apkārt izvietojās četri alumīnija atomi un veido oktaedru (1.1.2. att.).[6]



1.1.2. att. Alfa alumīnija kristāliskā struktūra. [5]

Alumīnija oksīda alfa fāze ir termiski stabila un piemērota augstu temperatūru pielietojumiem, lai gan arī kapa fāze tiek praksē pielietota. Fāzei piemīt augsta cietība, un tā ir ķīmiski inerta. Istabas temperatūrā materiāla blīvums ir $3980 \frac{kg}{m^3}$, tenzorrālā sprieguma noturība ir 220 MPa, lieces izturība ir 410 MPa, elastības modulis 375 MPa, cietība $14 \frac{kg}{mm^2}$ un porainība ir 0%. Visvairāk tiek izmantots keramiku izveidei, kā izolators un elektrisko ķēžu pasīvais elements. Pateicoties izcilajām mehāniskajām īpašībām, izmanto arī keramikas materiālu apstrādes vajadzībām. Militārām vajadzībām svarīga ir materiāla augstā triecienizturība. Medicīnā pielieto implantu izveidei ķīmisko īpašību dēļ, kā arī ķīmijā reagentu glabāšanai vai agresīvu ķīmisko savienojumu filtrēšanai. Izveido plānu kārtiņu pārklājumus uz citiem materiāliem, piemēram titāna oksīda, lai pasargātu no mijiedarbības ar apkārtējo vidi.

Alumīnijs un silīcijs ir divas galvenās vielas stiklu izveidei. Nano daļiņas var pielietot tādiem pašiem nolūkiem, bet tās piedod papildus nano mēroga īpašības, piemēram var izveidot stiklu, izmantojot alumīnija oksīda nano daļiņas, bet sašķidrināšanās temperatūra būs zemāka kā makro izmēra daļiņām, gala produktu tas neietekmē.[7], [8]



1.1.3. att. Alumīnija oksīda fāžu pārejas

Šī darba ietvaros tiek apskatīta vienkāršota fāžu pāreju diagramma, jo kristāliskā struktūra mainās, atkarībā no prekursora izvēles (1.1.3. att.).[9] Gamma, teta un sigma ir metastabilas fāzes. Alfa ir pēdējā fāze, kuru alumīnijs spēj ieņemt, no kuras nav iespējama pāreja uz kādu no metastabilajām fāzēm, neizkausējot materiālu. Gamma fāze strukturāli līdzinās teta fāzei. Abas fāzes ieņem fcc (face centered cubic) kristālisko struktūru. [10]

Teta fāze ir metastabila fāze, kura pāriet alfa fāzē virs 1050 °C. Fāzes blīvums ir 3600 kg/m³. Visas alumīnija fāzes ir kāda veida skābekļa cieši pakota (hcp) variācija. Teta fāze ir ar fcc kristālisko struktūru. Šajā pakojumā puse alumīnija atomu aizņem oktaedra mezgla punktus, puse aizņem tetraedra virsotnes tā, ka katrs alumīnija atoms saskarās ar četriem skābekļa joniem. Teta fāzes kristāliskā struktūra ir telpiski ļoti sarežģīta, iepriekš minētais ir vienkāršojums, kopumā primitīvā šūna sastāv no 4 apakšrežģiem, vienā primitīvajā šūnā ir 20 atomi. Kopumā teta fāze nav tik sīki izpētīta kā alfa, bet ir zināms, ka saite starp atomiem ir stingri joniska, aizliegtās zonas platums ir 7.4 eV.[11]

Alumīnija oksīds gamma fāze plaši tiek izmantots kā katalizatoru atbalsts. Fāzes pielietojums ir ierobežots 700-800 °C pārejas dēļ. Strukturāli pastāv zināma līdzība ar teta fāzi, bet kristāliskā struktūra nav stingri definēta. [12]

Visas alumīnija fāzes izrāda izteiktu jonu saiti starp atomiem. Teorētiskie aprēķini norāda valences elektronu enerģiju +2.63 eV alumīnija atomam un -1.75 eV skābeklim, tas nozīmē, ka saites starp atomiem ir praktiski pilnīgi joniskas, kas ir cēlonis lielai kušanas un vārīšanās temperatūrai, kristāliskā režģa simetrijai, cietībai un izolatora īpašībām.[13]

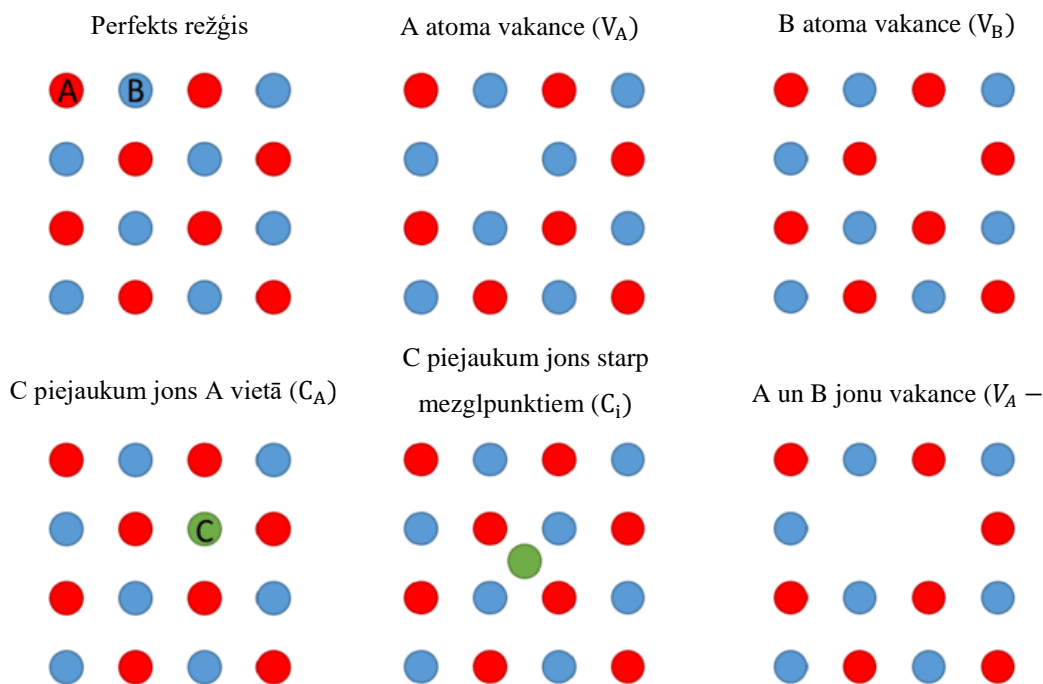
Bija jāapskata galvenās alumīnija fāzes un to pārejas, lai varētu saprast kāda atkarsēšanas temperatūra ir jāizvēlas sintēzes procesa beigās, lai iegūtu vēlamo rezultātu. Tātad dozimetriskiem nolūkiem vislabāk ir izvēlēties alfa fāzi cietības, ķīmiskās stabilitātes un augstās kušanas temperatūras dēļ, kā arī tādēļ, ka tā ir pēdējā un viss stabilākā alumīnija oksīda

kristāliskā fāze. Pirms sintēzes metodes apskatīšanas ir jāiepazīstas ar materiāla aktivēšanu un kas īsti ir materiāla aktivēšana jeb leģēšana. Leģēšana ir vairāk metalurģija atbilstošs termins, bet vietām literatūrā tiek izmantots arī šāds jēdziens, kad runā par materiāla funkcionalizēšanu. Kā arī īsi apskatīsim vienu plaši izmantota leģēta alumīnija oksīda piemēru nākošajā nodaļā.

1.1.2. Alumīnija oksīds ar piejaukumu joniem

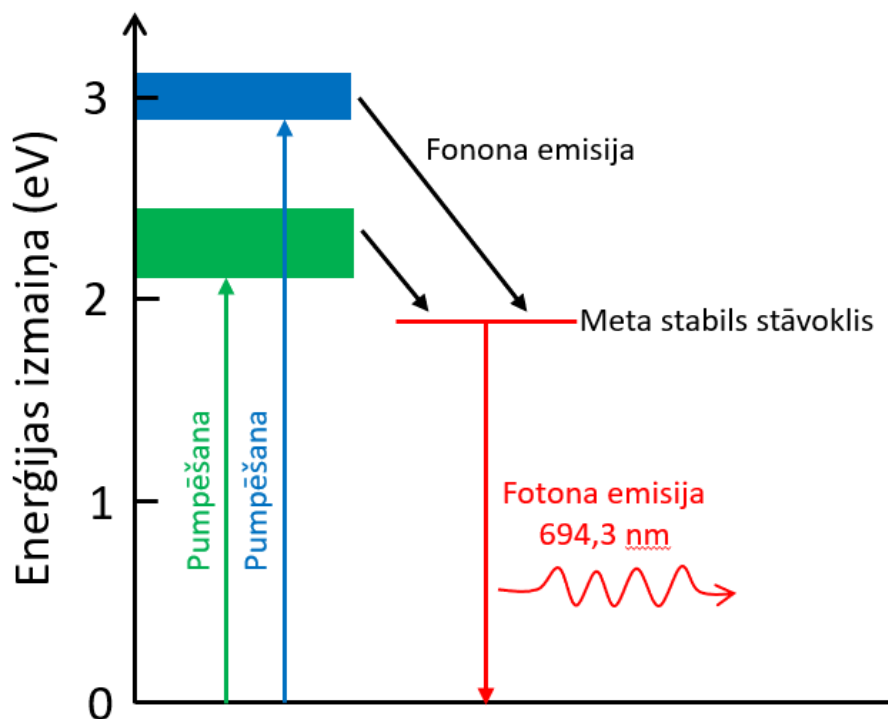
Aktivēšana jeb piejaukumjonu ieviešana kristāliskajā režģī izveido piemaisījuma defektus. Ja režģī tiek ievadīti joni, kuri ir vai nu lielāki, vai mazāki par alumīniju vai skābekli, tad tiek izjaukta režģa tuvā kārtībā. Defekts var būt pats jons, tā izmērs lokāli izkropļo režģi un izveido paaugstinātas enerģijas apgabalu, vai arī jons var izveidot papildus saiti ar alumīniju vai skābekli, aizliedzot blakus jonam izveidot atbilstošo saiti, un izveidojas caurums saites vai pat visa jona iztrūkuma (1.2.1. att.). Materiālā var ievadīt jonus, kurus dēvē par donoriem un akseptoriem. Donori ir joni, kuriem pēc pamatrežģa jona aizstāšanas paliek pāri viens lieks elektrons. Savukārt akseptori ir pretēja parādība donoriem, tiem veidojas elektrona iztrūkums. Ar donoriem vai akseptoriem leģēti pusvadītāji galveno pielietojumu raduši mikroelektronikā un funkcionālo materiālu jomā. Viens no funkcionālo materiālu piemēriem ir personālie dozimetri, kuri satur piemaisījuma jonus, kuri izveido dziļu ķērājcentru jeb augstas temperatūras maksimumu TSL līknē. Viens šāds materiāls jau ir pieminēts ievadā – alumīnijs aktivēts ar oglekli.[14]

Tīrs alumīnija oksīds ir piemērots piejaukumjonu un defektu pētījumiem, jo nelegēts materiāls ir praktiski pilnīgi caurspīdīgs spektra redzamajā daļā, neizrāda absorbciju stikla formā, lēts un ir ķīmiski stabils. Tīrā formā materiālu ir grūti iegūt. Pat augstas tīrības alumīnija kristāli satur titānu un hromu. [15] Materiālu var relatīvi viegli pielāgot nepieciešamajām optiskajām vajadzībām. Legējot materiālu ar eiropiju ir iespējams ievērojami uzlabot tā gaismas emisiju, spīdēšanu gaismas redzamajā daļā [16], piemaisot litiju un magniju var palielināt defektu skaitu kristālā, sniedzot iespēju regulēt TSL maksimuma temperatūru. [17]



1.2.1. att. **Punktveida defekti kristāliskajā režģī.** [14]

Alumīnija oksīds ar ievērojamu piejaukumjonu koncentrāciju dabā sastopams kā rubīns vai safīrs. Rubīns veidojas, ja alumīnija oksīda matricā iebūvējas hroms. Ja materiāls satur vairāk kā vienu procentu hroma, tad izveidojas gaismas absorbcija spektra dzeltenajā-zaļajā daļā, kas kristālam piešķir izteikti sarkano toni. Rubīna kristālus izmanto lāzeru izveidei, jo materiālā pastāv metastabils līmenis ar ilgu dzīveslaiku. Ja ar kristālu mijiedarbojas fotoni, kuru viļņa garums sakrīt ar 694 nm emisijas maksimumu, tad tiek veicināta ierosināto elektronu relaksācija, kura savukārt emitē fotonus, kuru fāze sakrīt ar mijiedarbības, jeb tiek izraisīta inducētā emisija. Enerģijas līmeņu diagramma redzama attēlā 1.2.2. [18]



1.2.2. att. Rubīna lāzera enerģiju diagramma.

Safīram novērojamas vairākās krāsas, atkarība no piemaisījumiem un to koncentrācijām. Nelielos daudzumos var saturēt dzelzi, titānu, varu, magniju un arī hromu. Violetie safīri satur mazus daudzumus vanādija. Ja materiāls satur nelielus daudzumus dzelzs, tad izveidojas safīrs ar dzeltenzaļu toni. Ja novērojami dzelzs un titāna piemaisījumi ar pareizo oksidācijas pakāpi, tad izveidojas tumši jeb dziļi zils tonis. Alumīnija kristālos ne vienmēr piejaukumjoni iebūvējas kristāliskajā režģī homogēni un izveidojas toņu pārejas reģioni kristālā. [19]

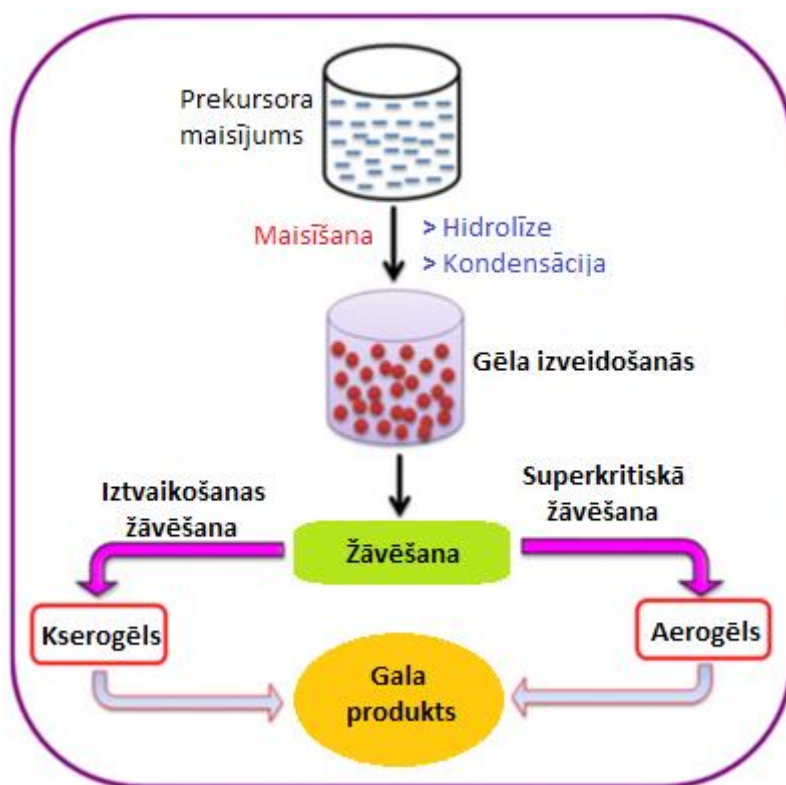
Tāpat defekti un to skaits ir nozīmīgs dozimetra izveidei. Nu ir zināms, kas ir alumīnija oksīds, kādu kristālisko fāzi vēlamies pētīt, un esam īsumā iepazinušies ar aktivatoru ietekmi uz pētāmo materiālu. Nākamais solis ir apskatīt metodes, kā laboratorijas apstākļos sintezēt interesējošo materiālu. Izvēlētā metode ļauj ar lielu precizitāti aktivēt vēlamo materiālu, taču paraugu cepināšanas gaitā var tikt ienesti nevēlami piejaukumjoni, piemēram, dzelzs, niķelis un hroms, kuri ir sastopami krāsns sildelementos.

