

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Уральский федеральный университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина»
Физико-технологический институт
Кафедра экспериментальной физики

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ

Зав. кафедрой ЭФ, к.ф.- м.н., доцент

_____ В. Ю. Иванов «_____»

_____ 2013 г.

**ИССЛЕДОВАНИЕ РАДИАЦИОННО-ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ
СТРОНЦИЙ-ГАДОЛИНИЕВЫХ ОКСИАПАТИТОВ И ОКСИДОВ
ТИТАНА С РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫМИ АКТИВАТОРАМИ**

ДИПЛОМНАЯ РАБОТА

Пояснительная записка

140307 000000 914 ПЗ

Руководитель проф., д.ф.- м.н.

Консультант доц., к.ф.- м.н.

Консультант доц., к.ф.- м.н.

Консультант проф., д.т.н.

Нормоконтролер, доц.

Студент гр. ФТ-67032

Б.В. Шульгин

А.В. Ищенко

А. А. Екидин

Г. В. Тягунов

А.Д. Пулин

В.В. Ягодин

Екатеринбург 2013

РЕФЕРАТ

Пояснительная записка состоит из введения, 6 разделов и заключения, изложенных на 92 страницах, включает 54 рисунка, 7 таблиц, 0 приложений и библиографический список из 33 наименований.

Ключевые слова: оксиапатиты, оксид титана, рентгенолюминесценция, катодоллюминесценция, люминофор, европий, светодиод.

Работа посвящена исследованию радиационно-оптических свойств серии соединений оксиапатитов $\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,8}\text{Si}_{6-x}\text{P}_x\text{O}_{26}:\text{Eu}_{1,2}$ ($x = 0 \dots 0,9$) и двух серий образцов TiO_2 , активированных редкоземельными элементами со структурой рутила и анатаза. Проведены измерения спектров рентгенолюминесценции и параметров затухания импульсной катодоллюминесценции. Экспериментальные результаты визуализированы и обработаны с использованием математических методов в программном пакете Origin 8.0. Обсуждены процессы релаксации электронных возбуждений и предложены возможные модели центров люминесценции. Предложены возможные способы практического применения исследованных материалов.

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	5
1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР	8
1.1 Свойства соединений группы апатита	8
1.2 Свойства соединений оксида титана	9
1.3 Свойства соединений иттрий-гадолиниевых оксидов.....	11
2 ОБРАЗЦЫ, УСТАНОВКИ И МЕТОДИКИ.....	12
2.1 Описание исследуемых образцов.....	12
2.2 Описание экспериментальных установок	14
2.2.1 Установка АСНИ РОСТТ	14
2.2.2 Ускоритель РАДАН	25
2.2.3 Осциллограф Tektronix TDS5034B.....	26
2.3 Методика проведения эксперимента	29
2.4 Методики обработки экспериментальных данных	34
3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ	35
3.1 Спектры стационарной рентгенолюминесценции	35
3.1.1. Оксиапатиты	35
3.1.2. Оксиды титана со структурой анатаза	39
3.1.3. Оксиды титана со структурой рутила	43
3.2 Кривые затухания катодолюминесценции.....	47
3.2.1 Кривые затухания ИКЛ оксиапатитов	48
3.2.2 Кривые затухания ИКЛ соединений оксида титана	49
4 ОБСУЖДЕНИЕ И АНАЛИЗ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ.....	51
4.1 Оксиапатиты.....	51
4.2 Оксид титана со структурой анатаза	56
4.3 Оксид титана со структурой рутила	58
5 БЕЗОПАСНОСТЬ ЖИЗНЕДЕЯТЕЛЬНОСТИ	60
5.1 Введение	60
5.2 Описание объекта дипломирования	61

5.3 Описание рабочего места.....	63
5.4 Опасные производственные факторы.....	66
5.5 Мероприятия по обеспечению безопасности работающих.....	66
5.6 Вредные производственные факторы и мероприятия по их уменьшению	67
5.7 Экологичность проекта	69
5.8 Пожарная безопасность.....	70
5.9 Чрезвычайные ситуации	72
5.10 Выводы	75
6 ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЕ И ОХРАНА ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ	76
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	80
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.....	81

СОКРАЩЕНИЯ И УСЛОВНЫЕ ОБОЗНАЧЕНИЯ

FWHM – full width at half maximum (ширина на полувывсоте)

LED – light emitting diode (светодиод)

RE – rare earth (редкоземельные элементы)

АСНИ РОСТТ – автоматизированная система научных исследований радиационно-оптических свойств твердых тел ВФЛ – возбуждение фотолюминесценции

ИКЛ – импульсная катодолюминесценция

ИИ – ионизирующее излучение

ПК – персональный компьютер

РЗЭ – редкоземельный элемент

РЛ – рентгенолюминесценция

СЭМ – сканирующий электронный микроскоп

ФЭУ – фотоэлектронный умножитель

ФЛ – фотолюминесценция

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы

В последние десятилетия в связи с бурным развитием лазерной и люминесцентной техники, актуальной остается задача поиска новых эффективных люминофорных композиций в этих областях. Также актуальным является поиск

люминесцентных составов для ультраярких светодиодов (LED) с белым свечением, лазерных сред и нелинейной оптики, биомедицинских материалов для фотодинамической терапии и детекторов ионизирующих излучений. В этих областях хорошо себя зарекомендовали оптические материалы, содержащие редкоземельные элементы в виде одного или нескольких активирующих примесей.

Особый интерес представляют оптические материалы, активированные ионами Eu. Подобные материалы хорошо изучены и успешно применяются на практике в качестве красных люминофоров ($Y_2O_3:Eu$, $YVO_4:Eu$, $Y_2O_2S:Eu$, $(Y,Gd)BO_3:Eu$) и рабочих тел твердотельных лазеров ($(Y,Gd)_2O_3:Eu$), в составе усилителей света, радиационных мониторов и детекторов ИИ ($NaF:Eu$, $CaF:Eu$). Однако несмотря на успешность применения вышеупомянутых составов, попытки активировать другие матрицы не прекращаются. Количество используемых матриц неуклонно растет, поэтому интерес к люминесцентно-оптическим свойствам ионов европия, а также и других редкоземельных элементов не ослабевает и сегодня. В частности особый интерес представляют соединения апатитов и оксидов титана с примесью ионов европия и других РЗЭ, которые являются перспективными материалами для применения их в качестве рентгенолюминофоров, светоконвертирующих материалов, рабочих тел лазеров и компонентов для экранных устройств и дисплеев мобильных устройств, детекторов ионизирующих излучений [1].

Цели и задачи работы

Целью данной работы является исследование радиационно-оптических свойств серии соединений $Sr_2Gd_{6,8}Si_{6-x}P_xO_{26}:Eu_{1,2}$ ($x = 0 \dots 0,9$) со структурой оксиапатита и двух серий образцов TiO_2 со структурой рутила и анатаза, активированных ионами Eu^{3+} , Sm^{3+} , Er^{3+} , Ce^{3+} , Tb^{3+} и Nd^{3+} . Для достижения поставленной цели работы определен круг задач:

- ревизия и запуск установки АСНИ РОСТТ для проведения низкотемпературных измерений;

- измерение спектров стационарной рентгенолюминесценции и кривых затухания импульсной катодолуминесценции исследуемых образцов при комнатной температуре и температуре жидкого азота;
- обработка и формальное описание полученных экспериментальных данных;
- интерпретация полученных результатов в рамках известных теоретических и экспериментальных моделей.

Научная новизна

Исследованы РЛ и временные характеристики свечения ионов Eu^{3+} в новых оксиапатитах состава $\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,8}\text{Si}_{6-x}\text{P}_x\text{O}_{26}:\text{Eu}_{1,2}$ ($x = 0 \dots 0,9$). Проведен сравнительный анализ параметров свечения ионов европия в матрицах стронций-гадолиниевых оксиапатитов и оксидов титана со структурой рутила и анатаза.

Личный вклад автора

Автором проведена пробоподготовка исследуемых образцов, ревизия и запуск установки АСНИ РОСТТ к началу серии экспериментов при температурах жидкого азота, проведение экспериментов по измерению люминесцентных и спектрально-кинетических характеристики образцов под руководством Л.В. Викторова, обработка и моделирование экспериментальных данных. Обсуждение и интерпретация полученных экспериментальных результатов проводилась совместно с руководителем и консультантом. Текст пояснительной записки и презентация обсуждены с руководителем и консультантом работы и подготовлены лично автором.

1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Свойства соединений группы апатита

Соединения, формирующие группу апатита имеют общую химическую формулу $K_{10}[XO_4]A_2$, где K – 1-3 валентный катион, $[XO_4]$ – 1-3 валентный анион, A – 1-2 валентный анион. В последние годы возрос интерес к соединениям апатитов, активированным редкоземельными ионами из-за широких перспектив их применения в качестве рентгенолюминофоров, светоконвертирующих материалов, рабочих тел лазеров и компонентов для экранных устройств и дисплеев мобильных устройств, детекторов ионизирующих излучений [1].

В природе апатиты встречаются в основном с Ca -катионом, анионами (OH) , F , Cl , и ортофосфатной группой $[PO_4]^{3-}$. Природные активаторы отличаются высокой концентрацией ионов Eu^{2+} по отношению к концентрации ионов Eu^{3+} , также часто встречаются активаторы Ce^{3+} , Mn^{2+} , Dy^{3+} , Sm^{2+} , Sm^{3+} . Это обуславливает фиолетовосиний (при содержании активаторов Eu^{2+} , Ce^{3+}) и желтый (при содержании активаторов Dy^{3+} , Mn^{2+}) цвет люминесценции [2].

Искусственные образцы структуры апатита в основном синтезируются методом твердофазного синтеза с последующим спеканием при температуре $1450^\circ C$ или получением нанокристаллического люминофора методом испарения импульсным пучком электронов.

Ранее в институте химии твердого тела синтезирован ряд люминофоров со структурой апатита. Ниже приведены их описание и основные свойства.

Люминофор $Sr_2Y_8(SiO_4)_6O_2:Eu$ получен методом испарения импульсным электронным пучком паров силиката с микронным размером частиц в газе низкого давления и конденсацией наночастиц в вакууме. Мишени получены методом твердофазного синтеза. В данном люминофоре обнаружена интенсивная

люминесценция ионов Eu^{3+} и присутствие в спектре люминесценции полос иона Eu^{2+} . В работе показано, что интенсивность свечения микролюминофора выше, чем у нанолюминофора того же состава, кроме того происходит смещение спектра в оранжевую область. Трехвалентные ионы европия формируют в кристалле два вида оптических центров. Редукция ионов Eu^{3+} до Eu^{2+} объясняется передачей отрицательного заряда двум ионам вакансией V_{Sr} .

Люминофоры $\text{Sr}(\text{Ca})_2\text{Gd}(\text{Y})_{8-x}\text{Eu}_x\text{Si}_6\text{O}_{26-\sigma}$, где σ – кислородная нестехиометрия ($x = 1,47, 1,4, 1,45$) проявляют в спектре рентгенолюминесценции узкополосное свечение ионов Eu^{3+} и

широкополосное низкоинтенсивное свечение ионов Eu^{2+} . Образование иона Eu^{2+} авторы объясняют образованием вакансии Sr в позиции 4f кристаллической решетки и передачей отрицательного заряда двум ионам Eu^{3+} . Наибольшую светосумму проявил образец $\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,53}\text{Eu}_{1,47}\text{Si}_6\text{O}_{26-\sigma}$, наименьший квантовый выход – образец $\text{Ca}_2\text{Gd}_{6,55}\text{Eu}_{1,45}\text{Si}_6\text{O}_{26-\sigma}$ [3-4].