1.1.3. Sola-Gēla metode

Metālu oksīdu nanodaļiņas relatīvi vienkārši ir iespējams iegūt, izmantojot sola-gēla metodes. Šai metožu klasei tiek pievērsta ievērojama uzmanība tās salīdzinoši vieglās realizēšanas dēļ un varbūtības ietekmēt gala materiālu raksturojošos parametrus. Kopumā sola-gēla metodes būtību ir iespējams vienkāršot un apskatīt ar trīs sintēzes stadijām: hidrolīze, kondensācija un žāvēšanas process. [20]

Metode iedalās divās lielās grupās. Ūdens un šķīdinātāja vides metodēs. Ūdens metodei piemīt zināmi trūkumi, galvenokārt tas, ka vadošajiem sintēzes procesiem jānotiek vienlaikus, šķīdinātāja metodē var veikt sintēzi pakāpeniski un vieglāk uzsākt jau no kāda prekursora. Sildīšana iedalās divās apakšgrupās: konvencionālā un mikroviļņu. Mikroviļņu metode ir daudz efektīvāka, sniedz lielāku gala produktu un ir dabai draudzīgāka, patērējot mazāk enerģijas, jo šķīdums tiek sildīts visā tilpumā, nevis trauks pārnes siltumu uz šķīdumu, radot lielu temperatūras gradientu un zudumus, disperģējot enerģiju apkārtējā vidē. Šajā darbā tiek izmantotas daļiņas, kuras tika iegūtas ar poliglīkola palīdzību. Par reakcijas vidi tiek izmantots etilēnglikols, kurš reducē metāla oksīdu, aizvietojo ar hidroksīdgrupas ar prekursoru. Pievienojot citronskābi, izveidojas polimērs, kurš kontrolē daļiņu izmērus, tēlaini izsakoties – aptver oksīda daļiņu, neļaujot tai veidot saites ar citiem metāla oksīdiem. Pievienojot dopantus, tie mijiedarbojas ar polimera ķēdēs ietvertajiem daļiņu klasteriem un izvietoja virsmas tuvumā. Izžāvējot paliek porains, mīksta polimera aerosols, kuru ievieto karsēšanas tīģelī un karsē pie 1400 °C četras stundas.(1.2.3. att.).[21] Jāņem vērā, ka augstās temperatūras un ilgā karsēšanas laika rezultātā, galā iegūtais pulveris vairs nesastāvēs no nano daļiņām. Lai gan sākotnēji tiks iegūtas nano daļiņas, tās sāks veidot porainu keramiku. Rezultātu analīzes sadaļā parādīti attēli ar iegūtajām daļiņām.

Etilēnglikola polimērs sabrukta un iztvaikotu arī 600 °C temperatūrā, bet tad, pamatojoties uz literatūras avotiem [12], [22], izveidojas alumīnija oksīda gamma fāze, 750 °C temperatūra notiek pāreja uz sigma fāzi, 900 °C iegūtu teta fāzi un temperatūrā no 1200 °C var iegūt alfa fāzi. Praktiski radās problēmas ar organisko savienojumu atlikumu izdedzināšanu. Lai paātrinātu procesu, karsēšanas temperatūru paaugstina līdz 1400 °C. XRD spektros netiek novēroti citu fāžu piemaisījumi, kas ļauj domāt, ka paraugi ir veiksmīgi pārgājuši alfa fāzē un citas fāzes nesatur nemaz vai to koncentrācijas ir zem detektēšanas robežas. [23]



1.2.3. att. Sola gēla sintēzes shematiskais attēlojums. [21]

1.2. Mērījumu metodes

Līdz šim brīdim ir vispārīgi apskatīts materiāls, tā īpašības, fāze, aktivatori un to ietekme un sintēzes metode. Nākamais solis šī darba efektīvā realizācijā ir iepazīšanās ar mērījumu metodēm, bet pirms tām vēl ir jāiepazīstas ar to, kas ir jonizējošais starojums. Nākamajā nodaļā vispārīgi un īsi apskatīsim starojumu un tā veidus.

1.2.1. Starojums

Starojumu parasti raksturo pēc tā enerģijas jeb spējas jonizēt materiālu ar kuru tas mijiedarbojas. Atomu jonizācijas enerģijas atrodas diapazonā no 4 līdz 25 eV, tas nozīmē, ka starojumam būtu jāpārnes materiālam enerģijas vienādas vai lielākas, lai to varētu saukt par jonizējošu starojumu. Starojums jonizē atomu, ja tā enerģija ir vienāda vai lielāka par valences jeb optiski aktīvā elektrona enerģijas deficītu. Elektromagnētiskais starojums ar viļņa garumu līdz aptuveni 320 nm arī, teorētiski, varētu tikt uzskatīts par jonizējošu starojumu jeb radiāciju, bet nozarē tas netiek pieskaitīts, jo UV stari iespiežas materiālā vēl seklāk kā starojums ar viļņa garumu redzamajā diapazonā. [24]

Praktiski par jonizējošo starojumu tiek dēvēti pieci fundamentāli atšķirīgi starojuma veidi.

- Gamma starojums veidojas, daļiņai satriecoties ar savu anti daļiņu, vai ja kodolā ir palicis enerģijas pārpalikums pēc sabrukšanas. Enerģija no 2,6 keV līdz 7,1 MeV.
- Rentgena starojums rodas potenciāla laukā paātrinātiem elektroniem mijiedarbojoties ar atomiem. Iespējams iegūt plašā enerģiju diapazonā.
- Trešo grupu dēvē par ātrajiem elektroniem. Pozitīvi lādētu starojumu dēvē par pozitronu starojumu. Kodolsabrukšanas rezultātā radīto starojumu dēvē par beta starojumu, kurš var būt pozitīvs vai negatīvs. Divu lādētu daļiņu sadursmes starojumu dēvē par sigma starojumu.
- Ceturtā grupa ir smago daļiņu emisijas grupa. Protonu, deitērija, tritonu, alfa daļiņu, pionu un citu smago daļiņu emisija pieder šai grupai.
- Neitronu starojums tiek izdalīts kā piektā grupa. Starojumu iegūst radioaktīvās sabrukšanas rezultātā, kodoldalīšanās procesos, tos nevar ietekmēt ar ārējo elektromagnētisko lauku. [24]

1.2.2. Morfoloģisko īpašību noteikšana (XRD, SEM, EDX)

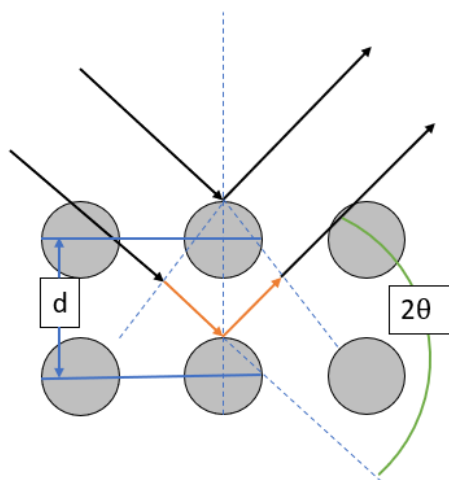
Pirms darba mērķu realizācijas un dozimetrisko īpašību pētīšanas ir jāsaprot, kas ir iegūts sintēzes rezultātā. Pirmkārt, jāpārlicinās, ka iegūtais materiāls patiešām ir alfa fāzē. Otrkārt, jāsaprot kādas daļiņas ir iegūtas. Vai tās ir nano daļiņas, mikroskopiski daļiņu klasteri, keramikai līdzīgi veidojumi vai kas pilnīgi cits. Treškārt, ir jāpārlicinās, ka materiālā hroms ir iebūvējies. Ja nav iebūvējies, tad tālākais pētījums vairs nav par aktivētu alumīnija oksīdu, bet

gan par tīru, kas nav šī darba mērķis. Šīs sauc par materiāla morfoloģiskajām īpašībām, kuru noteikšana tad arī tiek apskatīta šajā nodaļā.

Rentgenstaru difrakcija

Biežāk izmanto angļu saīsinājumu XRD (x-ray diffraction), ir mērījumu metode, ar kuru analītiski identificē pētāmā materiāla kristālisko fāzi un kura var sniegt informāciju par distanci starp kristāliskajām plaknēm, kā arī ar atbilstošu aprēķinu palīdzību noteikt daļiņu izmēru, kas netiek darīts šajā darbā. Metode ir ātra un nosakāmās fāzes un pētāmie materiāli ir galvenokārt atkarīgi no pieejamās datubāzes.

Metodi pirmo reizi aprakstīja 1912. gadā Makss fon Laue, kurš atklāja, ka kristāliskas vielas uzvedas kā trīsdimensionāli difrakcijas režģi viļņiem rentgenstaru diapazonā, jo rentgena viļņi ir ar kārtu angstrēm, kas atbilst tipiskai distance starp atomiem kristāliskā režģī. Metode galvenokārt balstās uz konstruktīvas interferences starp monohromātiskiem rentgena stariem, kuri atstarojās no atomiem, kuri savukārt atrodas atšķirīgās kristāliskajās plaknēs. Konstruktīvu interferenci var noverot, kad staru difrakcija no dažādām plaknēm apmierina Brega likumu ($n\lambda = 2d\sin\theta$)(1.3.1. att.).



1.3.1. XRD shematiskā interpretācija.

Starojumu iegūst izmantojot katodstarus, nofiltrējot bremzējošo starojumu un kolimējot tos. Tipiska XRD iekārta var novērot difrakcijas ainu no 5° līdz 70° ar soļa garumu ap 0,1 °.

Metodes plusi: ātri mērījumi (zem divdesmit minūtēm), viegla interpretācija un plašs materiālu klāsts datubāzēs. Mīnusi: nepieciešama datubāze, lai interpretētu datus, lielāki paraugi ir jāsaberž pulverī, jauktiem materiāliem jutības robeža ir ap 2%, pīķi var un bieži pārklājas. [25]

XRD ļauj noteikt kristālisko fāzi. Ar nākamo metodi tiek iegūta informācija par daļiņu izmēru un to izskatu.

Skenējošā elektronu mikroskopija

Skenējošais elektronu mikroskops, biežāk izmanto saīsinājumu SEM (scanning electron microscope), ir elektronu mikroskopa paveids, ar kuru, atšķirībā no transmisijas mikroskopa, ir iespējams uzņemt virsmas attēlus un analizēt masīvus paraugus, t.i., paraugus ar centimetru izmēra kārtu. Attēls tiek iegūts ar fokusētu elektronu kūli, skenējot materiāla virsmu.

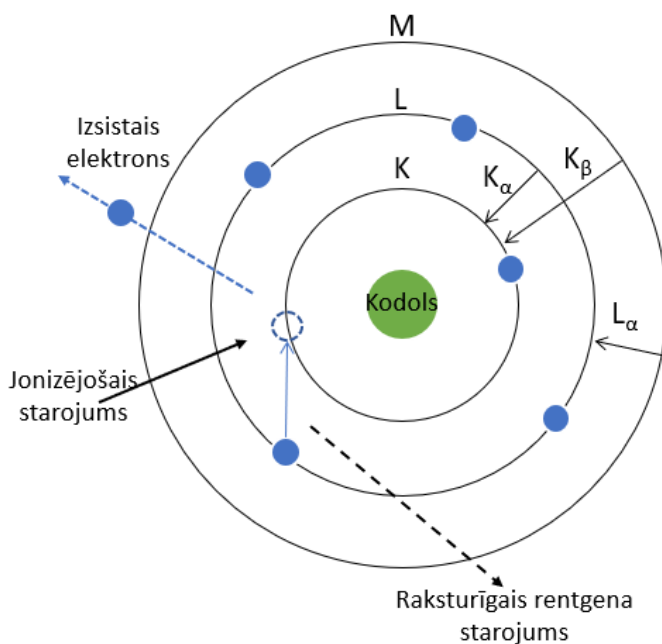
Elektronus parauga virsmas skenēšanai iegūst, izmantojot termionisko, Šotkija vai lauka emisijas katodu. Katram avotam ir savas raksturīgās strāvas un temperatūras, kā arī laukums, kādā tie emitē elektronus. Tālāk elektroni tiek paātrināti pakāpeniski pieaugošā potenciāla laukā starp katodiem un anodiem, kur sprieguma intervāls var būt robežas no 0,1 līdz 50 keV. Elektronus fokusē, izmantojot magnētiskās lēcas, uz parauga virsmas. No vēlamās elektronu plūsmas ir atkarīgs laukums, kādā tie var tikt fokusēti. [26]

Galvenie divi noteicošie fizikālie procesi SEMā ir elektronu elastīgā un neelastīgā sadursme ar atomiem parauga virsmas tuvumā. Attēlu neiegūst no vienas konkrētas mijiedarbības, kopējo bildi veido vairāku mijiedarbību kopums. Neelastīgas sadursmes nozīmē, ka elektrons ir satriecies ar ap atomu lokalizētu elektronu un to izsitis jeb atdevis savu enerģiju tam. Izsistos elektronus sauc par sekundārajiem elektroniem (SE), tos var novērot virsmas tuvumā. Ir pieņemts par sekundārajiem elektroniem uzskatīt visus, kuru enerģijas novērojamas līdz 50 eV. Atpakaļ izkliedētos elektronus jeb backscattered electrons (BSE) novēro robežās no 50 eV līdz primāro elektronu enerģijai $E = eU$, kuri rodas, elektroniem vairākkārt bremsējoties kodolu radītā lauka ietekmē plašos leņķos. Starojums, kurš rodas, aizpildot tukšumu, kuru atstāja sekundārais elektrons, ierosina kādu ārējās čaulas elektronu, atkārtoti jonizējot materiālu. Ožē elektronus novēro starp 50 eV un 2 keV. Sekundārajiem un Ožē elektroniem ir liela varbūtība elastīgi sadurties ar citiem atomiem, tādēļ tie var pamest materiālu tikai tuvu tā virsmai, pāris nanometru dziļumā, bet šos elektronus ģenerē ne tikai primārais krītošais stars, bet arī izkliedētie elektroni plašā apgabalā ap primārā krītošā stara sadursmes reģionu. [26]

Starojums, kurš noved pie Ožē elektronu ģenerācijas, var tikt detektēts paralēli virsmas skenēšanas procesam. Praktiski šī ir uzskatāma par atsevišķu metodi, kuras darbības princips un jēga tiek sīkāk apskatīta nākošajā apakš-sadaļā.