1.2 Свойства соединений оксида титана

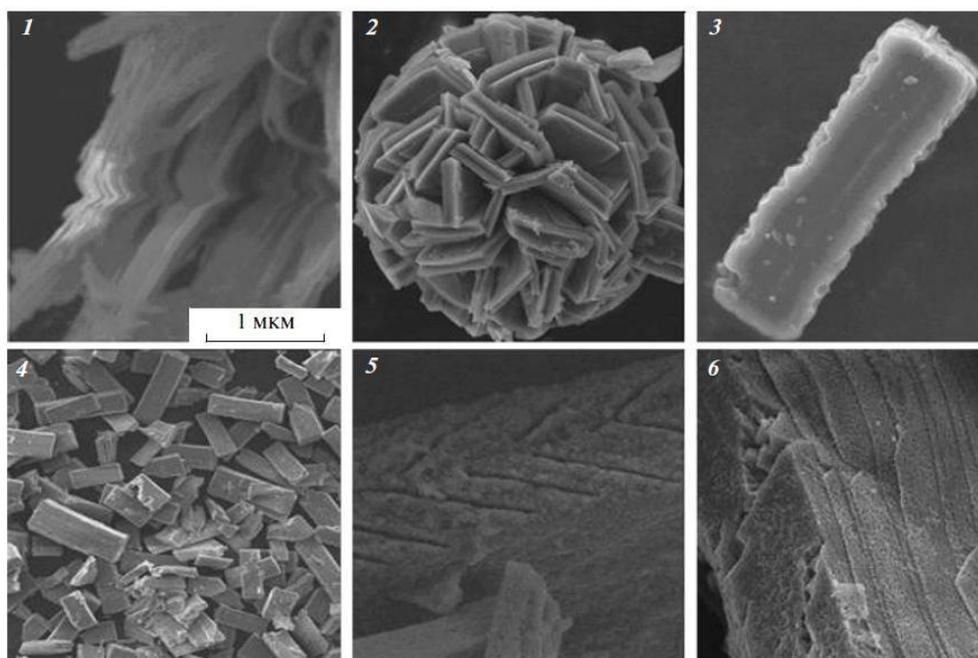
Соединения оксида титана с различными редкоземельными активаторами привлекают исследователей из-за перспектив применения их в качестве фотокатализаторов окисления и люминофоров. Пристальное внимание уделяется методам синтеза наноразмерных агрегатов TiO_2 разной морфологии – в виде нановолокон, наностержней, нанотрубок. При этом внимание сосредоточено на структуре анатаза, так как она обладает максимальными функциональными характеристиками

[5].

Основным методом получения наноразмерных соединений оксида титана является прекурсорный способ с использованием в качестве прекурсоров гликолятов $\text{Ti}_{1-x}\text{M}_x(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O})_{2-x/x}$, (где M – редкоземельный металл) представляющие собой твердые растворы. Синтез проводится по реакции $(1-x)\text{Ti}(\text{OH})_4 + x\text{M}(\text{OH})_3 + (2-$



Необходимые смеси гидроксидов синтезируются путем соосаждения из растворов при добавлении раствора аммиака до pH 7,5 – 8. Осадки промываются водой, после чего добавляется в многократном избытке этиленгликоль, играющий роль реагента и реакционной среды. После этого проводится кристаллизация прекурсоров путем медленного испарения растворителя. Оксиды титана получают путем нагревания прекурсоров при температуре 450 – 900°C в течение 2 часов. Температура отжига влияет на формирование структуры кристалла, переход анатазной формы в рутильную осуществляется при температуре свыше 700°C, введение ионов редкоземельных металлов сдвигают этот процесс в высокотемпературную область, и таким образом переход происходит при 750°C [5-6].



1 - $\text{TiO}_2:\text{Ce}$, 2 - $\text{TiO}_2:\text{Nd}$, 3 - $\text{TiO}_2:\text{Sm}$, 4,5 - $\text{TiO}_2:\text{Eu}$, 6 - $\text{TiO}_2:\text{Tb}$

Рисунок 1.1 – СЭМ-изображения продуктов термолиза прекурсора



Размер и форма агрегатов $\text{TiO}_2:\text{RE}$ зависит от параметров кристаллов прекурсора, на морфологию которого влияют условия получения, в частности активатор, замещающий атомы титана.

Для нас особый интерес представляет активатор Eu^{3+} в матрице TiO_2 как достаточно яркий красный люминофор. Спектр люминесценции $\text{TiO}_2:\text{Eu}$ формируется из характерных спектральных полос Eu^{3+} в краснооранжевом диапазоне [6].

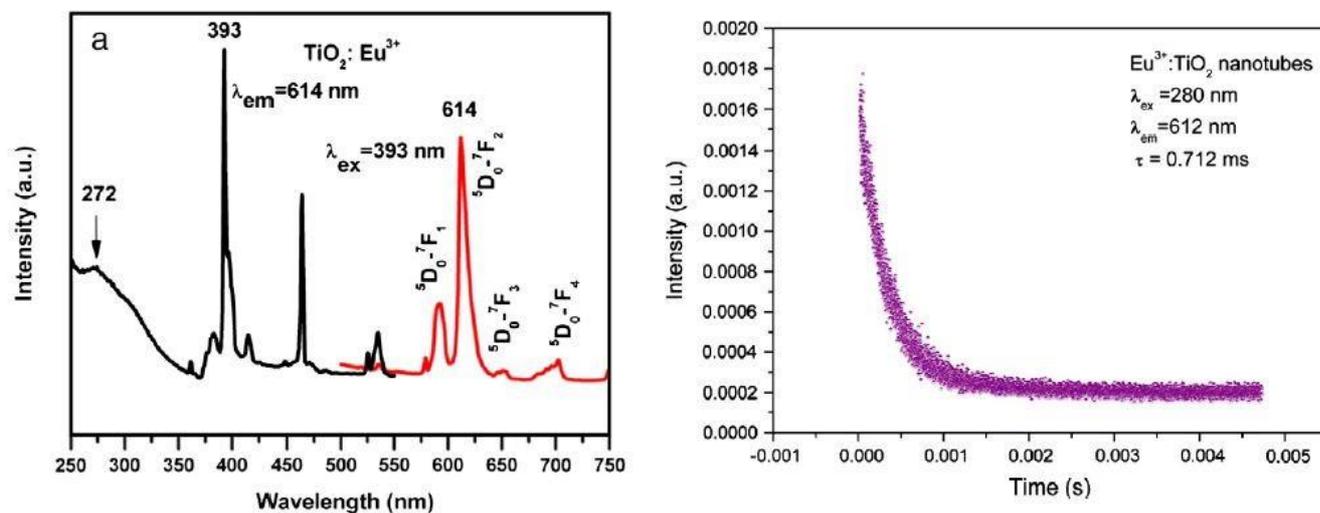


Рисунок 1.2 – спектры ФЛ и ВФЛ нанотрубок $\text{TiO}_2:\text{Eu}$ с концентрацией активатора 2 моль% (а) и кривая затухания фотолюминесценции (б)

1.3 Свойства соединений иттрий-гадолиниевых оксидов

Сложный люминофор $[(\text{Y}_{0,1}\text{Gd}_{0,9})_{1-x}\text{Eu}_x]_2\text{O}_3$ ($x = 0\% - 5\%$) изготовлен в институте химии твердого тела в лаборатории химии редкоземельных элементов. Исследования люминесцентных свойств проведены на кафедре экспериментальной физики УрФУ в рамках дипломной работы Е.В. Коваленко под руководством А.Н. Черепанова, консультант А.В. Ищенко. Основной метод синтеза: пиролиз нитратов исходных компонентов в растворителе (поливиниловый спирт). Показано, что этот метод является самым быстрым и дает оптимальные характеристики получаемых люминофоров. На рисунке 1.3 приведены спектры фотолюминесценции образца с $x = 0\%$ и 5% при разной энергии возбуждения.

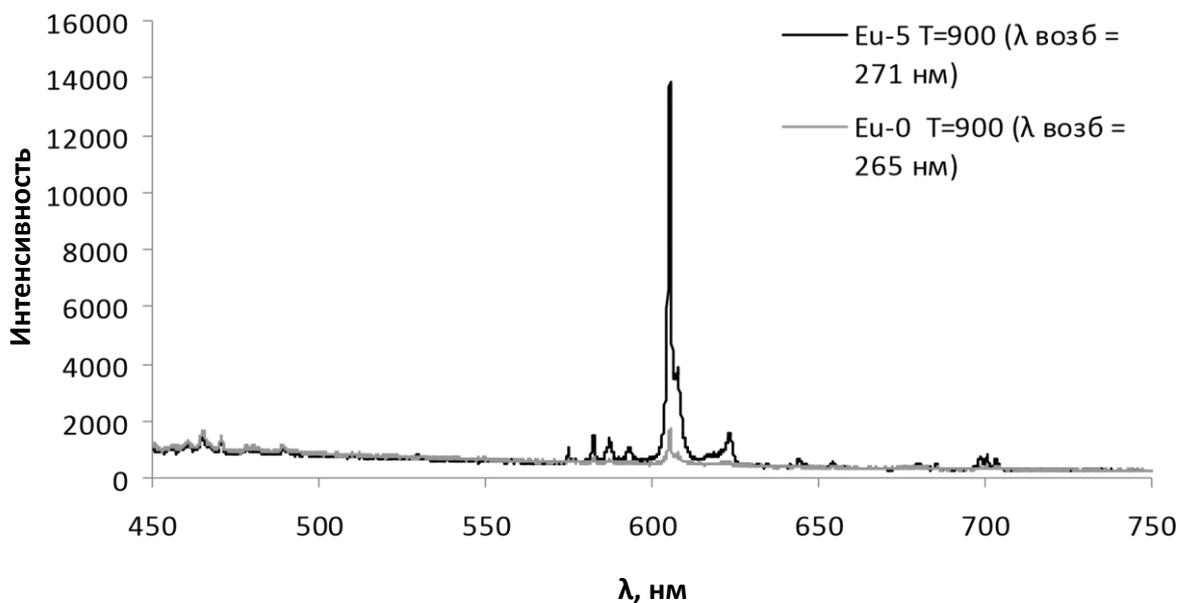


Рисунок 1.3 – спектр ФЛ образцов $[(Y_{0,1}Gd_{0,9})_{1-x}Eu_x]_2O_3$ ($x = 0\%$ и 5%)

В спектре ФЛ данных образцов проявляются характерные для ионов Eu^{3+} спектральные линии. Самая интенсивная линия имеет интенсивность 14000 имп/с, длину волны 616 нм и лежит в краснооранжевой области. Материал проявляет большое время послесвечения (2,5 мс), что ограничивает возможность применения в качестве классических сцинтилляторов. Тем не менее, имеется возможность использования этих материалов в детекторах ионизирующих излучений, экранных устройствах, лазерах. [7].

2 ОБРАЗЦЫ, УСТАНОВКИ И МЕТОДИКИ

2.1 Описание исследуемых образцов

В ходе дипломной работы для исследования нам были предоставлены два вида образцов. Первый вид образцов – соединения $Sr_2Gd_{6,8}Si_{6-x}P_xO_{26-\sigma} \cdot Eu_{1,2}$ ($x = 0 \dots 0,9$), где σ – кислородная нестехиометрия, со структурой оксиапатита с различной концентрацией фосфора. Образцы синтезированы М.Г. Зуевым в лаборатории оксидных систем института химии твердого тела УрО РАН методом твердофазного синтеза. После синтеза образцы были спрессованы и отожжены при температуре $1450^\circ C$.

Второй вид образцов – оксиды титана TiO_2 с различной структурой с редкоземельными активаторами. Вещества синтезированы в виде двух серий нанопорошков. В первой серии порошки были получены пиролизом при $850^\circ C$ и частицы имеют структуру рутила, во второй – при $500^\circ C$ и частицы имеют структуру анатаза. Образцы получены В.Н. Красильниковым в институте химии твердого тела УрО РАН прекурсорным методом синтеза с последующим пиролизом.

Свойства исследуемых веществ представлены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – свойства исследуемых образцов

Образец	Состав	Форма	Цвет
№24	$Sr_2Gd_{6,8}Eu_{1,2}Si_6O_{26}$	Таблетка	Светлозеленый
№25	$Sr_2Gd_{6,8}Eu_{1,2}Si_{5,4}P_{0,6}O_{26}$	Таблетка	Светлозеленый

Продолжение таблицы 2.1

Образец	Состав	Форма	Цвет
№26	$Sr_2Gd_{6,8}Eu_{1,2}Si_{5,7}P_{0,3}O_{26}$	Таблетка	Светлозеленый
№27	$Sr_2Gd_{6,8}Eu_{1,2}Si_{5,1}P_{0,9}O_{26}$	Таблетка	Светлозеленый
№28	$Sr_2Gd_{6,8}Eu_{1,2}Si_{5,52}P_{0,48}O_{26}$	Таблетка	Светлозеленый
№1 анатаз	$TiO_2:Eu_{0,025}$	Порошок	Белый
№2 анатаз	$TiO_2:Sm_{0,025}$	Порошок	Белый
№3 анатаз	$TiO_2:Nd_{0,025}$	Порошок	Белый

№4 анатаз	TiO ₂ :Er _{0,025}	Порошок	Белый
№5 анатаз	TiO ₂ :Tb _{0,025}	Порошок	Бежевый
№6 анатаз	TiO ₂ :Ce _{0,05}	Порошок	Желтоватый
№1 рутил	TiO ₂ :Eu _{0,025}	Порошок	Белый
№2 рутил	TiO ₂ :Sm _{0,025}	Порошок	Бежевый
№3 рутил	TiO ₂ :Nd _{0,025}	Порошок	Белый
№4 рутил	TiO ₂ :Er _{0,025}	Порошок	Белый
№5 рутил	TiO ₂ :Tb _{0,025}	Порошок	Бежевый
№6 рутил	TiO ₂ :Ce _{0,05}	Порошок	Желтоватый

2.2 Описание экспериментальных установок

2.2.1 Установка АСНИ РОСТТ

Автоматизированная система научных исследований радиационнооптических свойств твердых тел создана силами студентов и сотрудников кафедры и претерпела множество модернизаций за время использования (с 1986 года). АСНИ предназначена для измерения спектров рентгенолюминесценции и катодолюминесценции твердотельных образцов в широком температурном диапазоне. В качестве источников возбуждения используются рентгеновская трубка и импульсная электронная пушка. Основными функциями АСНИ РОСТТ являются:

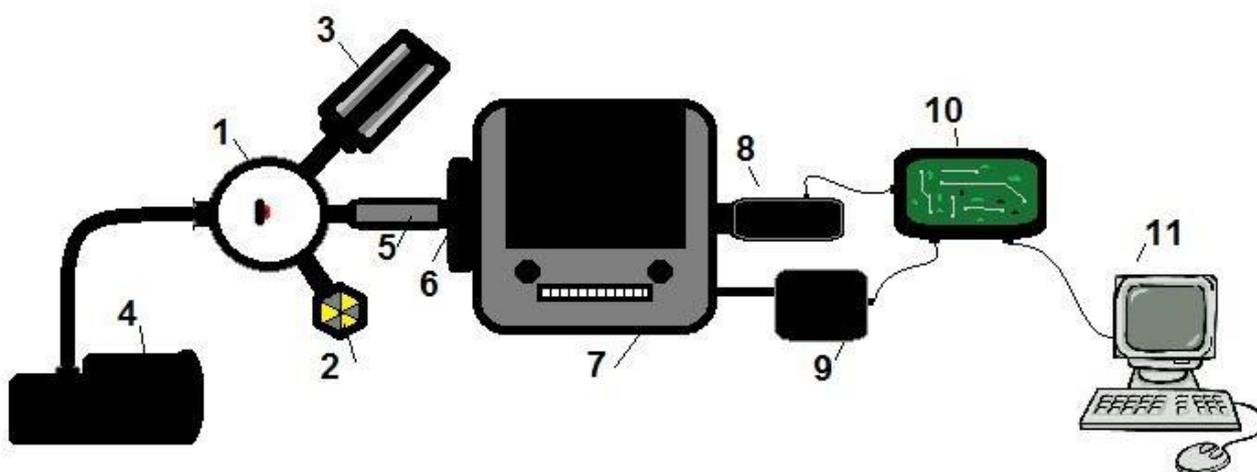
- автоматизированное проведение эксперимента в стационарном и импульсном режимах;
- накопление экспериментальных данных в ходе эксперимента;
- математическая обработка экспериментальных данных в ходе эксперимента и на последующих этапах.
- В структуру АСНИ РОСТТ входят три взаимосвязанных подсистемы:

- экспериментальная установка, включающая оптико-механические, вакуумные, криогенные устройства, обеспечивающие внешнюю среду, в которой объект проявляет исследуемые свойства;
- подсистема первичных преобразователей, исполнительных устройств и контрольно-измерительной аппаратуры;
- подсистема управления, включая систему накопления и обработки экспериментальных данных.

Основные узлы, входящие в состав установки:

- Криостат
- Вакуумная система
- Системы возбуждения
 - Электронная пушка – аппарат МИРА-2Д;
 - Генератор рентгеновского излучения УРС-1,0 с рентгеновской трубкой БСВ-2;
- Монохроматор МДР-23;
- Система регистрации с блоком управления шаговым двигателем; □
Фотозлектронный умножитель

Структурная схема установки приведена на рисунке 2.1, общий вид установки приведен на рисунке 2.2.



1 – криостат с закрепленным образцом; 2 – рентгеновская трубка; 3 – электронная пушка; 4 – вакуумная система; 5 – блок линз; 6 – блок фильтров; 7 – монохроматор; 8 – фотоэлектронный умножитель; 9 – шаговый двигатель; 10 – плата управления шаговым двигателем и сбора данных; 11 – ПК

Рисунок 2.1 – структурная схема установки АСНИ РОСТТ



Рисунок 2.2 – общий вид установки АСНИ РОСТТ

Описание основных узлов установки:

Криостат

Криостат выполнен из стали толщиной 1,5 см, является составной частью вакуумной системы установки. В торцах имеются специальные окна для подсоединения систем возбуждения и вывода света в оптическую систему. Не используемые окна закрываются свинцовыми заглушками. Крышка криостата содержит полый криопалец, являющийся опорой для закрепления образца и емкостью для хладагента. На нем же закрепляются термопара типа J (медь-константан) и

система измерения параметров пучка. Общий вид крышки криостата приведен на рисунке

2.3.



Рисунок 2.3 – Крышка криостата и тракт измерения температуры образца

В ходе выполнения дипломной работы был проведен ремонт вышедшего из строя тракта измерения температуры образца. Была сварена термопара и заменены контакты для подключения к вольтметру.

Вакуумная система

Вакуумная система установки является относительно небольшой и несложной, в ее состав входят криостат, форвакуумный пластинчатороторный насос 2НВР-5Д, криогенный адсорбционный насос, разработанный на кафедре экспериментальной физики и вакуумметр ВТ2А-П с термопарным измерителем ПМТ-4М. Также в состав вакуумной системы входят не используемые ныне сорбционная ловушка и магнитоэридный насос. Адсорбционный насос требует охлаждения жидким азотом, для чего используется два сосуда Дьюара – для хранения и транспортировки жидкого азота (рисунок 2.6) и для погружения адсорбционного насоса. Через некоторое время

работы (около 4-5 дней) требуется отжиг адсорбционного насоса при помощи специальной печки.

Печка подключается к трансформатору переменного напряжения и выставляется напряжение питания 80 В. Общий вид вакуумной системы установки приведен на рисунке 2.4, отжиг адсорбционного насоса показан на рисунке 2.5.



Рисунок 2.4 – вакуумная система установки, адсорбционный насос в рабочем режиме



Рисунок 2.5 – отжиг адсорбционного насоса



Рисунок 2.6 – сосуд Дьюара, использовавшийся в работе для хранения и транспортировки жидкого азота, судя по надписи, раньше эксплуатировался на электростатическом генераторе

В ходе выполнения дипломной работы вакуумная система была дополнена термопарным контролем уровня жидкого азота в сосуде Дьюара на адсорбционном насосе. Выполнена система в виде термопары типа К (хромель-алюмель), подключенной к клемме «15 mV» милливольт-миллиамперметра М254 с обратной полярностью. На приборе выставлена градуировка шкалы до 15 мВ. Температуре жидкого азота эмпирически соответствует термоЭДС -6,2 мВ (при обратной полярности 6,2 мВ) без компенсации холодного спая. При погружении термопары на необходимую глубину можно контролировать уровень азота. Если снижается термоЭДС, необходимо долить жидкого азота до нужного уровня для обеспечения стабильной работы насоса. Система контроля представлена на рисунке 2.7.



Рисунок 2.7 – система контроля уровня жидкого азота

Электронная пушка МИРА-2Д

Электронная пушка используется для возбуждения катодoluminesценции при снятии кинетик высвечивания. МИРА-2Д работает в импульсном режиме; импульсы задаются вручную с частотой не более 0,25 Гц (1 импульс в 4 секунды) при помощи генератора прямоугольных импульсов Г5-54; длительность запускающих импульсов – 1 мкс. Далее импульсы поступают на генератор-усилитель мощности, с которого импульсы амплитудой 600 В запускают разрядник аппарата МИРА-2Д.

Параметры электронного пучка:

- Длительность: $\tau_n = 20$ нс;
- Плотность тока пучка: $J = 150$ А/см²; □ Энергия электронов:
E = 150 кэВ.

Рентгеновский аппарат УРС-1,0 с рентгеновской трубкой БСВ-2

Генератор рентгеновского излучения применяется для исследования стационарной рентгенолюминесценции. Состоит из рентгеновской трубки с высоковольтным трансформатором и блока управления. Трансформатор и анод трубки требуют водяного охлаждения с расходом воды около 2 л/мин. Блок управления снабжен системой блокировок, которые:

- не допускают работу аппарата при отсутствии охлаждающей воды;
- не допускают работу трубки аппарата при снятии крышки высоковольтного трансформатора;
- позволяют включать высокое напряжение только при установке коммутатора напряжения на первую ступень.

Система сигнальных ламп указывает на правильность включения аппарата. Постоянство анодного тока рентгеновской трубки поддерживается при помощи феррорезонансного стабилизатора в цепи накала рентгеновской трубки. Имеется защита сети от радиопомех, создаваемых работой рентгеновского аппарата. Регулировка напряжения на рентгеновской трубке состоит из 8 ступеней. Кроме того, имеется переключатель для переключения предела регулировки напряжения: до 55 кВ или до 40 кВ. Для предела 55 кВ регулировка начинается от 25 кВ и увеличивается с каждой ступенью на 5 кВ. Для предела 40 кВ регулировка начинается с 10 кВ. На данном аппарате установлен вольфрамовый анод, который позволяет работать в режиме до 55 кВ и с максимальным анодным током 20 мА.

Монохроматор МДР-2

Монохроматор является основной частью оптической системы установки и служит для выделения света с определенной длиной волны с наименьшей обратной линейной дисперсией.

Монохроматор построен по асимметричной схеме с параболическими зеркалами в качестве объективов. Весь рабочий диапазон перекрывается тремя сменными дифракционными решетками; Оптическая схема монохроматора приведена на рисунке 2.8.