Enerģijas dispersijas rentgenstaru spektroskopija

Ar rentgena difrakcijas metodi var noteikt kristālisko struktūru, kā arī distanci starp kristāliskā režģa plaknēm, ar skenējošo elektronu mikroskopu var novērot virsmas morfoloģiju un daļiņu izmēru, bet neviena no šīm metodēm nesniedz ieskatu materiāla atomārajā struktūrā. Ar enerģijas dispersijas rentgena spektroskopu jeb EDX (energy dispersive x-ray) paveras šāda iespēja. Atomos elektroni izvietojās enerģētiskos līmeņos, čaulās. Elektroni enerģētiskos stāvokļos mijiedarbojas gan ar kodolu, gan ar cietiem ap atomu izvietotajiem elektroniem. Tas nozīmē, ka divu atšķirīgu elementu atomiem vai viena elementa dažādiem izotopiem atšķiras enerģētisko stāvokļu enerģijas. Angliski šo sauc par atomic fingerprint. Izmantojot augstas enerģijas starojumu, piemēram, rentģenu, var jonizēt elektronus, kuri novietoti ap kodolu jeb pirmajā čaulā, atstājot tukšumu. Elektroniem sabrūkot no ārējām čaulām uz iekšējo, enerģijas difference starp diviem konkrētajiem līmeņiem tiek emitēta fotona formā. Šo starojumu dēvē par atoma raksturīgo rentģena starojumu (1.3.2. att.). Starojums tiek novirzīts uz rentģena detektoru, kurš to pārvērš spriegumā, signālu novada uz pulsa detektoru, kuru tālāk iespējams analizēt. Izmantojot enerģijas dispersijas analīzi, ir iespējams konstatēt praktiski visus atomus kristālā vai amorfā vielā. Kristāliskā vai amorfā struktūra praktiski neietekmē individuālu



1.3.2. att. **Raksturīgā rentģenstarojuma ģenerācijas princips.**

atomu enerģētiskos līmeņus. Jāpiemin, ka vienīgi divi elementi, kurus teorētiski nav iespējams detektēt, ir ūdeņradis un hēlijs, jo šiem elementiem ir tikai viena čaula, tas nozīmē, ka pastāv nulles varbūtība elektroniem dabiski sabrukt no augstākām čaulām uz zemākām. Praktiski nav iespējams novērot arī litiju un beriliju. To enerģiju atšķirības un intensitātes praktiski vienmēr

ir ārpus detektora darba reģiona. Ar alfa apzīmē galvenās jeb pārejas uz dziļāko čaulu, ar beta apzīmē pārejas uz otro čaulu. [27]

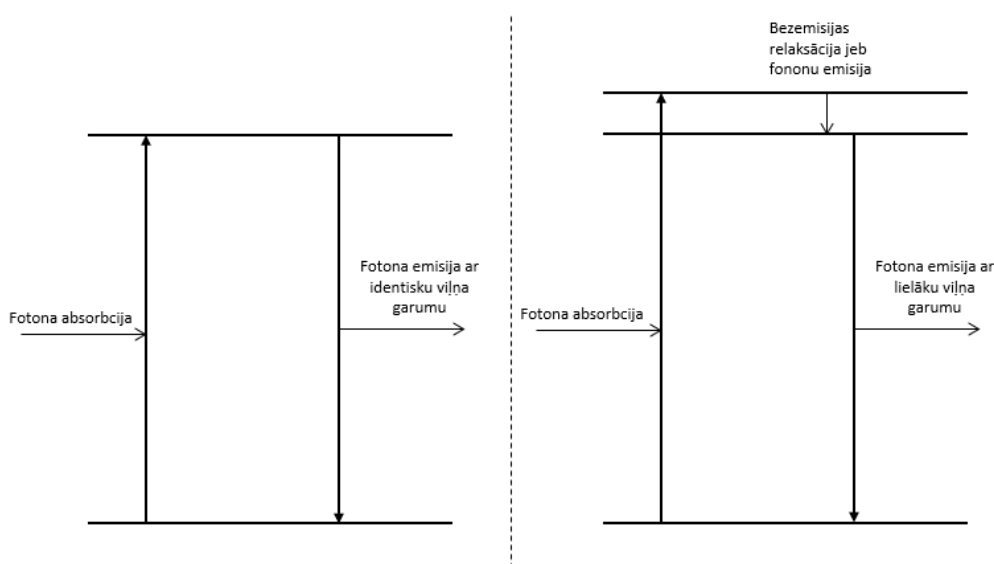
EDX un rentgenstaru fluorescence jeb XRF (x-ray fluorescence) ir līdzīgas metodes. Galvenā atšķirība ir iedarbības avots, kā rezultāta atšķiras abu metožu kļūdas un detektēšanas robežas. Kā jau sadaļā par SEM tika minēts, elektroni neiespiežas materiālā tik dziļi cik rentgenstari. XRF var noteikt vidējo piejaukumjonu koncentrāciju lielākā apgabala, bet nevar noteikt vieglākos atomus, bet to spēj EDX metode. Savukārt koncentrētāka stara rezultātā, EDX metodē ir novērojama vielas rentgenstaru pašsorbēcija, ko ir grūti ņemt vērā un kas palielina mērījuma kļūdu. Darbā tiks izmantota gan EDX, gan XRF metode.

1.2.3. Optisko īpašību noteikšana (PL, XRL, TSL)

Pēc morfoloģisko īpašību apskatīšanas var sākt pētīt materiāla optiskās īpašības. Sākotnēji ir jāiepazīstas ar luminiscences parādību teorētiski, lai noskaidrotu tās darbības principu un lai gūtu priekšstatu, kādu informāciju var gūt no šiem mērījumiem.

Fotoluminiscence

Fotoluminiscence ir process, kura laikā molekula absorbē fotonu, ierosinot elektronu augstākā enerģētiskajā līmenī, un tad, elektronam atgriežoties pamatstāvoklī, tiek emitēts fotons, kura enerģiju nosaka divu attiecīgo enerģētisko līmeņu enerģijas atšķirība (1.3.3. att.).



1.3.3. att. Vienkāršota fotoluminiscences shēma.

$$\hbar\omega_{mn} = E_m - E_n,$$

kur ω ir gaismas leņķiskā frekvence, kas ir vienāda ar $2\pi\nu$, un E ir sākotnējā un ierosinātā stāvokļa enerģija

Fotoluminiscence iedalās divās apakšgrupās: fluorescencē un fosforescencē. Galvenā atšķirība ir tāda, ka fluorescences ir ievērojami straujāks fotonu emisijas process, turpretī fosforescences ir lēns fotonu emisijas process, kuru galvenokārt saista ar aizliegto pāreju klātbūtni materiālā. [28] Elektronu ierosināšana ir fotonu absorbcijas parādība, kas ir saistīta ar krītošās gaismas intensitāti jeb fotonu daudzumu. Lai izprastu parādību pilnībā, nākas apskatīt gaismu kā nestacionāru elektromagnētisko lauku. Krītošo starojumu var sadalīt tā elektriskā un magnētiskā lauka komponentēs atbilstoši:

$$E = E_0 \exp[i(\tilde{k} \cdot r - \omega t)], \quad (1)$$

$$H = H_0 \exp[i(\tilde{k} \cdot r - \omega t)], \quad (2)$$

kur $\omega = 2\pi\nu$ ir leņķiskā frekvence, r ir pozīcijas vektors un \tilde{k} ir kompleksais viļņa vektors.

Lai abi vienādojumi apmierinātu Maksvela vienādojumu, \tilde{k} un $\tilde{\epsilon}$ ir jāpakļaujas vienādojumiem (3) un (4). Jāņem vērā, ka tiek apskatīta situācija, kad gaisma krīt uz nemagnētisku dielektrisku materiālu ar magnētisko uzņēmību līdzīgu vakuuma, kas ļoti tuvināti apmierina darbā apskatīto materiālu.

$$\tilde{k}^2 = \tilde{\epsilon}\mu_0\omega^2, \quad (3)$$

$$\tilde{\epsilon} = \epsilon + i\frac{\sigma}{\omega}, \quad (4)$$

kur μ ir magnētiskā uzņēmība, ϵ ir dielektriskā konstante un σ elektriskā vadītspēja.

Absorbētās gaismas intensitāte attāluma x no materiāla virsmas, perpendikulāri stara krišanas virzienam, izsakās sekojoši:

$$I = I_0 \exp[-\alpha x], \quad (5)$$

kur I_0 ir krītoša stara intensitāte un α ir absorbcijas koeficients.

Apvienojot vienādojumus (1), (3) un (4), krītošā stara elektriskā lauka vienādojums var tikt pārrakstīts sekojošā formā:

$$E = E_0 \exp\left[-\frac{\omega\kappa x}{c}\right] \exp\left[-i\omega\left(t + \frac{nx}{c}\right)\right], \quad (6)$$

Tā kā gaismas intensitāte ir proporcionāla elektriskā lauka kvadrātam, tad absorbcijas koeficients atbilstoši iznāk:

$$\alpha = 2\omega\kappa/c, \quad (7)$$

Koeficients κ raksturo gaismas ierosināšanas spēju. Pilnam vienādojumam ir jāņem vērā tā daļa gaismas, kura neiekļūst materiālā un tiek atstarota no virsmas, bet nano daļiņu gadījumā nav skaidri definēta kopējā parauga virsma, jo tas sastāv no daudzām individuālām daļiņām ar oktaedrisku virsmas ģeometriju. Šajā daļā var tuvināti pieņemt, ka paraugs absorbē visu gaismu. Kopumā emisijas procesu veido divi galvenie efekti. Termiskā emisija un luminiscence.

Termiskā procesa laikā piedalās visi kristāla atomi, bet luminiscences procesā piedalās maza daļa atomu, galvenokārt kristāliskie defekti jeb legētie atomi, kuri izveido luminiscences jeb emisijas centru. Luminiscence ir spontāna fotonu emisija. Dzīves laiks jeb laiks kuru elektrons pavada ierosinātā stāvoklī, ir apgriezti proporcionāls spontānās emisijas varbūtībai:

$$\tau_{nm}^{-1} = A_{m \rightarrow n}, \quad (8)$$

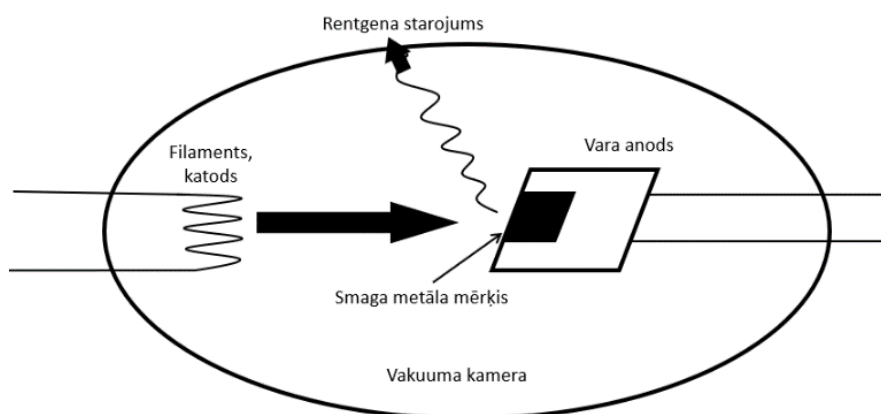
Tā kā ierosināto atomu skaits eksponenciāli sarūk proporcionāli $\exp\left[-\frac{t}{\tau}\right]$, bieži ērtāk ir izmantot lielumu, kuru dēvē par dabīgo dzīves laiku jeb laiku kurā spontānā emisija ir sarukusi e reizes $\tau = A_m^{-1}$. Tā kā aproksimācija labi strādā tikai kubiskam kristālrezģim ar defekta jonu rezģa mezglpunktā, praksē dzīves laiku nosaka pēc praktiskiem uzņēmumiem, nevis matemātiskiem aprēķiniem. [29]

Rentgenstaru luminiscence

Rentgenluminiscence fundamentāli ir analogiska parādība fotoluminiscencei, bet kā ierosinošā starojuma avots tiek izmantots rentgenstaru avots. Salīdzinot ar fotoluminiscenci, kur tiek izmantots niobija lāzers ar ceturtās kārtas viļņa dalītājkristālu, kura viļņa garumu ir ap 266 nm. Tipiskas rentgena lampas starojuma viļņa garums ir ar kārtu angstrēms jeb 0,1 nm. Tā kā enerģija ir apgriezti proporcionāla viļņa garumam jeb $E = \frac{hc}{\lambda}$, rentgena starojums ir pietiekoši enerģisks, lai jonizētu atomus. Tas nozīmē, ka ir iespējams novērot visas elektronu pārejas materiālā, bet šajā darbā tiek apskatītas elektronu pārejas redzamajā gaismas diapazonā.

Vakuuma caurule, kuru izmanto rentgenstaru iegūšanai, redzama attēlā 1.3.4. Starp anodu un katodu ir ļoti liels spriegums. Filaments tiek sakarsēts un no tā, augstā sprieguma rezultātā, tiek izrauti elektroni un paātrināti potenciālajā laukā anoda virzienā. Paātrinātie elektroni ietriecas metāliskā anodā. Rezultātā elektroni mijiedarbojās ar atomiem anodu veidojošajā materiālā. Tie var strauji nobremzēt laukā, ko ap sevi rada pozitīvi lādēts kodols, un zaudēto enerģiju emitēt fotona formā, ko kopumā dēvē par bremsējošo starojumu vai bremsstrahlung. Otra iespēja jau tika apskatīta sadaļā, kurā tika runāts par EDX jeb par atoma raksturīgo starojumu. [30]

Lai uzņemtu EDX spektrus, ir nepieciešams izmantot filtrus, lai iegūtu monohromatisku starojumu, bet rentgenstaru fluorescences mērījumiem šāda prasība vairs nav jāizpilda. Var izmantot gan raksturīgo, gan bremzējošo starojumu materiāla ierisināšanai, jo tiek pēfītas elektronu pārejas no ierosinātiem uz pamatstāvokļiem un plašs ierosinošo enerģiju diapazons ļauj novērot visas atļautās pārejas.



1.3.4. att. **Rentgena lampas shematiska uzbūve un darbības princips.**

Darbā izmanto rentgenstaru fluorescenci metode, lai konstatētu hroma luminiscenci. Teorētiski, redzamās gaismas diapazonā vajadzētu novērot tikai hroma emisijas pīķus, jo paša materiāla, alfa alumīnija oksīda, elektronu pāreju emisijas joslas novērojamas ultravioletajā spektrālajā diapazonā aizliegtās zonās klātbūtnes rezultātā. Kā arī šie mērījumi palīdzēs konstatēt optimālo hroma koncentrāciju, pie kuras ir novērojama visintensīvākā luminiscence, kura tiks izmantota tālākiem pētījumiem.

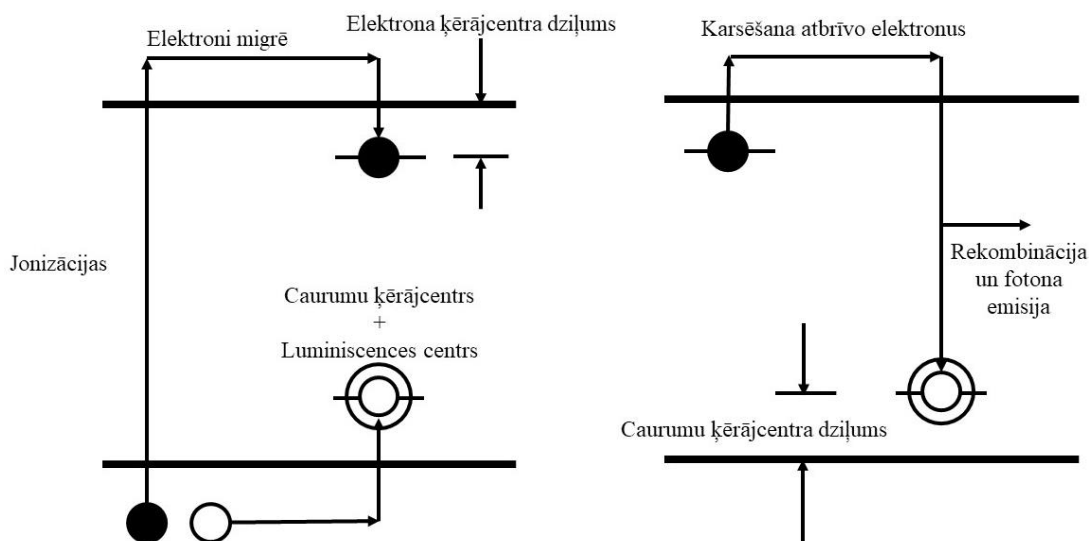
Pirms dozimetrisko īpašību noteikšanas nākas iepazīties ar termostimulētās luminiscences parādības pamatprincipiem un to, kā šī metode sasaistās konkrēti ar dozimetriju.

Termostimulētā luminiscences

Termostimulētā luminiscence, biežāk izmanto saīsinājumu TSL (termo stimulated luminescence), ir parādība, kad fononu radītās perturbācijas atbrīvo elektronu un/vai caurumu no tā slazda, kāda kristāliskā režģa defekta vai piejaukuma jona, un tas spēj rekombinēties emitējot fononu. Šī situācija fundamentāli neatšķiras no spontānas emisijas (att.1.3.5.). [31]

Termostimulēto luminiscenci dozimetrijā var pielietot izvēloties dielektrisku materiālu, kuram tipiski novērojams aizliegtās zonas platums ap vai virs 4 eV. Piejaukumjonu izveido divu veidu kristāliskos defektus. Defekti kalpo kā slazdi elektroniem vai caurumiem, kuri spēj

satvert un noturēt vienu vai otru potenciāla laukā. Tuvā apkārtnē ap slazdiem ir izvietoti luminiscences centri, kuri ir vietas, kur elektroniem un caurumiem ir atļauts rekombinēties. [32]



1.3.5. att. TSL shematiskais attēlojums.

Elektronu atbrīvošanās no slazdiem notiek ne tikai pieaugot, bet arī pie nemainīgas materiāla temperatūras. Fononi pakļaujas Boze-Einšteina statistikai. Pieaugot temperatūrai, pieaug absolūtais fononu skaits, kas svārstās ar gana augstu frekvenci jeb, kuriem piemīt gana liela enerģija, lai atbrīvotu elektronus no slazdiem. Tas nozīmē, ka pat pie zemām temperatūrām pastāvēs varbūtība, ka ķērājcentra tuvumā nonāks fonons ar gana lielu enerģiju, lai atbrīvotu elektronu, neatkarīgi no materiāla kopējās temperatūras. Šo efektu sauc par fading angļiski jeb par dzišanu latviski. Dozimetrijai tas nozīmē, ka dozimetrs atrodies istabas temperatūrā, ar laiku zaudē informāciju par absorbēto starojumu. Fadinga radītais efekts ir nevēlams galvenokārt tādēļ, ka tas ir nelineārs process, kas atkarīgs no centru skaita un momentānās augstfrekvenču fononu koncentrācijas. [24]

Par TSL uzskata visas fononu emisijas, kuru dabīgais dzīveslaiks atrodas robežās no minūtēm līdz tūkstošiem gadu. Apskatot spontāno emisiju un ņemot vērā papildus mijiedarbību ar fononiem un to varbūtību, dzīveslaiku var definēt atbilstoši:

$$\tau = s^{-1} \exp \left[\frac{E}{k_b T} \right], \quad (9)$$

kur s^{-1} ir konstante un E ir enerģijas atšķirība starp slazdu un ierosinātu stāvokli, saukta arī par slazda dziļumu.

No (9) vienādojuma var secināt, ka emisijas process ir eksponenciāli atkarīgs no materiāla momentānās temperatūras. Intensitāte jeb kopējā fononu emisija ir proporcionāla spontānās emisijas varbūtībai starp ierosināto un pamatstāvokli. Jāņem vērā, ka autors pieņem un aproksimē, ka varbūtība elektronam pāriet no ierosinātā uz pamatstāvokli ir nesalīdzināmi lielāka kā elektronam atgriezties slazdā.

$$I(t) = -C \frac{dn}{dt} = -C \frac{n}{\tau}, \quad (10)$$

kur C apzīmē proporcionalitātes koeficientu un n ir slazdā ieslēgto elektronu skaits. Integrējot (10) vienādojumu, iegūst, ka luminiscences intensitāte atkarībā no laika pie konstantas temperatūras ir:

$$I(t) = I_0 \exp\left[-\frac{t}{\tau}\right], \quad (11)$$

kur I_0 ir sākotnējā emisijas intensitāte, kad $t=0$.

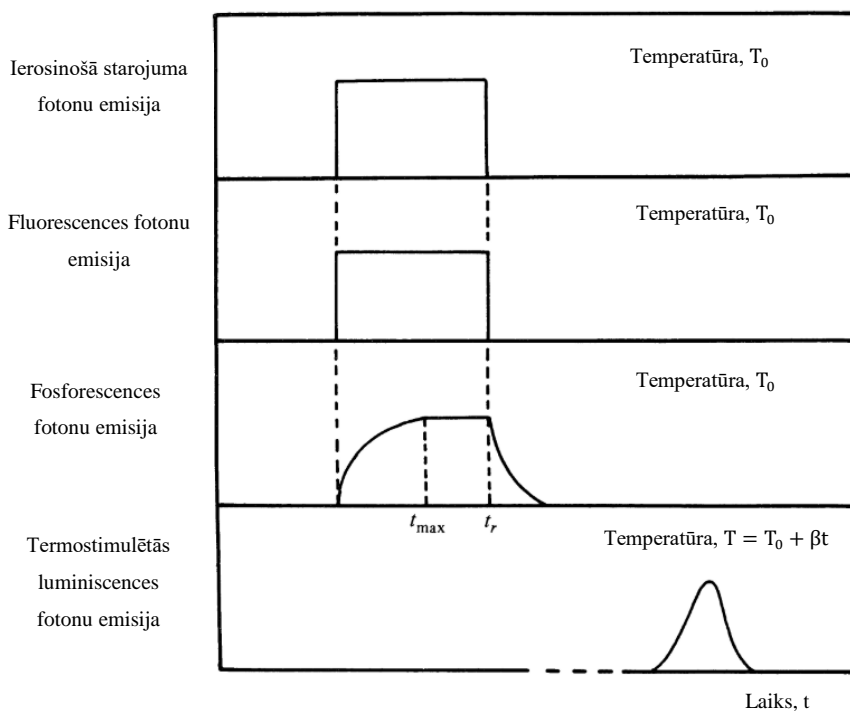
Praksē biežāk novēro augstākas kārtas emisiju, kuru var skaidrot ar to, ka fononi pie noteiktas temperatūras pakļaujas Bolcmaņa sadalījumam. Primāri atbrīvo slazdus ar enerģiju, kurai nepieciešamie fononi ir visblīvākie, bet praktiski tiek atbrīvoti arī dziļāki un seklāki slazdi. Šajā tuvinājumā tiek pieņemts, ka emisija ir proporcionāla ne tikai slazdu skaitam, bet arī rekombinācijas centru skaitam, līdz ar to:

$$I(t) = \alpha n^2, \quad (12)$$

$$I(t) = I_0 / (n_0 \alpha t + 1)^2, \quad (13)$$

kur α ir konstante. [33]

Shematiskais attēlojums, kas sasaista ierosinošā starojuma intensitāti (pirmais grafīks), momentānās emisijas jeb fluorescences intensitāti (kad dzīves laiks ierosinātam stāvoklim ir $\tau \leq 10^{-8} \text{s}$, otrais grafīks), fluorescences intensitāti (dzīves laiks ir $\tau \geq 10^{-8} \text{s}$, trešais grafīks) un termostimulētas luminiscences intensitāti (ceturtais grafīks), redzams attēlā 1.3.6.



1.3.6. att. Shematisks attēlojums saistībai starp ierosinošo starojumu un dažāda veida emisijām. [33]

Apstarojot paraugu ar jonizējošu starojumu, izveidojas brīvi elektroni un caurumi, kuri lokalizējas ķērājcentros. Galvenā doma ir – jo lielāku dozu absorbē materiāls, jo vairāki ķērājcentri tiek aizpildīti, kurus atbrīvo mijiedarbība ar fononiem. Balstoties uz šī efekta arī tiek izveidoti dozimetri. Par dozimetru kalpo materiāls, kura slazdu atbrīvošanai ir nepieciešamas temperatūras virs darba režīma. Šajā darbā tiek apskatīts un pētīts materiāls, kuram novērojama virs istabas temperatūras TSL, bet pirms dozimetrisko īpašību pētīšanas nepieciešams iepazīties, kādi ir dozimetri, un saprast, kādu dozimetru apskata šajā darbā.

1.2.4. Dozimetrija

Par dozimetru uzskata jebkuru ierīci, kura ir spējīga dot kādu samērāmu signālu, kurš ir atkarīgs no dozas, kura tikusi izkliedēta dozimetriskajā materiālā. Ideālā gadījumā ierīces uzrādītais signāls ir proporcionāls dozei un starojuma izkliede materiālā ir homogēna. Lielākajai daļai praktisku dozimetru ir lineāra proporcionalitāte noteiktam dozas diapazonam, visiem dozimetriem ir sagaidāma nelinearitāte ārpus noteiktā jeb darba reģiona.

Dozimetri galvenokārt iedalās divos veidos, diferencējošie jeb dozimetri, kas paredzēti noteikt dozas uzņemšanas ātrumu, un integrējošie jeb dozimetri, kas paredzēti kopējās uzņemtās dozas noteikšanai laika vienībā. Šajā pētījumā tiek pētītas alumīnija oksīda integrējoša dozimetra īpašības. [34]

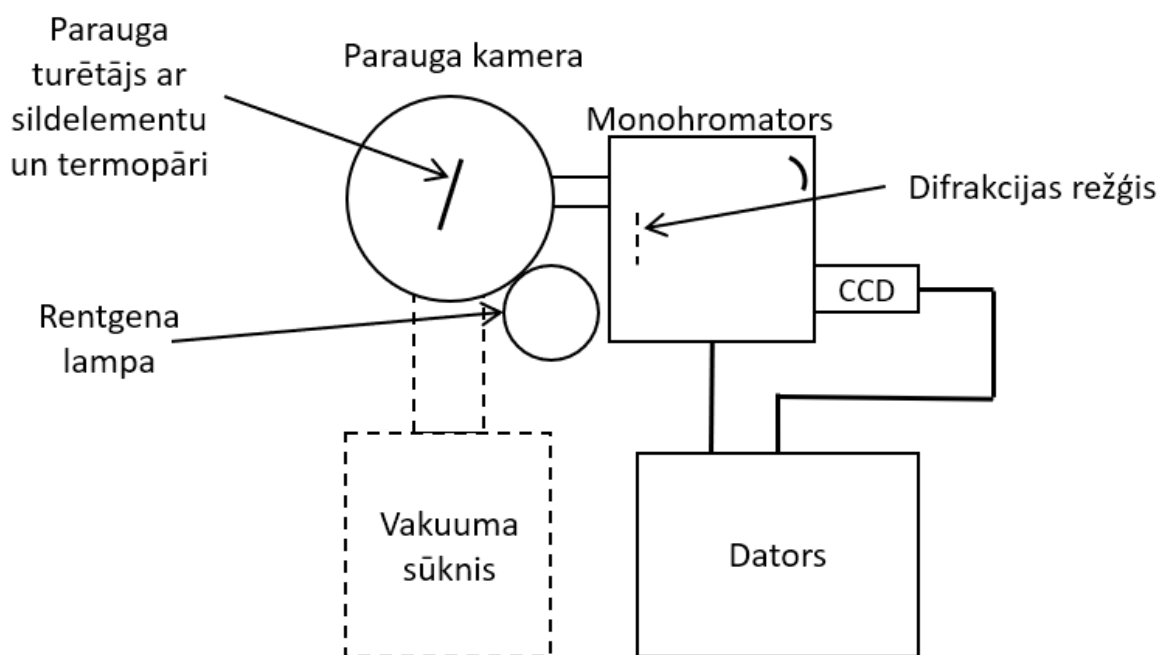
Integrējošam dozimetram ir ļoti svarīgi, lai tam nepastāvētu vērā ņemamas korelācijas ar radiācijas intensitāti jeb dozācijas ātrumu, vismaz robežās, kādās paredz dozimetra pielietošanu. Dozas ātrums no apakšas parasti nav ierobežots, jo atomu vai molekulu jonizācija nav salīdzināma ar apskatāmā ierosināta līmeņa dzīves laiku. No augšas diapazonu ierobežo paša materiāla mijiedarbība starp joniem, šajā gadījumā runa ir par jonu dozimetru, bet līdzīga parādība novērojama cietās un šķidrās vidēs. Izveidoto elektronu un caurumu pāru blīvums var sasniegt tādu vērtību, pie kuras tie sāk rekombinēt ar blakus esošajiem pāriem, kas var novest pie vājināta lasījuma vai tieši pretēji – pastiprināt nolasījumu, radot papildu luminiscences centrus lādiņiem, ieslēgtiem noteiktā ceļā termoluminiscējošā dozimetrā. [24]

2. EKSPERIMENTĀLĀ GAITA

Šīs nodaļas galvenais mērķis ir apskatīt darbā izmantotās iekārtas un sniegt kvalitatīvu skaidrojumu sākotnējo koncentrāciju izvēlei paraugu izveidei.