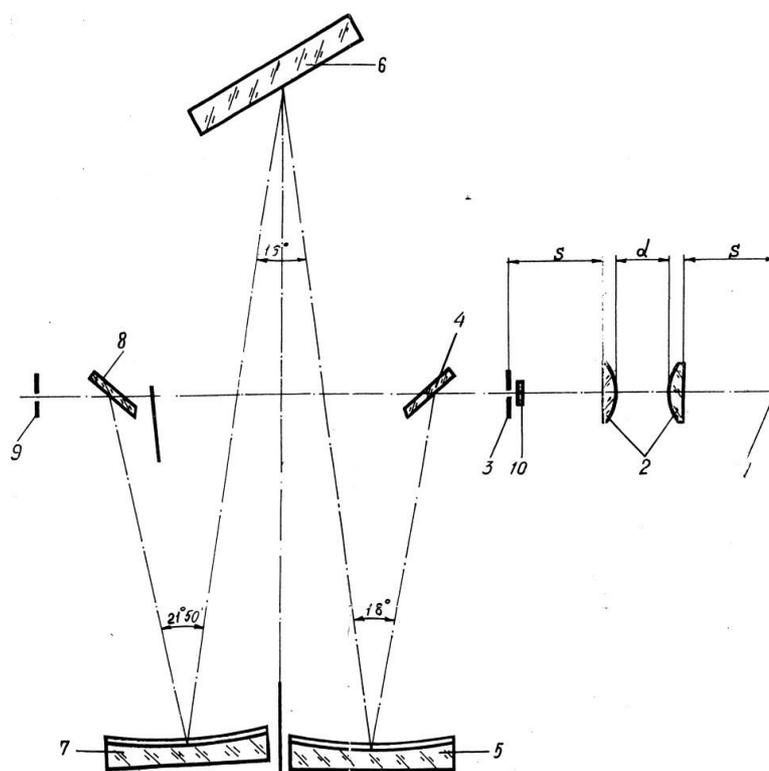


Рисунок 2.8 – оптическая схема монохроматора МДР-2

Свет от источника *1* через систему линз *2* попадает на входную щель *3*. Поворотное зеркало *4* и зеркальный параболический объектив *5*, в фокальной плоскости которого расположена входная щель, направляют параллельный пучок на дифракционную решетку *6*. Диспергированный свет направляется зеркальным параболическим объективом *7* и поворотным зеркалом *8* на выходную щель *9*.

Рабочий диапазон спектра обеспечивается тремя сменными дифракционными решетками с числом штрихов 1200, 600 и 300 на 1 мм, работающими соответственно в трех областях спектра: 200–600, 400–1200 и 800–2500 нм. В работе использовались только синяя (1200 штрихов/мм) и красная (600 штрихов/мм) решетки с обратными линейными дисперсиями 2 и 4 нм/мм соответственно.

Для срезания спектров высшего порядка, налагающихся на рабочий диапазон, служат светофильтры *10*. Светофильтр БС-5 применяется при работе в области спектра 360–600 нм, светофильтр ОС-11 – в области спектра 600–1000 нм, светофильтр ИКС-1 – в области спектра 1000–1500 нм. Для работы в области спектра 1500–2500 нм применяется интерференционный светофильтр, отсекающий область спектра короче 1250 нм.

Для проектирования источника света на щель монохроматора служит двухлинзовый конденсор с фокусным расстоянием 106 мм и световым диаметром 52 мм. Внешний вид монохроматора показан на рисунке 2.9.

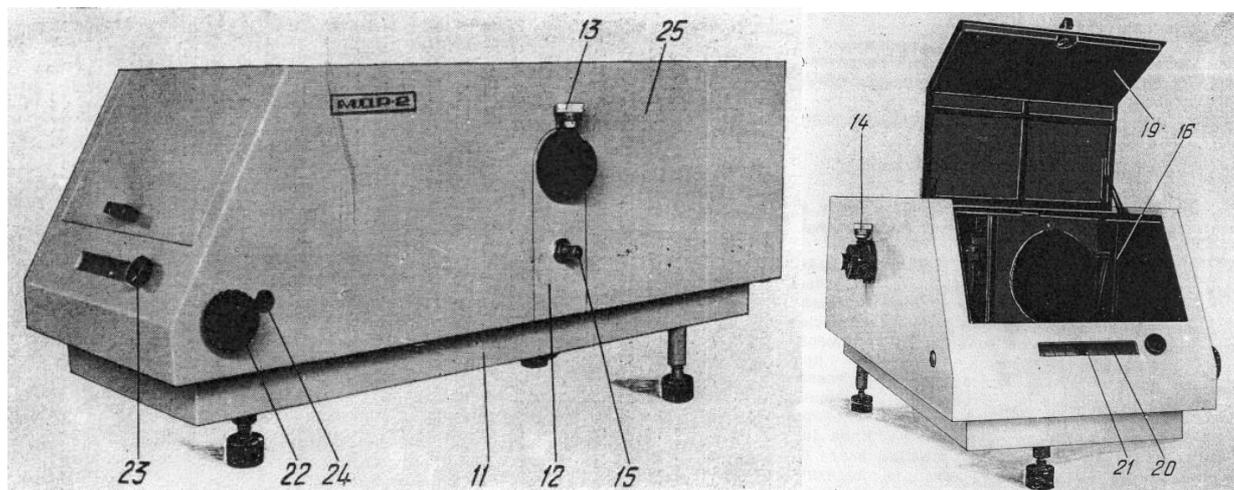


Рисунок 2.9 – Внешний вид монохроматора МДР-2

Монохроматор собран на жестком литом основании 11. Входная и выходная щели в кронштейнах 12 укреплены на основании монохроматора, причем оси входной и выходной щелей расположены на одной прямой. Щели монохроматора симметричные, с переменной шириной раскрытия в пределах от 0 до 4 мм. Отсчет ширины раскрытия выходной щели осуществляется по шкале барабанчика 13, входной щели – по шкале барабанчика 14. Цена деления шкал барабанчиков 0,01 мм.

Для дополнительной фокусировки выходную щель можно перемещать вдоль оптической оси в пределах 4 мм барабанчиком 15.

Сменные дифракционные решетки в оправках помещаются на кронштейн 16. В нерабочем состоянии решетки закрываются выдвижными крышками.

Для уменьшения действующего отверстия монохроматора до 1:5 или 1:10 в комплекте имеются две диафрагмы с окнами 73x69 и 37x34 мм, которые устанавливаются вместо выдвижной крышки.

Установка дифракционных решеток в монохроматор и смена диафрагм осуществляются через окно в корпусе монохроматора, закрываемое крышкой 19.

Параболические и плоские зеркала установлены на основании монохроматора и закреплены на нем винтами.

Определение длины волны участка спектра, выходящего из выходной щели, производится по шкале, нанесенной на барабане 20 в относительных делениях. Отсчет снимается против индекса 21. Вращение барабана осуществляется маховичком 22. Установленное положение барабана можно фиксировать винтом 23.

В монохроматоре предусмотрена возможность автоматического поворота дифракционной решетки. Подключение электродвигателя к механизму может осуществляться с обеих сторон монохроматора через отверстие, закрытое крышкой 24. В комплекте запасных частей для присоединения электродвигателя к монохроматору имеются карданный валик и вилка. Все узлы монохроматора закрыты кожухом 25.

Система регистрации с блоком управления шаговым двигателем ШД-5Д1МУЗ

Система регистрации выполняет функции подсчета импульсов на выходе ФЭУ, поступающих с усилителя-дискриминатора, отсчета времени, передачи данных на персональный компьютер по USBинтерфейсу, управления шаговым двигателем. Выполнена на основе 32разрядного микроконтроллера Atmel AT91SAM7S256.

Шаговый двигатель обеспечивает поворот дифракционной решетки монохроматора, для чего предусмотрен механизм и отверстие для подсоединения. Двигатель имеет 12-контактный штыревой разъем, на который выходят выводы шести обмоток. Шаговый двигатель предназначен для преобразования электрических импульсов управления в дискретные угловые перемещения и обладает малым углом шага.

Основные параметры двигателя:

- Напряжение питания: 48В;
- Единичный шаг: 1,5 градуса;
- Номинальный вращающий момент нагрузки: 0,1 Н*м

Фотоэлектронные умножители

В работе используются два фотоэлектронных умножителя:

- ФЭУ-106 одноэлектронный с диапазоном чувствительности 200-800 нм, работает в режиме счета фотонов. Используется при снятии спектров рентгенолюминесценции. Напряжение питания -1800 В.
- ФЭУ-97, для регистрации коротких импульсов в токовом режиме, диапазон максимальной спектральной чувствительности – 360–460 нм, используется при снятии кривой затухания катодолуминесценции. Напряжение питания -1300 В. Максимальная допустимая амплитуда импульсов на выходе ФЭУ на нагрузке 50 Ом – 1 В.

2.2.2 Ускоритель РАДАН

Ускоритель использовался для визуального наблюдения катодолуминесценции образцов, что позволяло установить примерную длину волны основного пика спектра люминесценции. Установка выполнена в цельном корпусе и включает в себя аналитическую камеру со специальной подложкой и смотровым окном и высокоточный ускоритель электронов прямого действия с микросекундной синхронизацией электронного пучка, в котором используется импульсная электронная трубка ИМАЗ-150Э с холодным катодом на основе взрывной эмиссии электронов. Общий вид установки приведен на рисунке 11.

Основные параметры ускорителя:

- Длительность электронного пучка (на полувысоте/фронт): 2/0,6 нс;
- Средняя энергия электронов: 140–150 кэВ;
- Плотность тока в пучке: 1000 А/см²;
- Частота следования импульсов: 1, 10 Гц, вручную.



Рисунок 2.10 – ускоритель РАДАН, общий вид

2.2.3 Осциллограф Tektronix TDS5034B

Цифровой осциллограф Tektronix TDS5034B использовался при снятии кривой затухания катодолюминесценции. Осциллограф имеет 4 канала, полосу пропускания шириной 1 ГГц, частоту отсчета до 5 GS/s (gigasample per second), управление операционной системой Windows 2000, интерфейс управления как с панели на корпусе, так и при помощи клавиатуры с мышью, возможность сохранения данных на DVD-диск или флэш-память. Экран выполнен по технологии «digital phosphor DPX», что позволяет захватывать осциллограммы с частотой до 10^5 осциллограмм в секунду.

Параметры дисплея: □ Тип дисплея: цветной ЖК-дисплей на активной матрице.

- Размер дисплея: 211,2 мм (W)x158,4 мм (H)x264 мм (10,4 дюймов по диагонали).
- Разрешение дисплея: 640x480.
- Отображение осциллограмм: линии, точки, усиленные выборки, переменная и бесконечная персистенция (инерция изображения).

- Цветовые схемы отображения сигнала: индивидуальные схемы отображения для просмотра записанного сигнала, режима FastAcq включая Нормальный, Зеленый, Серый, Температурный, Спектральный, Пользовательский.
- Формат отображения: YТ, ХУ, ХУZ.

Компьютерная система и периферия:

- CPU: Intel Celeron 2 ГГц;
- RAM: 512 МБ;
- HDD: >80 ГБ;
- Удаляемый HDD на передней панели (опция): не менее 40 ГБ;
- FDD: на лицевой панели, 1,44 МБ;
- Привод CD-RW: на боковой панели; □ Принтер (опция): встроенный термопринтер;
- Мышь (USB interface).

Основные технические характеристики осциллографа приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Основные технические характеристики осциллографа TDS5034

Параметр	Значение
Вертикальная система	
Входные каналы	4
Аналоговая полоса (–3 дБ) 5 мВ/дел ... 1 В/дел	350 МГц
Рассчитанная скорость нарастания при 5 мВ/дел (типично)	1150 пс
Аппаратное ограничение полосы	150 МГц или 20 МГц
Входной импеданс	1 МОм или 50 Ом

Входная чувствительность, 1 МОм	1 мВ/дел ... 10 В/дел
Входная чувствительность, 50 Ом	1 мВ/дел ... 1 В/дел
Вертикальное разрешение	8 бит (>11 бит с усреднением)
Точность по вертикали	1,5% при смещении 0 В
Горизонтальная развертка	
Диапазон	200 пс/дел ... 40 с/дел
Диапазон времени задержки	16 нс ... 250 с
Точность измерения временных интервалов	$\pm(0,30$ интервала дискретизации) + 0,0015%
Джиттер запуска (RMS)	8 пс (RMS, типично)
Частота дискретизации в режиме реального времени	
1 канал (макс.)	5 ГГц
2 канала (макс.)	2,5 ГГц

Продолжение таблицы 2.1

Параметр	Значение
3-4 канала (макс.)	-
Эквивалентная частота дискретизации (макс.)	250 ГГц
Максимальный записываемый интервал времени при наибольшей частоте дискретизации в режиме реального времени (1 канал)	

Временное разрешение (одиночный сигнал)	200 пс (5 ГГц)
Макс интервал со стандартной памятью	80 мкс
Макс интервал с опцией 1М	400 мкс
Макс интервал с опцией 2М	1,6 мс
Режимы сбора данных	
Длительность минимально детектируемого импульса	<1 нс
Усреднение	От 2 до 10000 осциллограмм

Эксплуатация осциллографа в составе установки АСНИ РОСТТ приведена на рисунке 2.11.



Рисунок 2.11 – эксплуатация осциллографа Tektronix TDS5034B в составе установке АСНИ РОСТТ при измерении кривых затухания катодоллюминесценции

2.3 Методика проведения эксперимента

В ходе экспериментов на установке АСНИ РОСТТ, проведенных совместно с А.С. Ярковым под руководством Л.В. Викторова, измерены спектры рентгенолюминесценции образцов, а также кривые затухания катодоллюминесценции в условиях вакуума и при двух температурных режимах: при 295 К и при охлаждении жидким азотом (80...90 К). Перед измерением спектра рентгенолюминесценции

каждого образца проводился экспресс-анализ катодолюминесценции материала на импульсном ускорителе электронов РАДАН для оценки длины волны высвечиваемых фотонов в видимом диапазоне (Рисунок 2.12). Если катодолюминесценцию можно было зарегистрировать невооруженным глазом, то дальнейший эксперимент несколько облегчался, так как можно было примерно оценить параметры измеряемого спектра РЛ.

Перед началом эксперимента проводилась пробоподготовка для порошкообразных образцов. На алюминиевую подложку размером 1x1 см² с заранее высеченной решеткой из канавок наносилось небольшое количество вещества (около 0,25 г) и капалась капля этилового спирта. После испарения этилового спирта вещество с достаточной прочностью за счет собственной адгезии закреплялось на подложке и проба была готова для проведения эксперимента. Готовые пробы приведены на рисунке 2.13.



Рисунок 2.12 – наблюдение катодолюминесценции образца $\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,8}\text{Eu}_{1,2}\text{Si}_{5,4}\text{P}_{0,6}\text{O}_{26}$ в смотровое окно ускорителя РАДАН

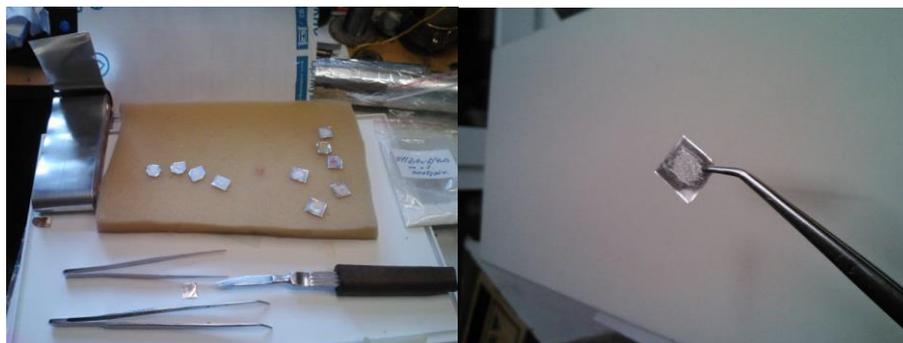


Рисунок 2.13 – готовые пробы материалов

После закрепления пробы на криопальце и установки его в вакуумную камеру, запускалась система откачки по разработанному алгоритму:

- убедиться в герметичности системы, проверить уплотнители;
- включить форвакуумный насос НВР-2Д;
- выждать 2-3 минуты, после чего отжать зажимы нижнего и верхнего шлангов, плавно открыть кран криостата;
- откачать в течении 5-7 минут вакуум в камере криостата;
- включить вакуумметр;
- пронаблюдать пока вакуумметр не покажет 2 мВ по точной шкале;
- открыть кран адсорбционного насоса;
- откачать объем адсорбционного насоса в течение 2-3 минут;
- закрыть кран адсорбционного насоса;
- присоединить сосуд Дьюара с жидким азотом к адсорбционному насосу и в течении 5 минут дать рабочей ткани насоса охладиться;
- открыть нижний кран криостата (при этом показания вакуумметра должны снизиться на 1-2 деления);
- выдержать паузу 2-3 минуты;
- закрыть кран криостата, затем зажать зажимы верхнего потом нижнего шлангов;

- отключить форвакуумный насос;
- открыть верхний кран адсорбционного насоса;
- если не наблюдается улучшение вакуума, перекрыть нижний кран криостата и долить азот в сосуд Дьюара на криогенном насосе;
- после достижения показаний вакуумметра 7–8 мВ по точной шкале, что соответствует давлению 10^{-2} торр, при необходимости можно залить жидкий азот в криопалец для охлаждения образца.

По окончании работ следует провести деактивацию вакуумной системы, производя действия в обратном порядке

При смене образцов следует перекрыть нижний кран криостата, и напустить воздух в криостат.

Точную температуру образца не представлялось возможным установить из-за неизвестного распределения ее по объему образца (неизвестна площадь соприкосновения образца и подставки, а также градиент температуры в его толщине), теплового взаимодействия с остаточным газом в криостате и неизвестной погрешности измерения термопарным датчиком, поэтому везде в данной работе указан температурный диапазон 80–90 К.

Для манипуляций с жидким азотом использовался набор воронок и специально сконструированная кружка с пенопластовой термоизоляцией (Рисунок 2.14).



Рисунок 2.14 – кружка с термоизоляцией для долива жидкого азота

Для измерения спектра рентгенолюминесценции запускался специализированный программный пакет Spektr, подключался фотоэлектронный умножитель ФЭУ-106, работающий в одноэлектронном режиме, широкополосный усилитель и система обработки сигнала. Шаговый двигатель устанавливался в начальное положение по шкале длин волн, устанавливалась нужная дифракционная решетка, светофильтр, положение линз и запускался источник рентгеновского излучения (параметры – 40 кВ, 14 мА). При помощи счетчика импульсов ЧЗ-33, подключенного к фотоэлектронному умножителю, контролировалась плотность потока излучаемых фотонов, и при необходимости регулировалась ширина входной и выходной щелей монохроматора, чтобы интенсивность была достаточна, но с другой стороны ФЭУ не перегружался при прохождении пиков и дисперсия света на выходной щели была как можно ниже. Эксперимент начинался после нажатия кнопки «старт» в программном пакете. За исключением нескольких образцов, шаг по шкале длин волн устанавливался в 1 нм. В остальных случаях – 0,5 нм. По мере прохождения по шкале длин волн требовалось поменять конфигурацию оптической системы:

- 210-360 нм: синяя решетка, линзы раздвинуты, фильтра нет;
- 360-420 нм: синяя решетка, линзы сдвинуты, фильтр БС-5;
- 420-600 нм: синяя либо красная решетка, линзы сдвинуты, фильтр БС-5;
- 600-800 нм: красная решетка, линзы сдвинуты, фильтр ОС-11.

При измерении кривых затухания катодолуминесценции устанавливался импульсный фотоэлектронный умножитель ФЭУ-97, сигнал выводился на осциллограф Tektronix TDS5034B. Чтобы выставить нужную длину волны подбиралась конфигурация оптической системы, затем на шкале монохроматора выставлялось нужное положение. Для наблюдения всех компонент люминесценции, в каждой полосе спектра снимались три кривые при разном входном сопротивлении – 50 Ом, 7,5 кОм и 300 кОм. Режимы с входным сопротивлением 7,5 и 300 кОм

использовались для увеличения постоянной времени входной цепи до 1,5 и 40 мкс соответственно – с целью сглаживания флуктуаций кривой затухания импульсной катодолюминесценции. Измерение импульсов на осциллографе велось в режиме усреднения по 10 штук, вследствие нестабильности параметров электронного пучка.

2.4 Методики обработки экспериментальных данных

Спектры рентгенолюминесценции сохранялись в программном пакете Spekr (АСНИ РОСТТ) в формате *.txt. Визуализация данных и их математическая обработка проводилась в программном пакете Origin 8.0. Для определения параметров полос в спектре рентгенолюминесценции применялась аппроксимация полосы функцией Гаусса, формула которой представлена ниже:

$$f(\lambda) = M \exp\left(-\frac{(\lambda - \lambda_0)^2}{2S^2}\right), \quad (2.1)$$

где M – максимальная амплитуда сигнала в пике; λ – длина волны, λ_0 – длина волны максимума пика; S – стандартное отклонение (мера ширины пика). На практике это реализуется применением команды Fit multi peaks в программном пакете Origin 8.0.

Кривые затухания катодолюминесценции сохранялись на жестком диске осциллографа в формате изображения *.png и текстовом формате *.csv. Обработка также велась в программном пакете Origin 8.0. Метод обработки – аппроксимация кривой затуханием двухкомпонентным экспоненциальным выражением вида:

$$U = U_0 + A_1 \exp(-t/\tau_1) + A_2 \exp(-t/\tau_2), \quad (2.2)$$

где τ_1, τ_2 – постоянные времени затухания. В программном пакете Origin 8.0 этот метод реализуется применением команды fit exponential.

При измерении значения постоянной времени затухания следует сравнить учитывать аппаратную функцию тракта. В качестве аппаратной функции была взята

кривая затухания люминесценции органического сцинтиллятора РОРОР с длительностью сцинтилляций порядка 1-2 нс. Постоянная времени затухания аппаратной функции составила 28 нс, 515 нс и 17,5 мкс при входном сопротивлении 50 Ом, 2,7 кОм и 300 кОм соответственно. При выполнении условия $\tau > 3 \tau_{\text{РОРОР}}$ кривая затухания измеряемого образца считалась зарегистрированной. В противном случае, измерение считалось недостоверным, так как кривые не представляется возможным разделить.

Критерии оценки соответствия смоделированных и экспериментальной спектров РЛ и кривых затухания люминесценции описываются выражениями:

$$P = \sum_{i=1}^n f_{\text{расч}}(\Delta_i) - f_{\text{эксп}}(\Delta_i) \sum_{i=1}^n \Delta_i^2 \rightarrow \min, \quad P = \sum_{i=1}^n f_{\text{расч}}(t_i) - f_{\text{эксп}}(t_i) \sum_{i=1}^n t_i^2 \rightarrow \min \quad (2.3)$$

где $f_{\text{расч}}(\Delta)$, $f_{\text{расч}}(t)$ - теоретические функции, описывающие спектр РЛ или кривую затухания соответственно; $f_{\text{эксп}}(\Delta)$, $f_{\text{эксп}}(t)$ - экспериментальные функции, описывающие спектр РЛ или кривую затухания соответственно; i – номер текущего значения; n – общее количество значений в спектре или кривой.

3 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

3.1 Спектры стационарной рентгенолюминесценции

3.1.1. Оксипатиты

На рисунках 3.1 – 3.5 представлены спектры стационарной рентгенолюминесценции ряда образцов со структурой оксипатита $\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,8}\text{Si}_{6-x}\text{P}_x\text{O}_{26}:\text{Eu}_{1,2}$ ($x = 0 \dots 0,9$).