2.1. Izmantotās iekārtas

- Alumīnija fāze tiek noteikta, izmantojot pulvera rentgenstaru difraktometru Rigaku. Starojuma avots ir vara anoda rentgenstaru lampa ar cirkonija filtru. Lampai pielikts 40 kV spriegums un K_{α} joslas viļņa garums 1,5418 Å. Spektri tiek uzņemti no 10 līdz 70 grādiem ar mērījuma soli 0,05 grādi.
- XRL un TSL spektri tiek reģistrēti izmantojot ANDOR SR-303I-B monohromatoru ar 150 l/mm difrakcijas režģi. Spektrs tiek reģistrēts izmantojot lādiņsaites matricu (CCD, charge coupled device) ANDOR DU401A-BV un datu reģistrēšanas programmu ANDOR SOLIS. CCD kameras vietā var izmantot arī fotoelektronu pavairotāju jeb FEP, bet augstās luminiscences intensitātes dēļ un iespējas ātri un vienkārši apskatīt visu spektru vienlaikus, nevis tikai vienu konkrētu viļņu diapazonu, tas netika darīts. Shematiskajā attēlojumā (2.1.1. att.) vakuuma sūkņi iezīmēti ar raustītu līniju, jo tas atrodas zem parauga kameras, kurš tiek izmantots, lai ierosinotais starojums sasniegtu paraugu, nejonizētu parauga kamerā esošo gāzu maisījumu un neizraisītu parauga turētāja oksidāciju. Kamerā tiek nodrošināts zemāks nekā 10^{-5} Torr liels spiediens, izmantojot turbomolekulāro sūkni ILMVAC GmbH CD 215.
- XRF mērījumi tiek uzņemti izmantojot EAGLE μ Probe III. Rentgena lampai tiek izmantots 40 kV spriegums un 10 μ A strāva, kuras stars fokusēts 200x200 μ m lielā riņķveida laukumā uz parauga virsmas.
- SEM un EDX mērījumi tiek uzņemti, izmantojot TESCAN LYRA3 XM. SEM mērījumiem paraugi tiek noklāti ar 10 nm biezu oglekļa slāni, lai novērstu virsmas uzlādi, un tiek pielikts 15 kV paātrinotais spriegums.



2.1.1. att. Mēriekārtas shematiskais attēlojums.

2.2. Izvēlētas koncentrācijas

Dozimetra galvenie raksturojošie faktori ir dozas jutība un luminiscences intensitāte. Materiāls, kurš izrāda augstu dozas jutību, bet kura luminiscences reģistrēšana ir apgrūtināta, neradīs pielietojumu industriālā jomā. Tāpat arī materiāls, kura dozas jutība ir maza, lai gan luminiscences intensitāte ir ļoti augsta. Abus faktoros ietekmē legēto jonu koncentrācija. Piejaukumjoni izraisa kristāliskā režģa defektus. Ja defekti novietojās tik tuvu, ka tie var rekombinēties savstarpēji, samazināsies materiāla jutība pret lielākām dozām. Lielākas jonizējošā starojuma dozas palielinās elektronu un caurumu skaitu ķērājcentros un pieaugs varbūtība slazdiem savstarpēji mijiedarboties. Luminiscences intensitāti ietekmē arī luminiscences centru blīvums. Lielāka piejaukumjonu koncentrācija radīs papildus centrus jeb vietas, kur rekombinācija ir atļauta. Paralēli var tik izsaukts luminiscences intensitāti samazinošs faktors, kurš šajā darbā tiek arī novērots un apspriests rezultātu sadaļā.

Darba pirmais uzdevums ir optimizēt hroma koncentrāciju, lai iegūtu intensīvāko TSL intensitāti, jo tā varam atrast lielāko luminiscences intensitāti un vienlaikus lielāko dozas jutību. Sākotnēji tika sintezēti četri paraugi. Hroms sastādīja 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 masas procentus no reakcijas izejvielām. Paralēli tika sintezēts viens kontroles paraugs, kuram netika pievienots hroms. Koncentrāciju izvēle balstījās uz literatūru par rubīna lāzeriem un ar oglekli legētiem

alumīnija oksīda dozimetriem. Rubīna lāzers satur 0,05 w% hroma oksīda. [35] Šādu pašu koncentrāciju izmantoja, pētot mikro un nano mēroga ar oglekli leģēta alumīnija oksīda dozimetriskās īpašības. [36] Tika izvēlēts plašs piejaukumjonu koncentrāciju diapazons, jo iebūvēšanās efektivitāte ir neparedzama, bet galvenokārt īsā sintēzes laika dēļ. Plašāka diapazona apskatīšana nesagādāja papildus apgrūtinājumu.

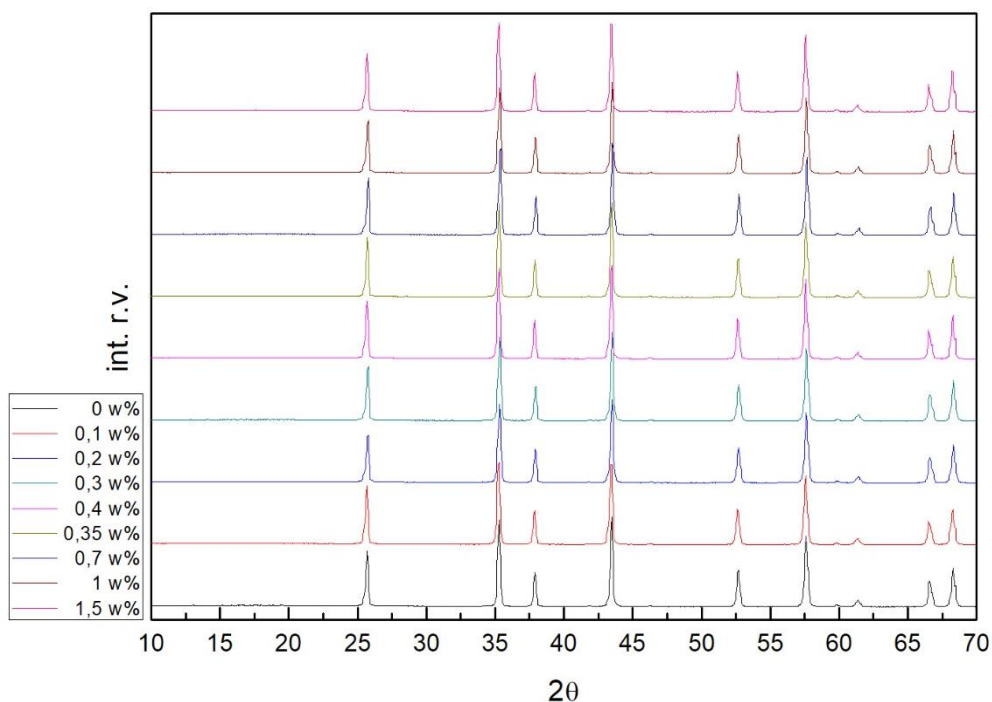
Sākotnēji paraugi tika presēti tabletes. Veicot luminiscences mērījumus un XRF varēja novērot eiropija un terbija klātbūtni, kuri noteikti iemaisījās paraugos presēšanas rezultātā, kur savukārt tie nonāca, presējot citu pētījumu paraugus. Paraugi tika presēti alumīnija turētājos ar cilindriskas formas izurbumu, kas arī novērsa paraugu drupšanu un šķelšanos mazākos fragmentos, ko varēja novērot tabletēm. Veicot termiski stimulētās luminiscences mērījumus, tika novērota luminiscences intensitātes augšana un tad strauja krišana pieaugot koncentrācijai, bet vienlaikus straujš lēciens pie 0,4 w%.

Pamatojoties uz mērījumu rezultātiem un vizuāli novērojamo gaismas absorbciju spektra redzamajā diapazonā, tika pieņemts lēmums atkārtot paraugu sintēzi, paaugstinot atkarsēšanas temperatūru līdz 1400 °C, lai izdedzinātu atlikušo organisko vielu daļu un palielinātu hroma oksīda difūziju alumīnija kristāliskajā režģī, mazinot varbūtību, ka hroms izveidos saites ar alumīnijā esošajiem piejaukumjoniem. Vienlaikus tika palielināts apskatīto koncentrāciju apgabals, lai pārlicinātos, ka novērotais lēciens bija kļūda, nevis patiešām novērojams efekts. Paraugi tika sintezēti ar 0,1; 0,2; 0,3; 0,35; 0,4; 0,7; 1; 1,5 masas procentiem hroma attiecībā pret alumīnija oksīdu šķīdumā, kā arī jauns kontroles paraugs ar paaugstināto karsēšanas temperatūru.

3. REZULTĀTI UN ANALĪZE

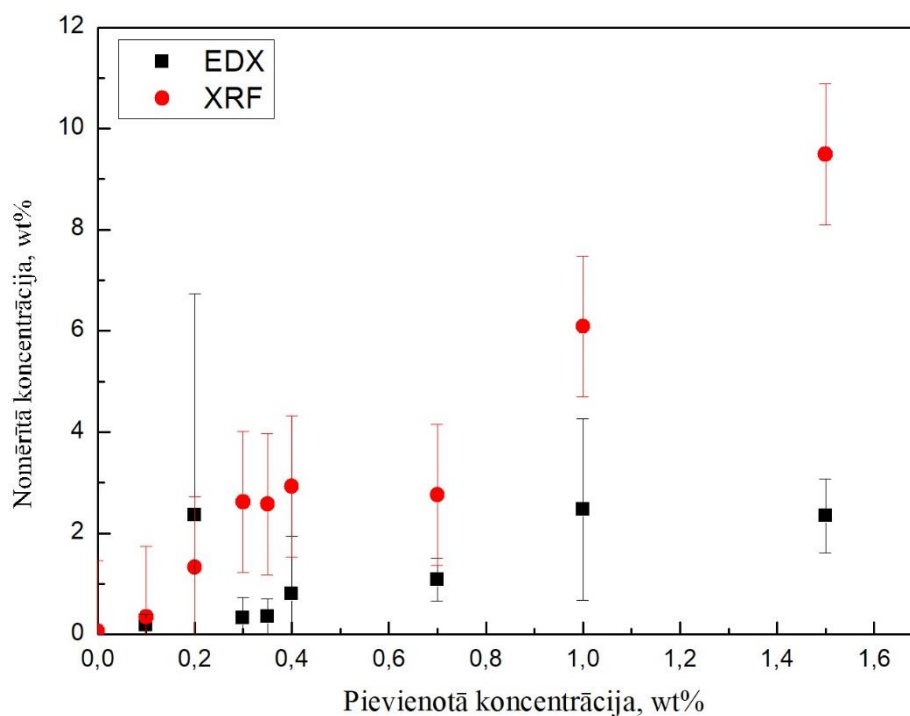
3.1. Alumīnija-hroma īpašības

Visi XRD mērījumi tika uzņemti pēc sintēzes procesa. Salīdzinot iegūtos datus ar literatūras avotiem, visas daļiņas ir ieņēmušas alfa kristālisko fāzi.[37], [38] Visi XRD spektrā redzami maksimumi atbilst alumīnija alfa fāzei, netiek konstatēts nekādas citas fāzes piemaisījums vai arī citu fāžu klātbūtne atradās ārpus detektēšanas robežas attiecīgajai iekārtai. Tikai alfa fāzes pīķu klātbūtne nozīmē, ka ir iegūti augstas fāzes tīrības paraugi. (3.1.1. att.)



3.1.1. att. Visu pētīto paraugu rentgen difrakcijas uzņēmumi.

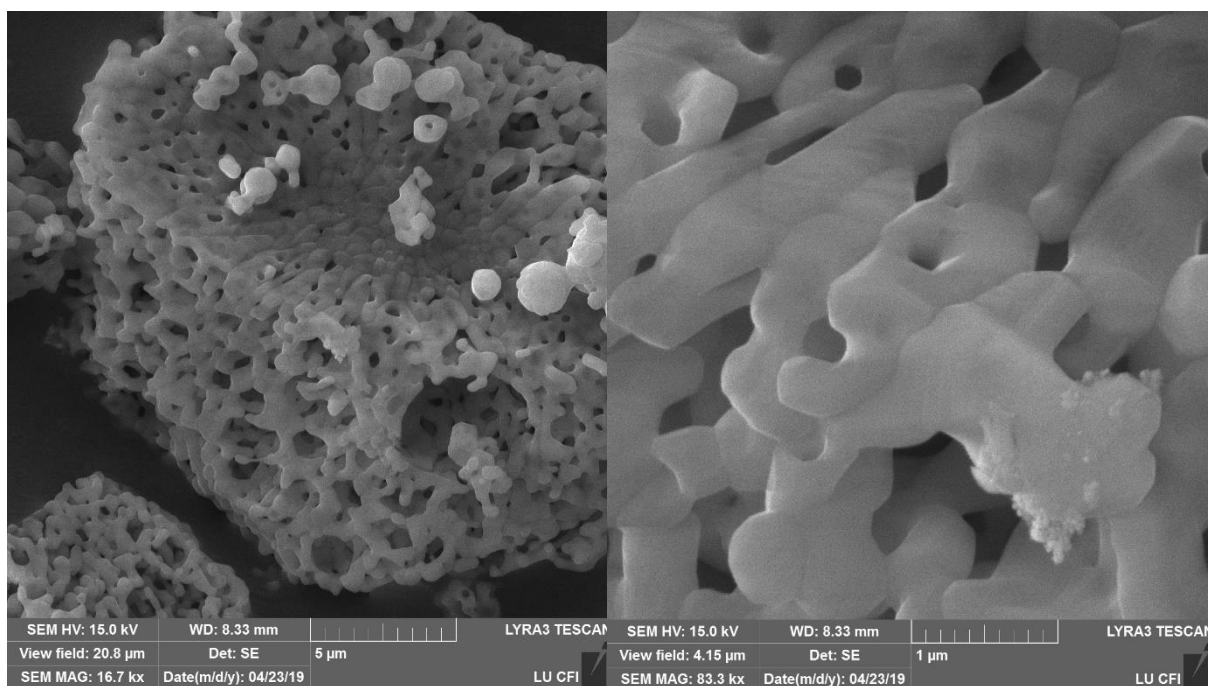
Paraugiem veikta arī sastāva analīze. Veikti gan EDX, gan XRF mērījumi. Salīdzinājums starp pievienoto un nomērīto hroma oksīda koncentrāciju redzams attēlā 3.1.2. Rezultāti nav nekādā vērā ņemamā veidā interpretējami, jo iekārtu detektēšanas robeža ir augstāka par praktiski pievienoto koncentrāciju. Var secināt, ka paraugi satur hroma oksīdu un to koncentrācija pieaug. Veicot EDX mērījumus, iekārta prognozē aptuveno mērījuma standartnovirzi, bet vietās, kurās netika detektēts hroms, tā uzrādīja kļūdu 0, tādēļ mērījums tika



3.1.2. att. Salīdzinājums starp pievienoto koncentrāciju un nomērīto EDX un XRF koncentrāciju.

atkārtots 9 punktos katram paraugam un aprēķināta vidējā standartnovirze uzrādītajai koncentrācijai. XRF mērījumu iekārta arī uzrādīja kļūdu, bet relatīvajās intensitātes vienībās nevis masas procentos. Lai izvairītos no papildus aprēķiniem, mērījums tika veikts 6 punktos, izrēķināta standartnovirze un tā piekārtota pārējiem mērījumiem, tuvināti pieņemot, ka visiem paraugiem tā ir aptuveni vienāda.

Paraugiem veica SEM uzņēmumus, lai noteiktu daļiņu izmēru un savstarpējo novietojumu. (3.1.3. att.) No iegūtajiem rezultātiem var secināt, ka 1400 °C liela temperatūra un 4 stundu garais karsēšanas laiks bija apmierinoši apstākļi, lai nano daļiņas sāktu savienoties un veidot porainu keramiku. Kreisajā pusē novērojams viens šāds daļiņu kopums, labajā pusē var novērot daļiņas, kuras vēl atrodas augšanas procesā. Šie uzņēmumi norāda uz to, ka pie zemākas temperatūras un īsāka karsēšanas laika var laboratorijas apstākļos iegūt nano daļiņas un ka šīs nano daļiņas var izmantot keramiku izveidei.