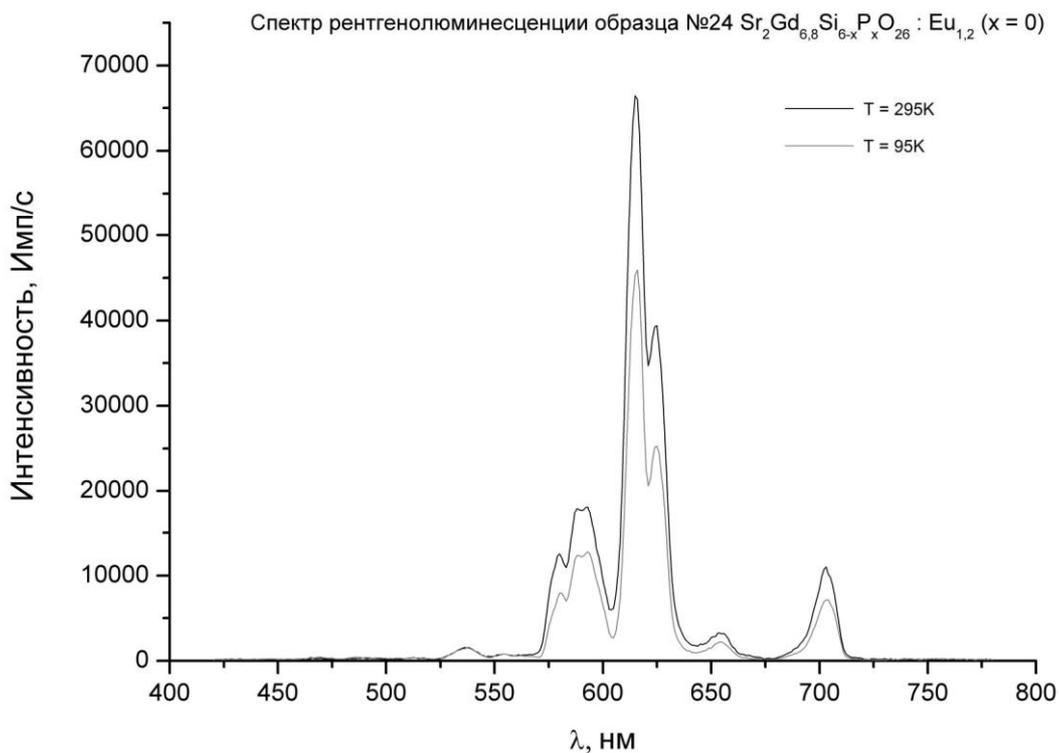


Рисунок 3.1 – спектр РЛ образца №24

Спектры РЛ образцов оксиапатитов аналогичны друг другу. В полученных спектрах наблюдаются характерные спектральные линии ионов Eu^{3+} с максимально интенсивной полосой при 616 нм. Обнаружено, что во всех спектрах РЛ исследованных оксиапатитов интенсивность свечения образца выше при комнатной температуре, чем при температуре жидкого азота. Соотношение интенсивностей при различных температурах образцов $I_{295\text{K}}/I_{85\text{K}}$ лежат в диапазоне от 1,2 до 1,5. Интенсивность полос люминесценции линейно растет от образца №24 к образцу №28, однако прямой зависимости интенсивности свечения от концентрации ионов P^{5+} не наблюдается. Также с увеличением интенсивности свечения несколько ухудшается разрешение полос в спектре.

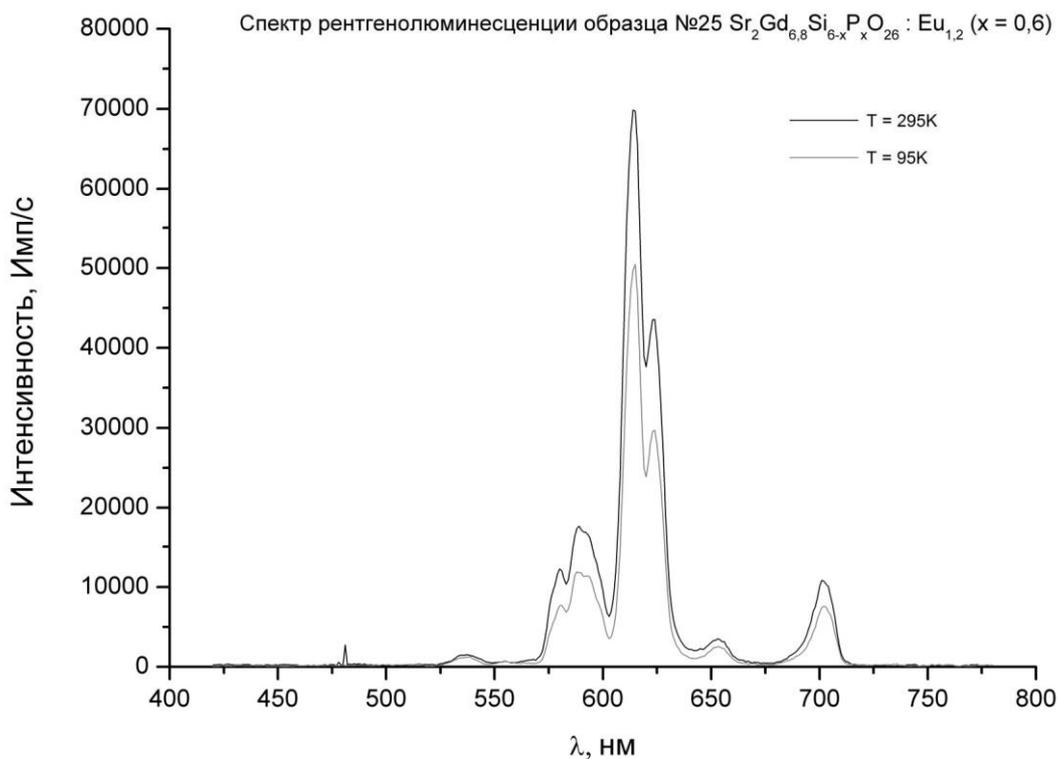


Рисунок 3.2 – спектр РЛ образца №25

Следует отметить, что интенсивность свечения исследованных оксиапатитов сравнима с интенсивностью свечения с такими известными и широкоиспользуемыми красными люминофорами как $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}^{3+}$ и $\text{YVO}_4:\text{Eu}^{3+}$, что позволяет использовать их в качестве компонентов для светодиодных люминофорных композиций, а также для корректоров красной составляющей в энергосберегающих люминесцентных светильниках.

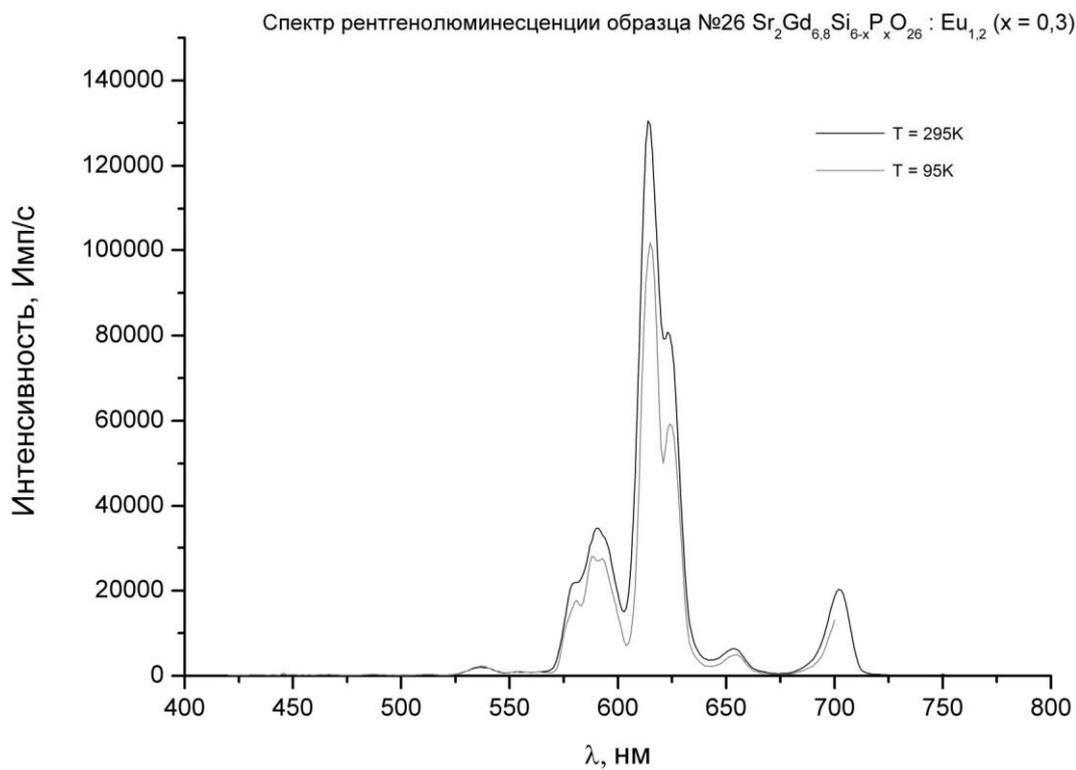


Рисунок 3.3 – спектр РЛ образца №26

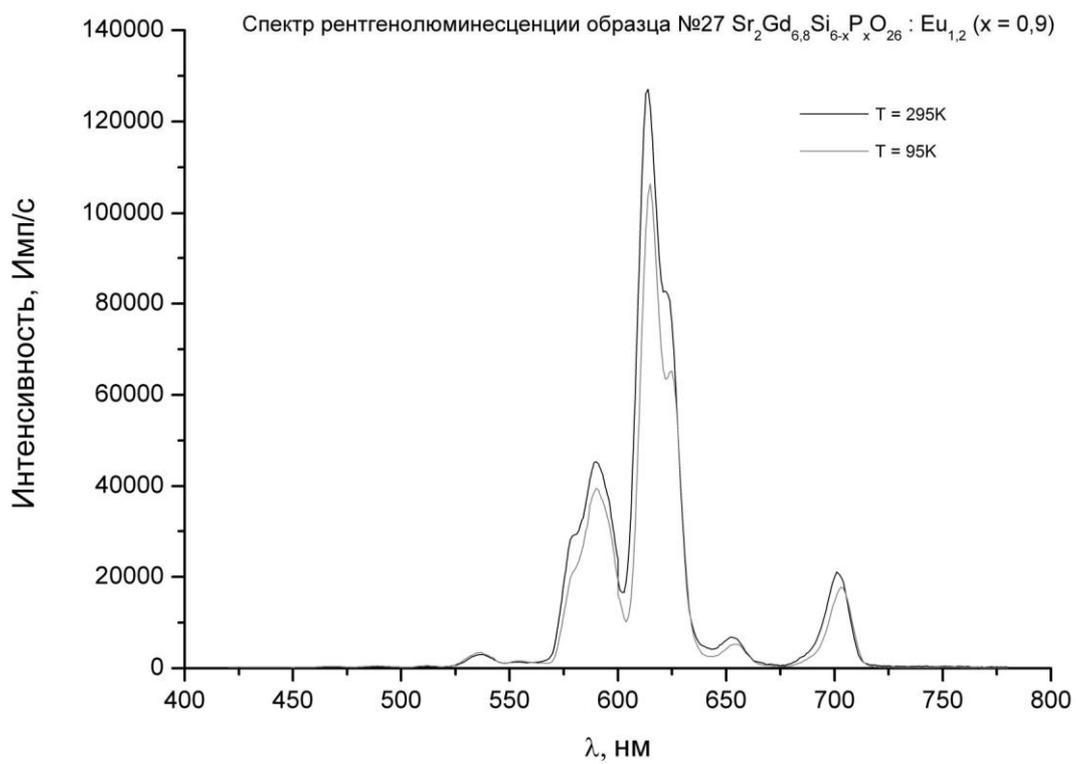


Рисунок 3.4 – спектр РЛ образца №27

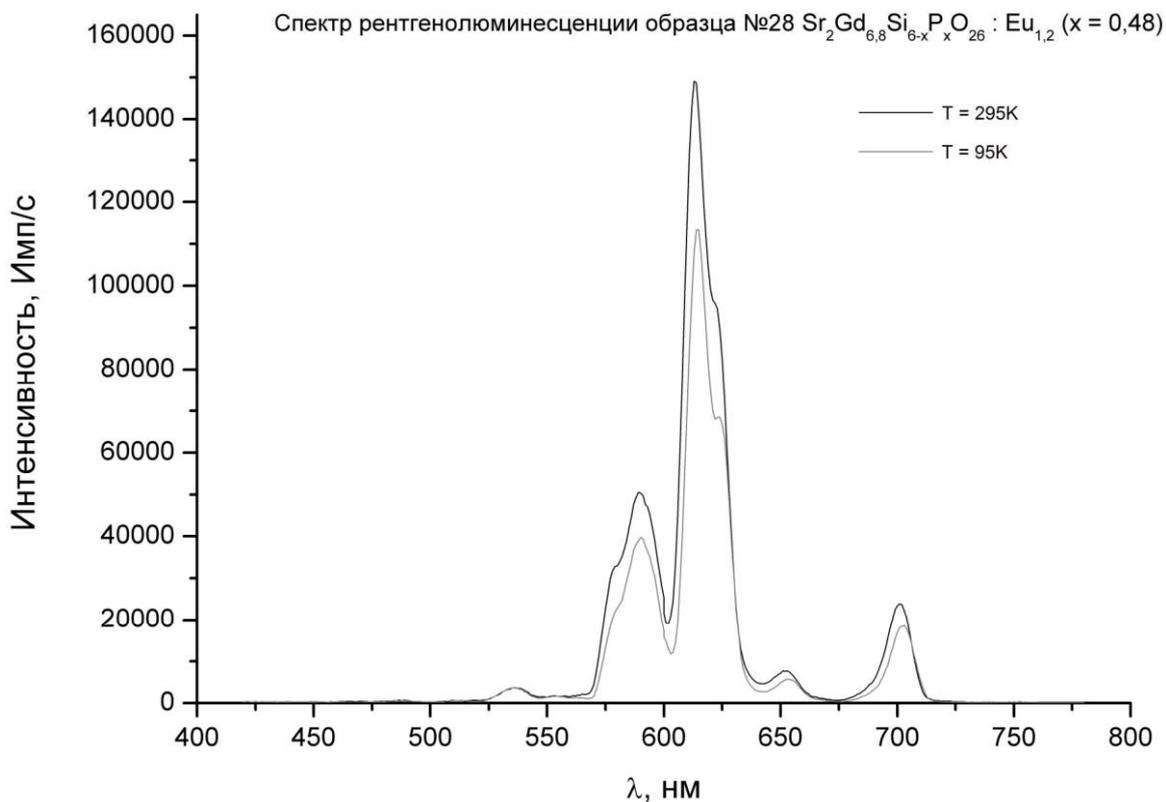


Рисунок 3.5 – спектр РЛ образца №28

3.1.2. Оксиды титана со структурой анатаза

Спектры РЛ оксидов титана TiO_2 со структурой анатаза, активированные редкоземельными элементами Eu^{3+} , Sm^{3+} , Er^{3+} , Ce^{3+} , Tb^{3+} и Nd^{3+} приведены на рисунках 3.6–3.11. Интенсивность свечения образцов с активаторами Eu^{3+} , Er^{3+} , Ce^{3+} , Tb^{3+} и Nd^{3+} очень мала.

В спектре образца с активаторам Eu^{3+} и Ce^{3+} (рис. 3.6 и 3.7) помимо характерных полос указанных ионов проявляются интенсивные полосы при 438, 491, 545 нм и ряд других линий характерных для свечения ионов Tb^{3+} , а также ртутной лампы. Из полученных результатов можно заключить, что указанные спектры РЛ получены с паразитной засветкой и не могут быть проанализированы. Однако следует отметить изменение интегральной интенсивности свечения образцов при понижении температуры образца до 90 К, что указывает на наличие слабого свечения образцов.

Спектры РЛ оксидов титана с активаторами Er^{3+} , Nd^{3+} и Tb^{3+} , изображенных на рис. 3.8, 3.9 и 3.11, получены без паразитной засветки и их можно считать истинными. Однако на рис. 3.11 в области 545 и ~ 600 нм проявляются линии ионов Tb^{3+} , интенсивность которых при понижении температуры до 90 К увеличивается, но учитывая наличие паразитной засветки от внешних источников света анализ данных линий затруднен, требует дополнительных исследований, а также проверки элементного состава и качества изоляции оптического тракта исследовательской установки. В наблюдаемых истинных спектрах РЛ в диапазоне 200–800 нм указанных выше соединений характерных полос свечения ионов РЗЭ не наблюдается. Слабое свечение образцов с активаторами Er^{3+} , Nd^{3+} и Tb^{3+} с максимумом при 427 нм можно отнести к люминесценции дефектов матрицы диоксида титана.