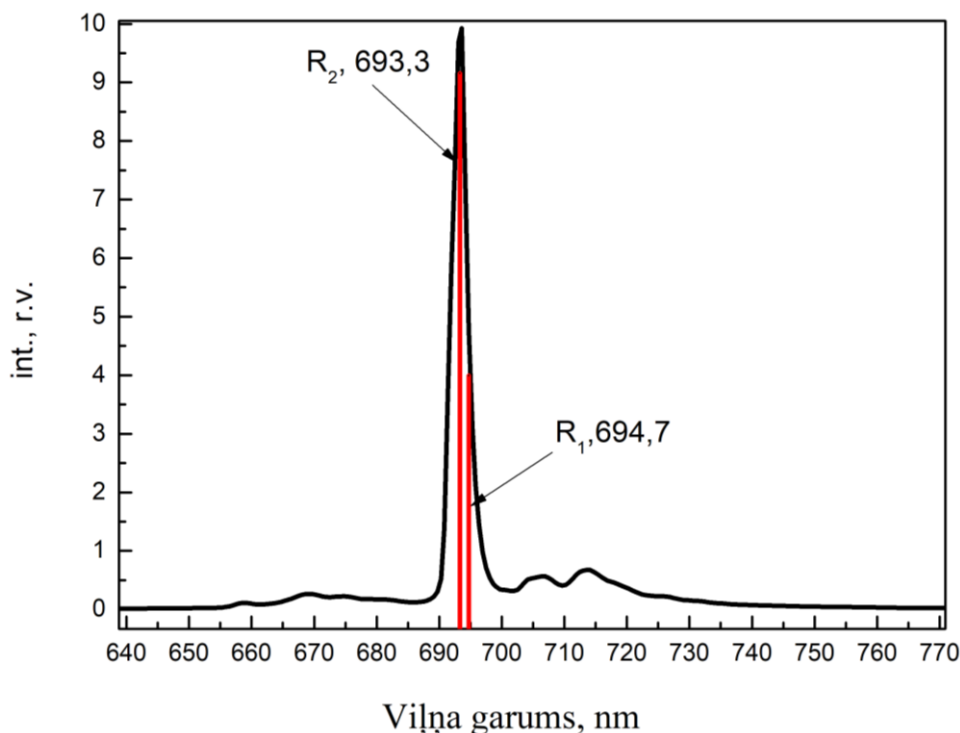


3.1.3. att. SEM uzņemtie attēli.

3.2. Luminiscences spektrs ar aprakstu

Rentgenluminiscences spektrālie uzņēmumi tikai veikti visiem paraugiem pirms TSL mērījumiem. Spektrālā uzņēmuma piemērs redzams attēlā 3.2.1. Spektri uzņemti ar spraugas platumu 50 μm, istabas temperatūrā un ar rentgenstaru lampai pieliktu 30 kV spriegumu un 10

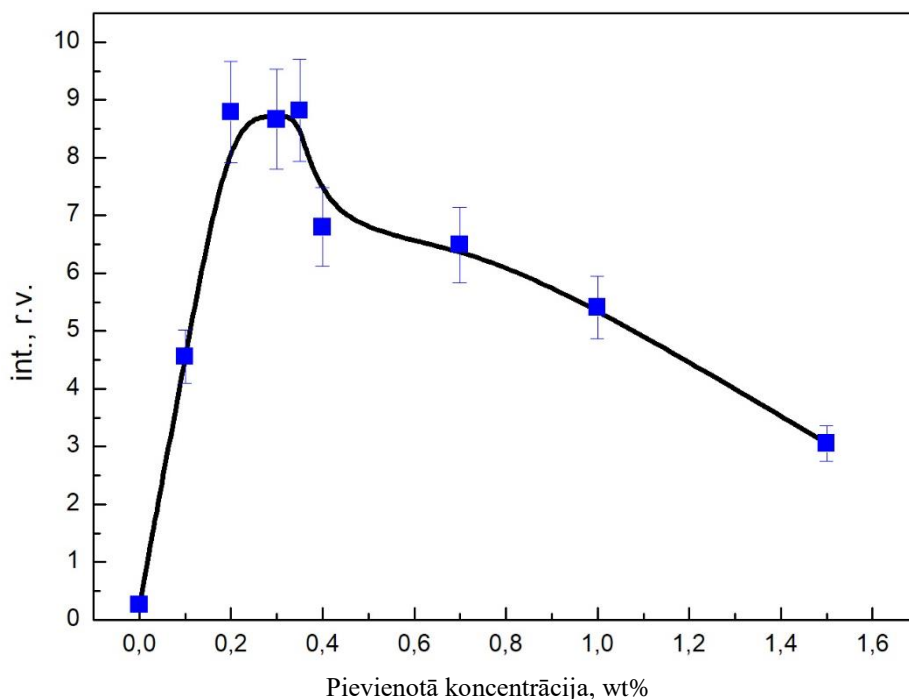
μA strāvu. Režģa mazais līniju skaits un platā sprauga neļāva novērot R_1 un R_2 joslas individuāli, tās saplūda kopā.



3.2.1. att. **Rentgen luminiscences spektrs.**

Spektrā ir novērojams $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}^{3+}$ raksturīgās līnijas R_1 , R_2 un N, kuru viļņu garumi ir atbilstoši 694,3, 692,9 un 704 nm. R_1 un R_2 līnija veidojās elektronam ierosinoties no pamatstāvokļa 4A_2 uz atbilstoši 4T_2 un 4T_1 stāvokļiem, kuru enerģijas ir aptuveni 2.2 un 3.0 eV virs pamatstāvokļa. Elektroni relaksējas, emitējot fononus, uz metastabilu 2E līmeni, no kura atgriežoties 4A_2 tiek emitēti fotoni ar 694,7 un 693,3 nm viļņu garumiem. Viļņu garumu atšķirība rodas elektrona spina un orbitalā momenta mijiedarbības rezultātā. Vājākā N līnija ap 704 nm tiek skaidrota kā divu tuvu hroma atomu mijiedarbība. Platākā emisijas josla ap 715 nm tiek skaidrota kā hroma atomu klastera savstarpējā mijiedarbība. [39]

Apskatot rentgenstaru luminiscences intensitātes atkarību no pievienotās hroma koncentrācijas (3.2.2. att.), nevar viennozīmīgi izvēlēties piemērotāko paraugu dozimetriskiem pielietojumiem, tādēļ veikti TSL mērījumi visiem paraugiem un izvēlēts atbilstošākais, balstoties uz integrālo luminiscenci visā mērījuma diapazonā. Iegūtajiem rezultātiem kā kļūda tiek norādīta aptuveni novērtētā operatora kļūda. Kļūda tika noteikta atkārtoti veicot mērījumu, bet nedaudz izmainot parauga turētāja leņķi pret monohromatora ieejas spraugu. Novērota intensitātes izmaiņa par aptuveni 10% no reģistrētas intensitātes.



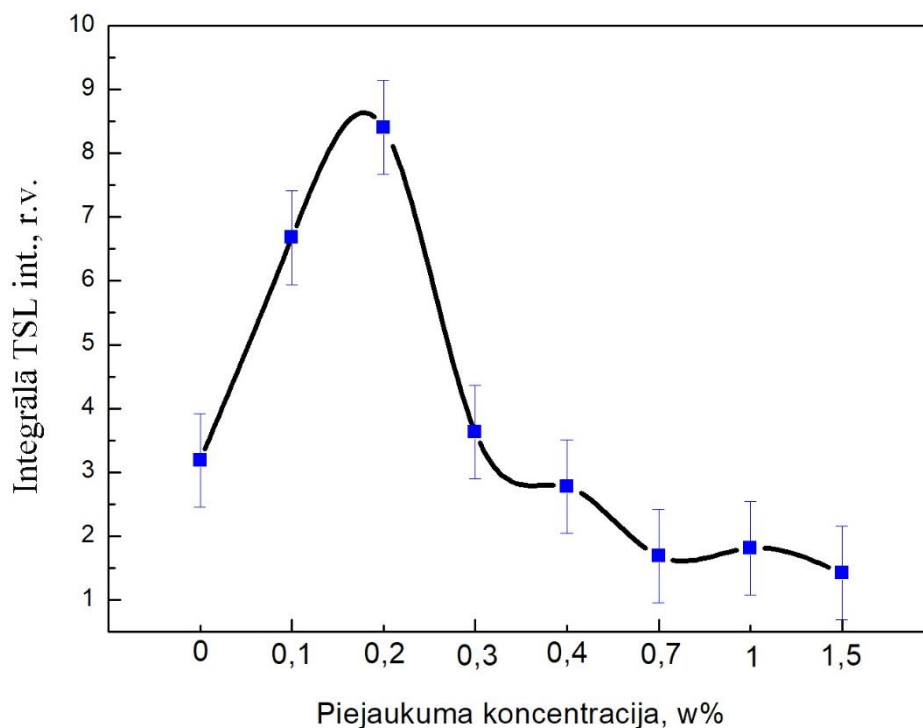
3.2.2. att. **Materiāla rentgenstaru luminiscences intensitātes atkarība no pievienotās hroma koncentrācijas.**

3.3. TSL līknes

Tika uzņemti TSL mērījumi ar spraugas platumu ($500 \mu\text{m}$), apstarošanas laiku 30 minūtes, diapazonu no 20 līdz $450 \text{ }^\circ\text{C}$ un rentgenlampas parametriem 30 kV un 10 mA. (3.3.1. att.) Kļūda tika noteikta 3 reizes veicot TSL mērījumu vienam paraugam, nedaudz izmainot turētāja leņķi. Integrālās luminiscences gadījumā kļūdas absolūtā vērtība tika integrēta pa to pašu apgabalu.

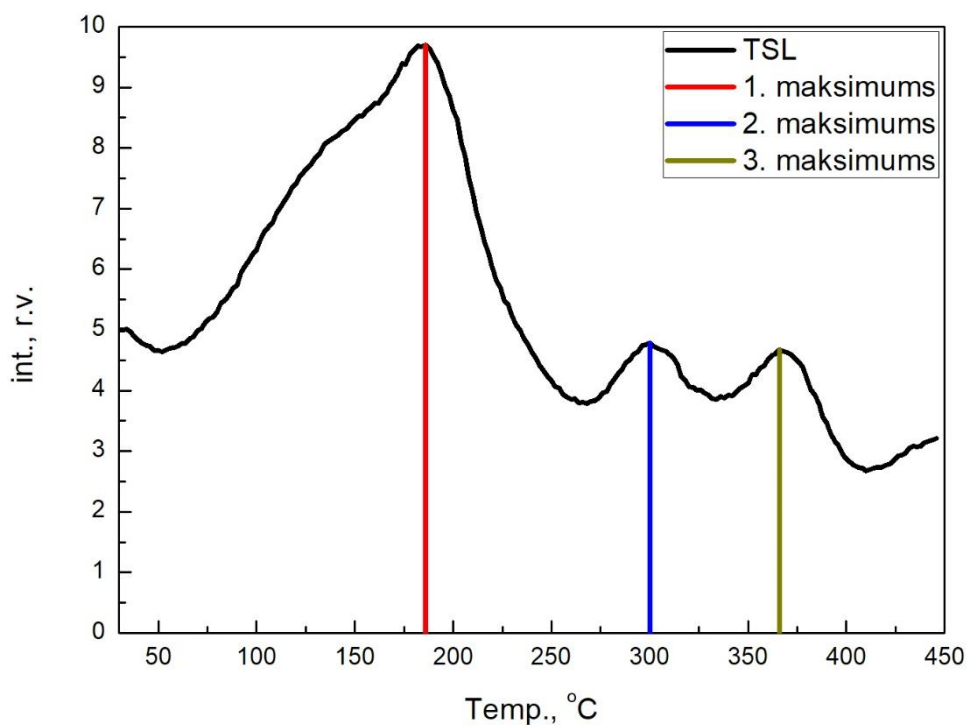
Iegūtajā grafikā redzams pieaugums luminiscences intensitātē un straujš kritums. Pieaugums ir skaidrojams ar faktu, ka hroma atomu skaits materiālā pieaug, līdz ar to pieaug luminiscences centru skaits. Straujš kritums skaidrojams ar efektu, kuru angļiski sauc par quenching. Pašabsorbcija, saukta arī par iekšējā filtra efektu, novērojamas pēc maksimālās piejaukumjonu emisijas sasniegšanas. Izveidojas koncentrāciju apgabals, kurā fotonu absorbcija pieaug straujāk kā emisija. Pie augstām koncentrācijām var izmainīties arī emisijas spektrs, jo absorbcija un emisija ir atkarīga no viļņa garuma. [40]

Pēc iegūtajiem rezultātiem var secināt, ka visaugstākā termostimulētās luminiscences efektivitāte novērojama paraugam ar 0,2 w% hroma legējumu. Šim paraugam tika veikta dozimetrisko īpašību izpēte, kura tiks analizēta nākošajā nodaļā.

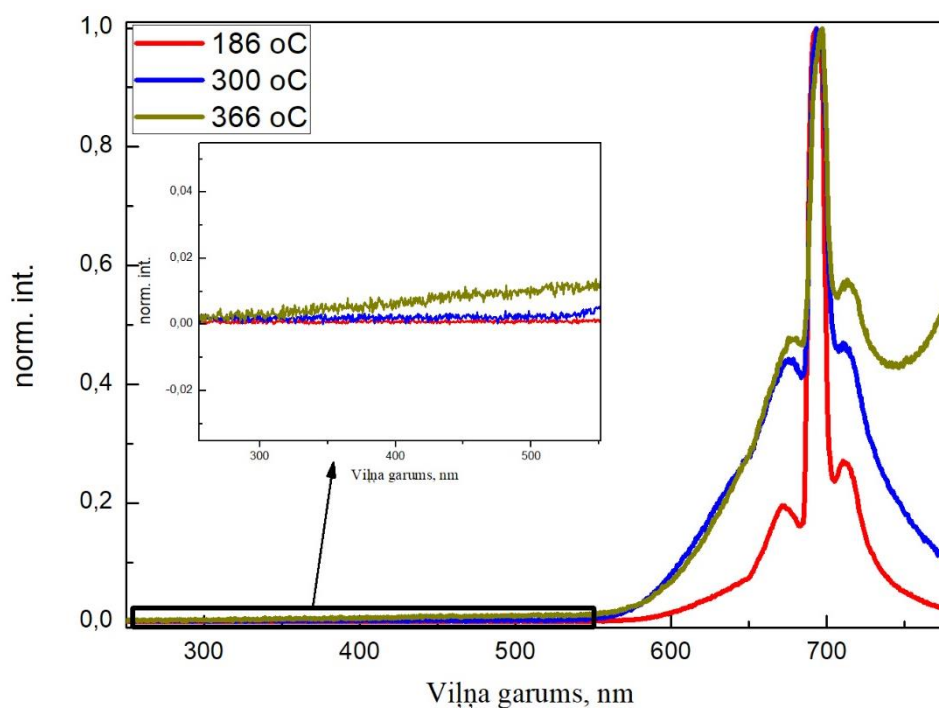


3.3.1. att. TSL mērijumi integrēti no 28 līdz 450 °C.

Alumīnija oksīdam ir novērojami četri emisijas maksimumi (3.3.2. att.). Zemo temperatūru maksimumi ap 136 un 184 °C veidojas seklu elektronu slazdu jeb režģa defektu rezultātā, augstāko temperatūru maksimumi ap 300 un 366 °C veidojas dziļāku slazdu dēļ. [41] Apskatot spektrus pie šiem maksimumiem, ir novērojamas tikai hroma emisijas joslas. Tas norāda uz to, ka luminiscences procesā galvenokārt piedalās tikai hroma atomi. (3.3.3. att.)



3.3.2. att. TSL mērijums 696 nm joslai.



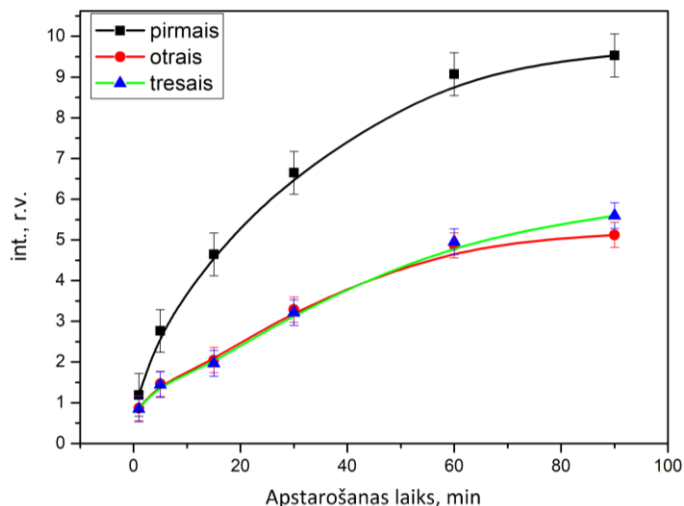
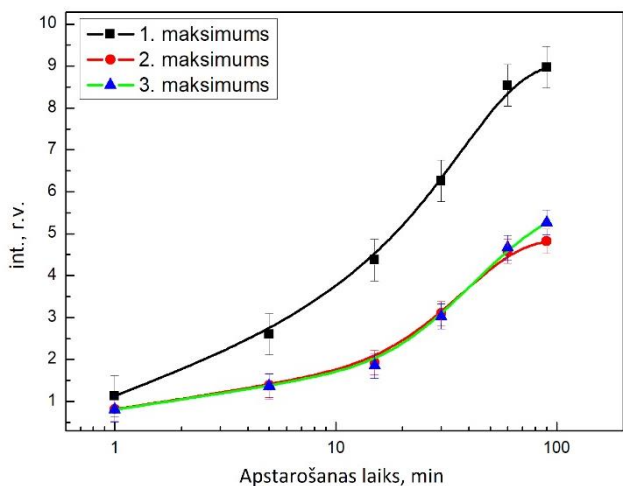
3.3.3. att. TSL maksimumu emisijas spektri.

3.4. Dozimetriskās īpašības

Balstoties uz TSL mērījumu integrālluminiscences rezultātiem un ņemot vērā emisijas maksimumu intensitātes, paraugs ar 0,2 w% hroma oksīda izvēlēts sīkākai izpētei. Paraugs trīs dienu laikā tiek pakļauts atkārtotiem TSL mērījumiem. Trīs dienu intervāls tiek pieminēts šajā nodaļā, jo vienas dienas laikā iespējams reģistrēt 2 līdz 3 mērījumus. Paraugs dienas beigās izņemts no iekārtas un nākošās dienas sākumā iekārtai veikta vizuāla pārbaude un nepieciešamības gadījumā veiktas korekcijas termopāra stiprinājumam. Parauga izņemšana un ievietošana, kā arī iekārtas neliela novirze no leņķa ievieš operatora kļūdu, par kuru sīkāk sadaļā par iekārtu kļūdām.

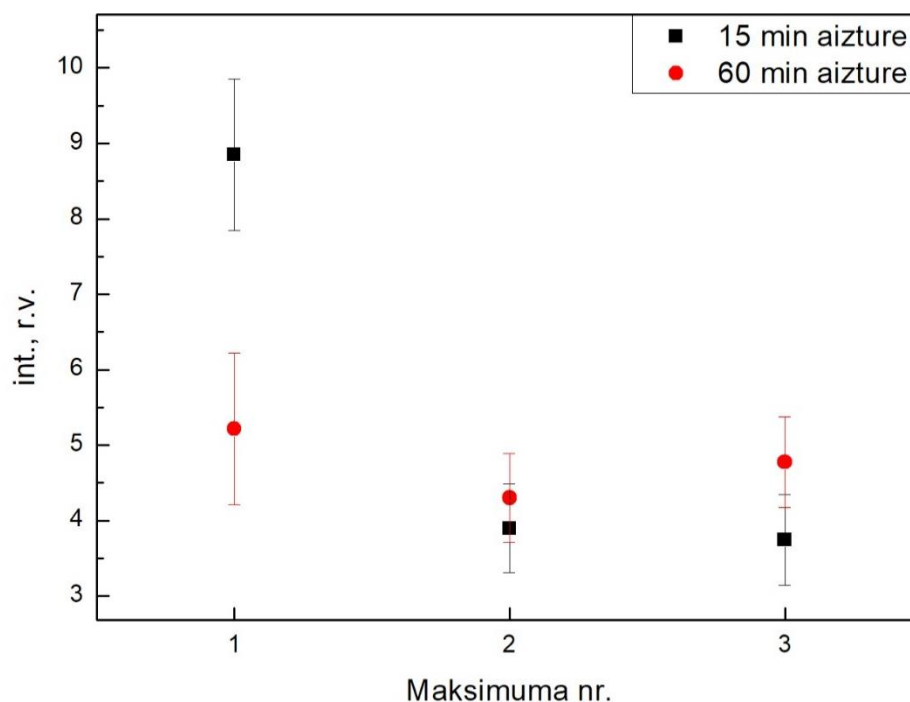
Visiem mērījumiem ievērots viens pēcspīdēšanas aiztures laiks: 10 minūtes. Lai iegūtu pilnu dozimetrisko līkni, tika izvēlēti apstarošanas laiki 1, 5, 15, 30, 60 un 90 minūtes. [42], [43] Mērījumu rezultāti redzami attēlā 3.4.1. Aplūkojot grafikus, ir iespējams secināt, ka trešais emisijas maksimums ir vispiemērotākais dozimetra izveidei, jo to vismazāk ietekmē intensitātes dzišana. Lai pierādītu, ka pirmais maksimums ir nepiemērots dozimetrijai, tika veikts mērījums, kura laikā paraugs

tika apstarots 15 minūtes un ieturēta 60 minūšu aizture starp apstarošanu un mērījumu. (3.4.2. att.)



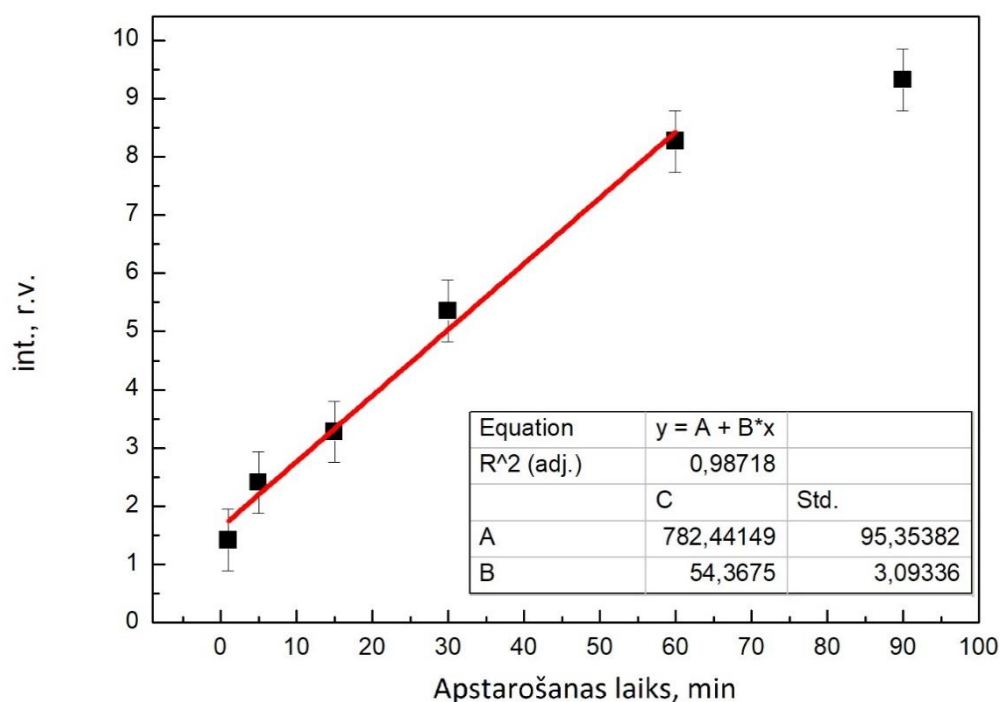
3.4.1. TSL maksimumu intensitātes atkarība no apstarošanas laika.

Var redzēt, ka pirmā maksimuma intensitāte samazinājās par 40%. Tas nozīmē, ka pirmajam maksimumam ir novērojama izteikta dzišana laikā, tādēļ tas nav piemērots dozimetra izveidei. Vienlaikus var novērot, ka otrā un trešā maksimuma intensitāte pieauga. Šāda situācija izveidojās, jo otrajā reizē paraugs uzņēma lielāku dozu. Neliela atšķirība rengenstaru lampas izslēgšanas laikā ievērojami ietekmē izstaroto dozu. Vienlaikus var novērot, ka atšķirība starp 15 un 60 minūtēm otrajam maksimumam ir mazāka kā trešajam. Tas norāda uz to, ka, lai gan nedaudz, otrajam maksimumam arī novērojama dzišana laikā. Otrā maksimuma dzišanu var novērot arī 3.4.1. attēlā. 90 minūšu mērījuma laikā otrais maksimums izrādīja straujāku intensitātes sarukumu kā trešais maksimums. Novērotais efekts tika apskatīts sadaļā par TSL.

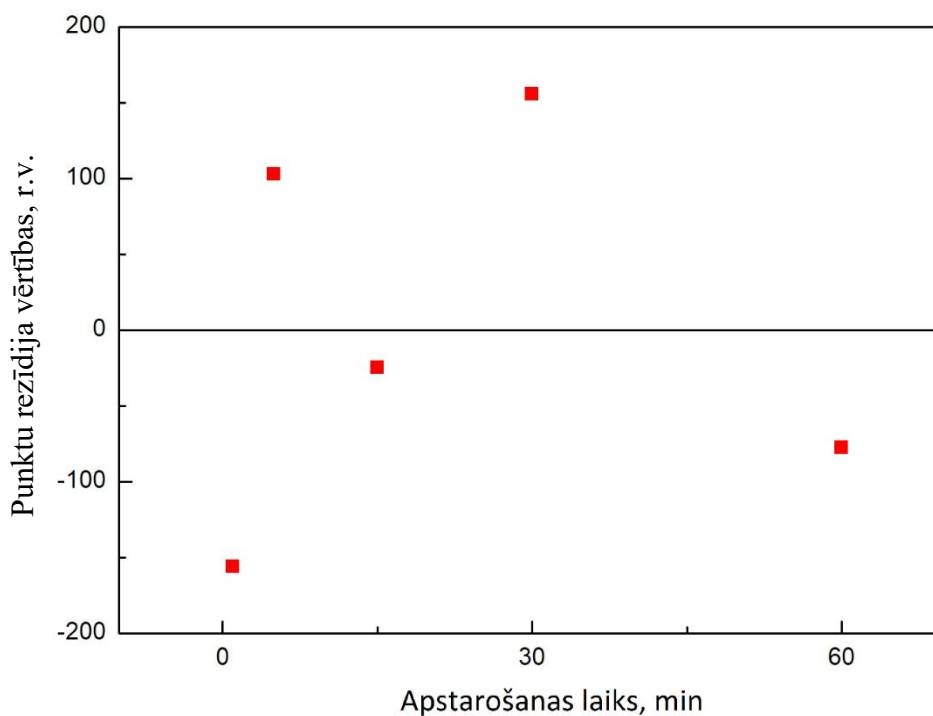


3.4.2. att. Intensitātes izmaiņa pieaugot aiztures laikam.

Aplūkojot mērījumu rezultātus lineārā skalā un veicot vizuālu novērtējumu, ar hromu legēta alumīnija oksīda izrāda lineāru reakciju uz apstarošanas laiku no 1 līdz 60 minūtēm. Šī intervāla iekļautie punkti ir aproksimēti ar taisni. (3.4.3. att.) Tika novērota ļoti augsta atbilstība lineārai taisnei. Pielāgotā R^2 kvadrāta vērtība bija 98,12%, analizējot rezīdiju grafisko attēlojumu netika novērota apakšfunkcija, kura labāk aprakstītu minēto apstarošanas laika reģionu. (3.4.4. att.)



3.4.3. att. Trešā maksimuma intensitātes atkarība no apstarošanas laika un linearitātes pārbaude.



3.4.4. att. Rezīdiju grafiskais attēlojums.

3.5. Salīdzinājums ar TLD-500

TLD-500 ir jau industriāli izmantojams ar oglekli leģēts alfa fāzes alumīnija oksīds. Pirmo reizi apskatīts 1990. gadā. Ir noteikts, ka materiāla linearitātes apgabals atrodas robežās no 10^{-6} līdz 1 Gy (Grejs). [4] $1 \text{ Gy} = 1 \frac{\text{J}}{\text{kg}} = 100 \text{ rad}$. Citā literatūras avotā tika pētīts materiālu linearitātes apgabals pie augstām dozām. Publikācijā [44] ir norādīts linearitātes apgabals no 80 līdz 800 kGy.

Šī darba ietvaros materiāla absorbētās dozas noteikšana ir ievērojami apgrūtināta, jo parauga virsmas laukums nav precīzi nosakāms. Kā arī izmantotās rentgena lampas emitētā doza nav kalibrēta pēdējo gadu laikā. Dozas daudzums tiks stipri aproksimēts, pieņemot ka distance līdz paraugam no lampas centra ir 10 cm, izmantotais spriegums ir precīzi 30 kV un strāvas stiprums 10 mA. Dozas skaitliskais novērtējums ir veikts izmantojot dozas kalkulatoru Rad Pro Calculator 3.26.

Aprēķinātais emitētais dozas daudzums ir 98,77 Gy/min. Tiek pieņemts, ka šī ir kopējā parauga absorbētā doza vienā minūtē. Tātad noteiktais linearitātes diapazons ar hromu leģētam alfa alumīnija oksīdam ir no 98,77 līdz 5926,2 Gy. Tā kā tiek veikta ievērojama aproksimācija, tad var teikt, ka reģions ir aptuveni no 100 Gy līdz 5 kGy. Jāņem vērā, ka darbā izmantotā

rentgenstaru lampa ir salīdzinoši veca, tādēļ tā ir diezgan neefektīva, tādēļ ar programmu aprēķinātā doza noteikti ir mazāka.

Darbā aplūkotais materiāls ir piemērots lielu dozu reģistrēšanai, kas ir svarīgi kodolreaktoros un citās vietās, kur ikdienā jāsaskaras ar lielām jonizējošā starojuma dozām. Medicīniskiem nolūkiem šī parauga linearitātes apgabalu ir iespējams izmantot. Interneta resursos par letālu dozu tiek norādīts 8 Gy liels apstarojums, ja to saņem viss cilvēka organisms.

[45]

4. KOPSAVILKUMS UN SECINĀJUMI

Darbā apskatīts potenciāli jauns dozimetriskais materiāls, kurš līdz šim vēl nav pietiekami pētīts šādam nolūkam. Lai spētu novērtēt pētījuma aktualitāti un atbilstoši izskaidrot novērotās fizikālās parādības, tika veikta zinātnisko rakstu izpētē šajā fizikas nozarē un pamatprocesu teorijas apguve. Darbā iegūtie dati rāda, ka Al_2O_3 aktivets ar 0,2 wt% Cr_2O_3 varētu būt tuvs optimālam materiālam izmantošanai dozimetrijā.

Darba rezultātā piedāvātie secinājumi:

1. Ar sol-gel polimerizētā kompleksa metodi ir iespējams izveidot ar hromu aktivētu alumīnija oksīdu pielietojumiem dozimetrijā.
2. Organisko vielu pārpalikums sintezētajā $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}_2\text{O}_3$ pasliktina materiāla dozimetriskās īpašības, tādēļ organisko vielu pārpalikuma novēršanai nepieciešama materiāla apstrāde augstā temperatūrā.
3. Palielinot $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}_2\text{O}_3$ hroma koncentrāciju līdz 0,2 wt% novērojams dozimetriskā TSL intensitātes pieaugums, kas saistāms ar Cr luminiscences centru skaita pieaugumu, savukārt virs 0,2 wt% novērojams TSL intensitātes kritums, kas saistāms ar koncentrācijas dzēšanos.
4. Trešais TSL maksimums ap 366 °C ir stabilāks nekā pirmie divi TSL maksimumi pie zemākas temperatūras, tāpēc ir piemērotāks dozimetriskiem mērījumiem.
5. Materiāls izrāda dozimetriskā TSL lineāru atkarību no apstarošanas laika no 1 līdz 60 minūtēm, kas tuvināti atbilst no 100 Gy līdz 5 kGy. Materiāls spēj reģistrēt dozas, kuras nav iespējams konstatēt izmantojot ar oglekli aktivētu alumīnija oksīdu.

Turpmākiem pētījumiem pastāv potenciāls optimizēt materiālu nosakot nepieciešamo Cr_2O_3 koncentrāciju 0,01 w% precizitāti, lai iegūtu funkcionālu materiālu ar intensīvāku luminiscenci, un iespēja atkārtot pētījumu ar sīkāku apstarošanas laika soli, lai precīzāk noteiktu linearitātes apgabala robežas.

Darbā iegūtie rezultāti tiks publicēti un tiks prezentēti internacionālā konference „**Advanced Materials and Technologies**” Palangā.

5. AUTORA IEGULDĪJUMS

Darba autors palīdzēja ar darbā izmantoto paraugu sintēzē, patstāvīgi veica darba pilnvērtīgai izstrādei nepieciešamos termostimulētās luminiscences un dozimetrisko īpašību noteikšanas mērījumus, kā arī patstāvīgi veica literatūras un publikāciju apskatu. Ar kolēģu palīdzību veica datu analīzi, rentgenluminiscences mērījumus, kā arī apstarošanu TSL mērījumiem.

Darba autors izgatavoja filtru turētāju darbā izmantotajai luminiscences reģistrēšanas iekārtai un piedalījās esošo iekārtu modificēšanā.

Darba rezultāti ir apkopoti un sagatavoti publicēšanai zinātniskajā žurnālā tuvāko trīs mēnešu laikā. Publikācija darba autors būs galvenais autors.

Darba rezultāti tika prezentēti gadskārtējā LU CFI konferencē 2019. gadā, kā arī tiks prezentēti konferencē “**Advanced Materials and Technologies 2019**”.

6. PATEICĪBAS

Autors izsaka lielu pateicību darba izstrādāšanā:

- darba vadītājam Aleksejam Zolotarjovam par palīdzību ar iegūto rezultātu analīzi, literatūras interpretāciju un par padomu sniegšanu;
- laboratorijas vadītājam Krišjānim Šmitam par ieteikumiem un komentāriem darba izstrādes gaitā;
- Donātam Milleram par palīdzību izprast iekārtu uzbūvi un darbības principus;
- Ivītai Bitei par palīdzību paraugu sintēzes gaitā un mērījumu veikšanu;
- Laimai Trinklerei par zinātniskā pētījuma vadīšanu un iespēju izstrādāt šo darbu tā ietvaros;
- Katrīnai Laganovskai, Larisai Grigorjevai, Virgīnijai Vītolai, LU CFI darbiniekiem un LU FMOF darbiniekiem.

Bakalaura darbs izstrādāts ar zinātniskā pētījuma „**Luminiscences Mehānismu un Dozimetrisko Īpašību Izpēte Perspektīvos Nitrīdos un Oksīdos ar TL un OSL Metodēm**” (LZP FLPP) Nr. LZP-2018/1-0361 finansiālo atbalstu, kurš tiek novērtēts.

IZMANTOTĀ LITERATŪRA

- [1] A. J. Einstein, M. J. Henzlova, and S. Rajagopalan, “Estimating Risk of Cancer Associated With Radiation Exposure From 64-Slice,” *October*, vol. 298, no. 3, pp. 317–323, 2010.
- [2] E. Cardis *et al.*, “Effects of Low Doses and Low Dose Rates of External Ionizing Radiation: Cancer Mortality among Nuclear Industry Workers in Three Countries,” *Radiat. Res.*, vol. 142, no. 2, p. 117, 2006.
- [3] J. R. Duncan, M. R. Lieber, N. Adachi, and R. L. Wahl, “DNA Repair After Exposure to Ionizing Radiation Is Not Error-Free,” *J. Nucl. Med.*, vol. 59, no. 2, pp. 348–348, Feb. 2018.
- [4] V. I. Akselrod, M.S., Kortov, V.S., Kravetsky, D.J., Gotlib, “Highly Sensitive Thermoluminescent Anion-Defective Alpha-Al₂O₃:C Single Crystal Detectors,” *Radiat. Prot. Dosimetry*, vol. 32, no. 1, pp. 15–20, 1990.
- [5] H. C. Newsome, J.W., Heiser, H.W., Russel, A.S., Stumpf, “Alumina properties,” *Tech. Pap. No. 10*, no. Second Revision, p. 89, 1960.
- [6] T. Shirai, H. Watanabe, M. Fuji, and M. Takahashi, “Structural Properties and Surface Characteristics on Aluminum Oxide Powders.”
- [7] K. Davis, “Material Review: Alumina (Al₂O₃) 109,” *Sch. Dr. Stud. EU Sq.*, no. 3, pp. 109–115, 2010.
- [8] G. da Costa Cunha, L. P. C. Romão, and Z. S. Macedo, “Production of alpha-alumina nanoparticles using aquatic humic substances,” *Powder Technol.*, vol. 254, pp. 344–351, Mar. 2014.
- [9] S. Lamouri *et al.*, “Control of the γ -alumina to α -alumina phase transformation for an optimized alumina densification,” *Boletín la Soc. Española Cerámica y Vidr.*, vol. 56, pp. 47–54, 2017.
- [10] A. R. Keshavarz, M. Rezaei, and F. Yaripour, “Nanocrystalline gamma-alumina: A highly active catalyst for dimethyl ether synthesis,” *Powder Technol.*, vol. 199, no. 2, pp. 176–179, Apr. 2010.
- [11] C. Vinod Chandran, C. E. A. Kirschhock, S. Radhakrishnan, F. Taulelle, J. A. Martens, and E. Breynaert, “Alumina: Discriminative analysis using 3D correlation of solid-state NMR parameters,” *Chem. Soc. Rev.*, vol. 48, no. 1, pp. 134–156, 2019.
- [12] M. Bodaghi, A. R. Mirhabibi, H. Zolfonun, and M. Tahriri, “Phase Transitions : A

- Multinational Investigation of phase transition of γ - alumina to α -alumina via mechanical milling method,” no. March 2013, pp. 37–41, 2008.
- [13] J. M. Andersson, *Controlling the Formation and Stability of Alumina Phases*, no. 987. 2005.
- [14] Slifkin; and Crawford;., *Point defects in solids Volume 1 General and Ionic Crystals*, vol. 1, no. 5645. 1972.
- [15] T. B. Margit Osvay, “Aluminium oxide in TL dosimetry,” *Nucl. INSTRUMENTS METHODS Phys.*, vol. 175, no. 1, pp. 60–61.
- [16] G. Hirata, N. Perea, M. Tejada, J. A. Gonzalez-Ortega, and J. McKittrick, “Luminescence study in Eu-doped aluminum oxide phosphors,” *Opt. Mater. (Amst).*, vol. 27, no. 7, pp. 1311–1315, 2005.
- [17] M. R. Jalali, “Improvement of Thermoluminescence Properties of α -Al₂O₃ Using Metallic Dopants for Dosimetry Application,” vol. 13, no. 3, pp. 229–236, 2018.
- [18] “Red Ruby | Causes of Color.” [Online]. Available: <http://www.webexhibits.org/causesofcolor/6AA.html>. [Accessed: 01-May-2019].
- [19] L. V. Nikolskaya, V. M. Terekhova, and M. I. Samoilovich, “On the origin of natural sapphire color,” *Phys. Chem. Miner.*, vol. 3, no. 3, pp. 213–224, 1978.
- [20] C. J. Brinker and G. W. Scherer, *Sol-gel science : the physics and chemistry of sol-gel processing*. Academic Press, 1990.
- [21] M. Z. David Levy, *The Sol-Gel Handbook*. © 2015 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- [22] S. K. Lee, S. B. Lee, S. Y. Park, Y. S. Yi, and C. W. Ahn, “Structure of Amorphous Aluminum Oxide,” vol. 095501, no. August, pp. 4–7, 2009.
- [23] B. G. Rao, D. Mukherjee, and B. M. Reddy, *Chapter 1 - Novel approaches for preparation of nanoparticles*. Elsevier Inc., 2017.
- [24] F. H. Attix, *Introduction to Radiological Physics and Radiation Dosimetry*. Mörlenbach: Wiley-VCH, 1986.
- [25] B. E. Warren, “X-ray diffraction.” Dover Publications, inc., New York, p. 398, 1990.
- [26] Professor Dr. Ludwig Reimer, *Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis*, 2nd ed. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1998.
- [27] D. E. Newbury, N. W. M. Ritchie, J. H. J. Scott, D. C. Joy, J. R. Michael, and J. I. Goldstein, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. 2017.
- [28] C. A. Munson, J. L. Gottfried, F. C. De Lucia, K. L. McNesby, and A. W. Miziolek, *Laser-based detection methods of explosives*. Elsevier B.V., 2007.
- [29] E. M. J. Weber, a V Dotsenko, L. B. Glebov, and V. a Tsekhomsky, *HANDBOOK OF*

OPTICAL Laser and Optical Science and Technology Series Physics and Chemistry of Photochromic Glasses, vol. 23, no. 1. 2003.

- [30] B.K. Angarwal, *X-Ray Spectroscopy*, 2nd ed. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1991.
- [31] K. K. Gupta, R. M. Kadam, N. S. Dhoble, S. P. Lochab, and S. J. Dhoble, "On the study of the C 6+ ion beam and γ -ray induced effect on structural and luminescence properties of Eu doped LiNaSO 4 : explanation of TSL mechanism using PL, TL and EPR study," *Phys. Chem. Chem. Phys.*, vol. 20, no. 3, pp. 1540–1559, Jan. 2018.
- [32] J. Manam and S. Das, "Characterization and TSL dosimetric properties of Mn doped BaSO₄ phosphor prepared by recrystallisation method," *J. Alloys Compd.*, vol. 489, no. 1, pp. 84–90, Jan. 2010.
- [33] S. W. S. McKeever, "Thermoluminescence of solids." Cambridge University Press, Cambridge, p. 194, 1983.
- [34] M. Ginjaume, "Performance and approval procedures for active personal dosimeters," *Radiat. Prot. Dosimetry*, vol. 144, no. 1–4, pp. 144–149, Mar. 2011.
- [35] S. Orazio, *Principles of Lasers*, Fifth. Springer, 2010.
- [36] C. C. Paiva, "Study of carbon-doped micro and nanosized alumina for radiation dosimetry applications," pp. 106–111, 2017.
- [37] H. Sadabadi, A. Aftabtalab, S. Zafarian, S. Shaker, M. Ahmadipour, and K. V. Rao, "High purity Alpha Alumina nanoparticle: Synthesis and characterization," *Int. J. Sci. Eng. Res.*, vol. 4, no. 4, pp. 1593–1596, 2013.
- [38] F. Chargui, M. Hamidouche, H. Belhouchet, Y. Jorand, R. Doufnoune, and G. Fantozzi, "Mullite fabrication from natural kaolin and aluminium slag," *Bol. la Soc. Esp. Ceram. y Vidr.*, vol. 57, no. 4, pp. 169–177, 2018.
- [39] D. M. Bhardwaj, D. C. Jain, K. V. R. Rao, R. Kumar, F. Singh, and R. P. Gupta, "Photoluminescence and atomic force microscopic studies on pre- and post-irradiated ruby with Ni⁶⁺ ion," *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, vol. 222, no. 3–4, pp. 533–537, 2004.
- [40] D. C. Harris, *Quantitative chemical analysis, 9th ed.*, vol. 407, no. 30. 2015.
- [41] A. E. H., A. B. N, and I. J. T, "Radiation Dose Effect of Thermo luminescence on γ -Al₂O₃: C," *IOSR J. Appl. Phys.*, vol. 09, no. 03, pp. 07–10, 2017.
- [42] G. Y. Di Veroli *et al.*, "An automated fitting procedure and software for dose-response curves with multiphasic features," *Sci. Rep.*, vol. 5, pp. 1–11, 2015.
- [43] J. M. Kalita and M. L. Chithambo, "The effect of annealing and beta irradiation on thermoluminescence spectra of α -Al₂O₃:C,Mg," *J. Lumin.*, vol. 196, pp. 195–200, Apr. 2018.

- [44] V. Kortov, "Modern trends and development in high-dose luminescent measurements," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 552, p. 012039, Nov. 2014.
- [45] "Lethal dose." [Online]. Available: <https://www.euronuclear.org/info/encyclopedia/l/lethal-dose.htm>. [Accessed: 17-May-2019].
- [46] "Corundum: Use as a Gemstone, Abrasive, Refractory." [Online]. Available: <https://geology.com/minerals/corundum.shtml>. [Accessed: 24-May-2019].

Bakalaura darbs „**Ar hromu leģēta alumīnija oksīda izmantojamība dozimetrijā**”
izstrādāts Latvijas Universitātes Cietvielu fizikas institūta.

Ar savu parakstu apliecinu, ka pētījums veikts patstāvīgi, izmantoti tikai tajā norādītie informācijas avoti un iesniegtā darba elektroniskā kopija atbilst izdrukai.

Autors: _____ /Ernests Einbergs/

Rekomendēju/nerekomendēju darbu aizstāvēšanai

Vadītājs: M. Sc. Phys. Aleksejs Zolotarjovs _____ . _____.2019.

Recenzents: Dr. Phys. Florians Gahbauers

Darbs iesniegts Fizikas nodaļā _____ . _____.2019.

Dekāna pilnvarota persona: _____

Darbs aizstāvēts bakalaura gala pārbaudījuma komisijas sēdē

07.06.2019. prot. Nr. _____ , vērtējums _____

Komisijas sekretārs: _____