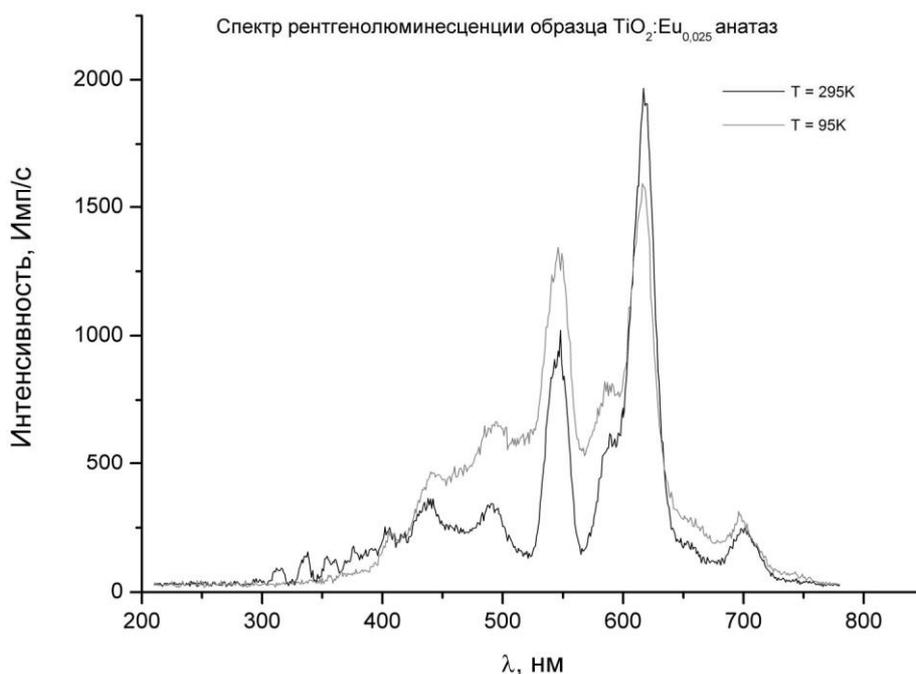


Рисунок 3.6 – спектр РЛ образца $\text{TiO}_2:\text{Eu}_{0,025}$ анатаз

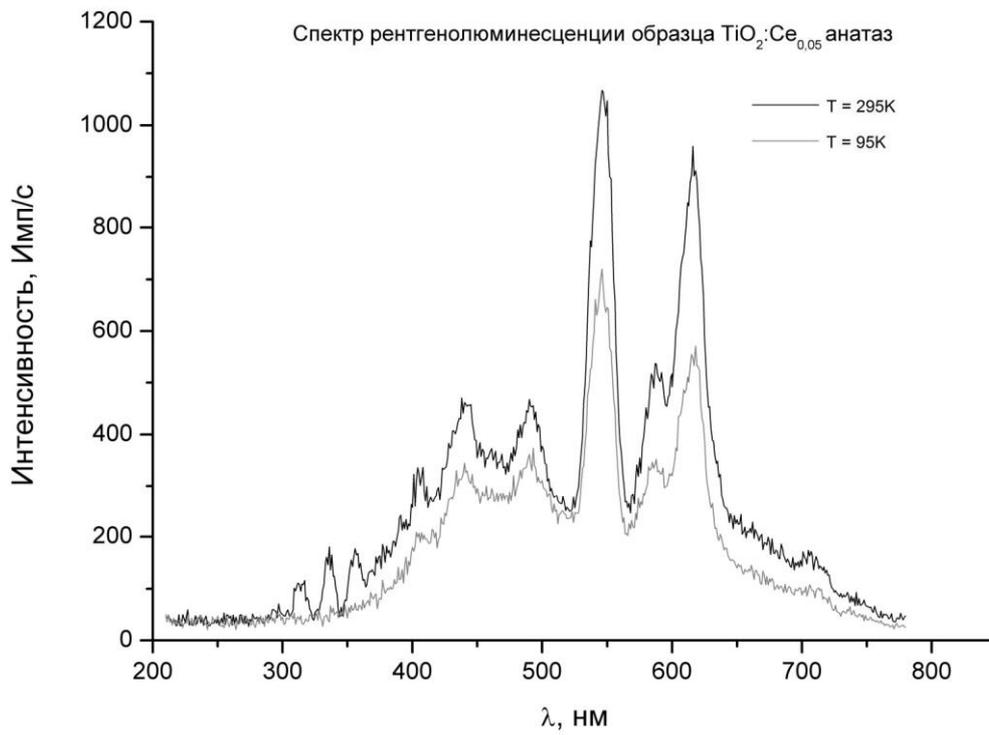


Рисунок 3.7 – спектр РЛ образца $\text{TiO}_2:\text{Ce}_{0,05}$ анатаз

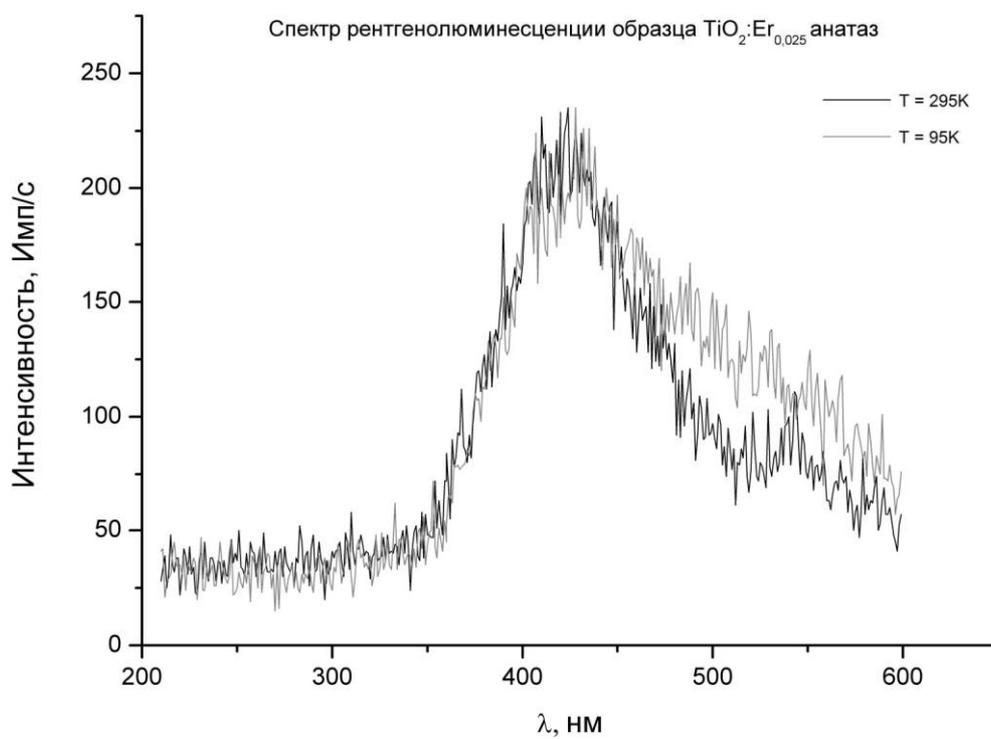


Рисунок 3.8 – спектр РЛ образца $\text{TiO}_2:\text{Er}_{0,025}$ анатаз

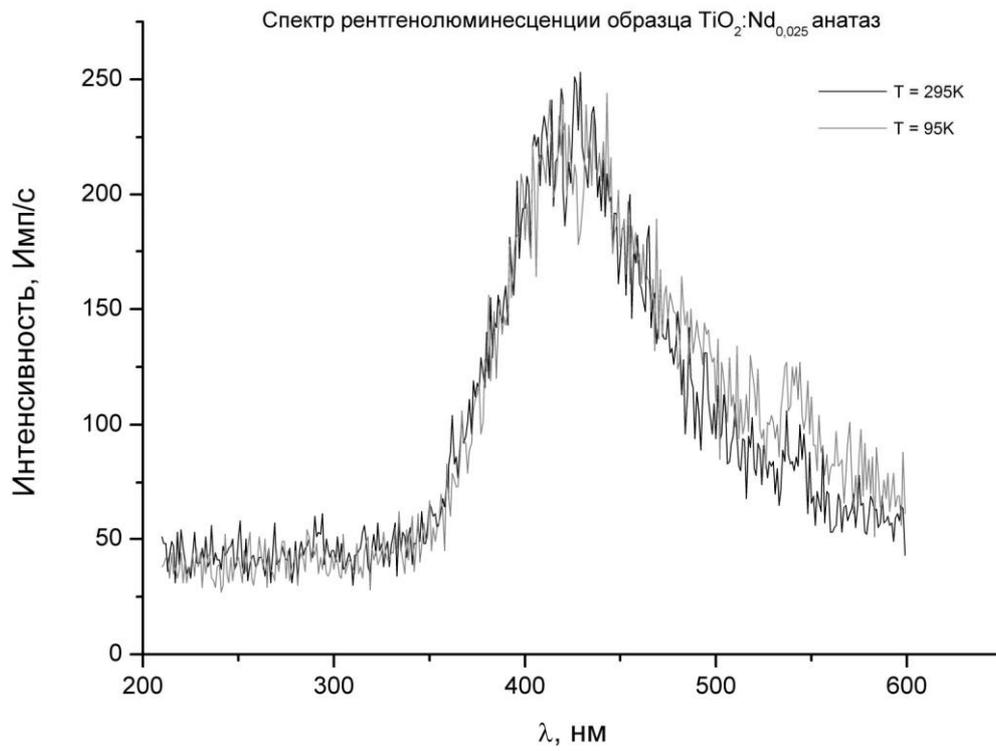


Рисунок 3.9 – спектр РЛ образца $\text{TiO}_2:\text{Nd}_{0,025}$ анатаз

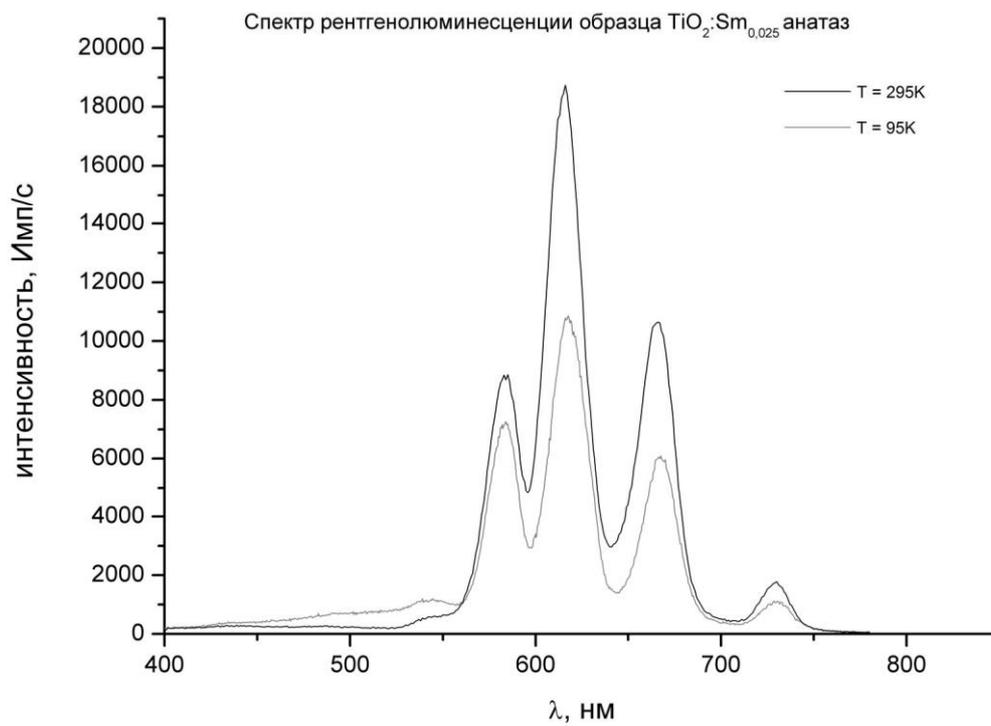


Рисунок 3.10 – спектр РЛ образца $\text{TiO}_2:\text{Sm}_{0,025}$ анатаз

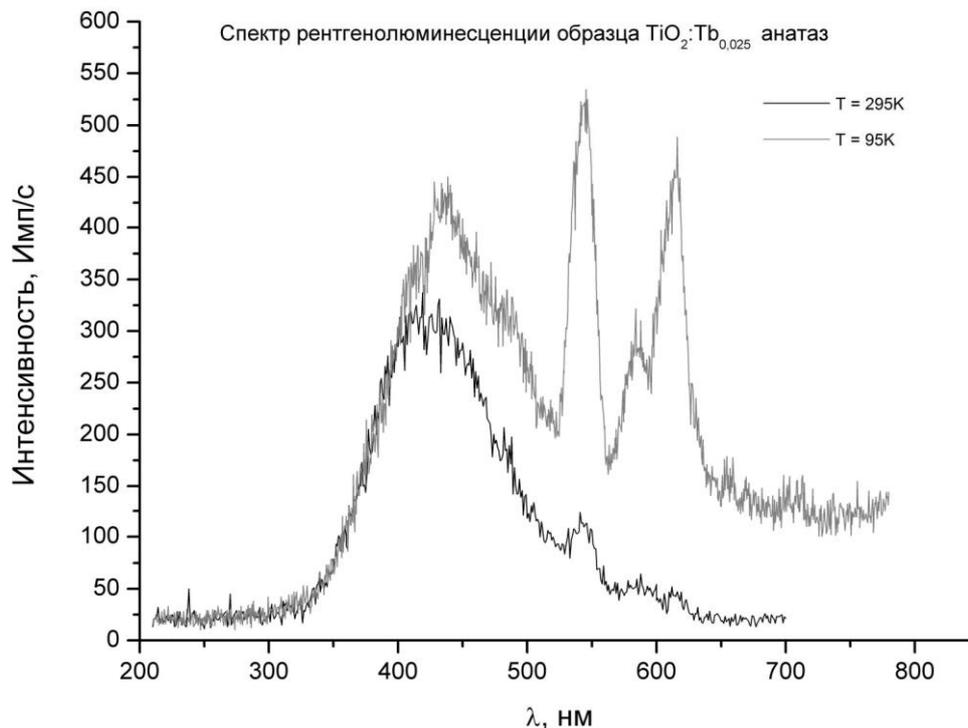


Рисунок 3.11 – спектр РЛ образца $\text{TiO}_2:\text{Tb}_{0,025}$ анатаз

Среди нанопорошков диоксидов титана со структурой анатаза особо следует выделить образец, активированный трехвалентным ионом самария $\text{TiO}_2:\text{Sm}_{0,025}$. Его спектр РЛ приведен на рис. 3.10. У данного образца обнаружено сильное свечение, интенсивность которого сравнима с известными промышленными люминофорами и немногим уступает интенсивности свечения исследованных в данной работе оксиапатитов. Спектр РЛ измерен при широких щелях, что отрицательно сказалось на его разрешении. В спектре отчетливо фиксируются спектральные линии 570, 620, 650 и 730 нм характерные для ионов Sm^{3+} .

3.1.3. Оксиды титана со структурой рутила

Спектры РЛ оксидов титана TiO_2 со структурой рутила, активированные редкоземельными элементами Eu^{3+} , Sm^{3+} , Er^{3+} , Ce^{3+} , Tb^{3+} и Nd^{3+} приведены на рис. 3.12–3.17. Интенсивность свечения всех образцов со структурой рутила мала,

вследствие чего из-за высокой чувствительности оптического тракта установки в спектрах РЛ отчетливо проявляются линии люминесцентной ртутной лампы дневного света при 545 и 620 нм (так же как и для случая оксидов титана со структурой анатаза см. раздел 3.1.2). Также эти линии могут быть отнесены к неконтролируемой примеси ионов Tb^{3+} . Однако, исключая из рассмотрения эти линии, в спектрах РЛ проявляется широкая полоса свечения с максимумом при 427 нм, которую можно отнести к свечению дефектов матрицы диоксида титана.

Стоит отметить, что спектральные линии ионов Sm^{3+} интенсивно проявляющиеся в спектре свечения анатазного образца, в спектре образца рутила обнаружены не были.

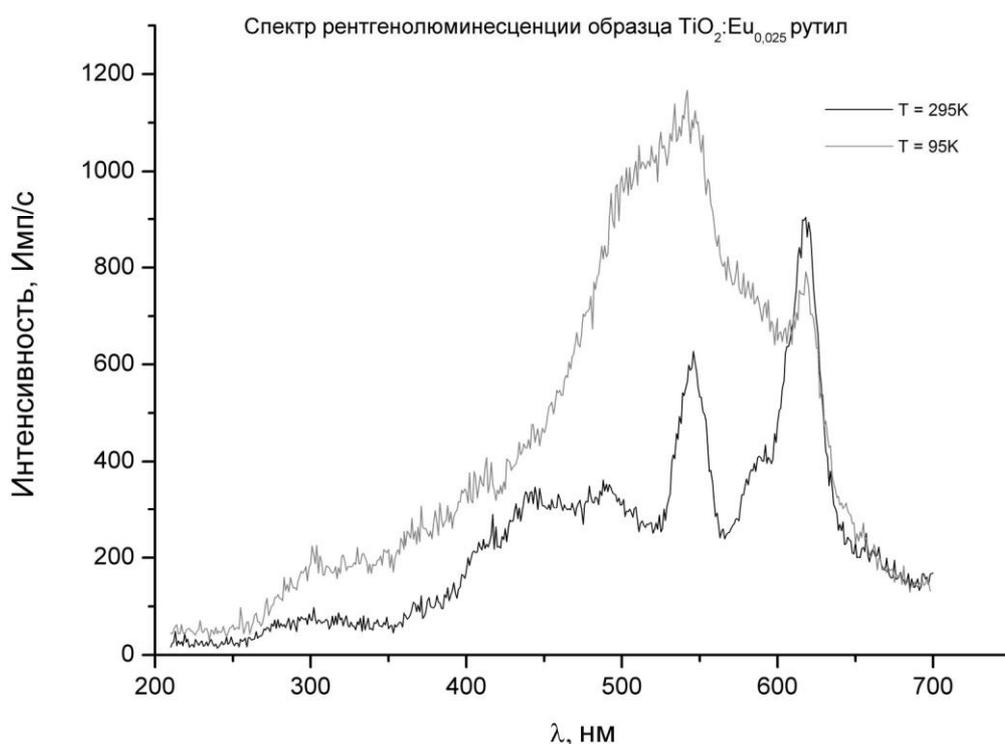


Рисунок 3.12 – спектр РЛ образца $TiO_2:Eu_{0,025}$ рутил

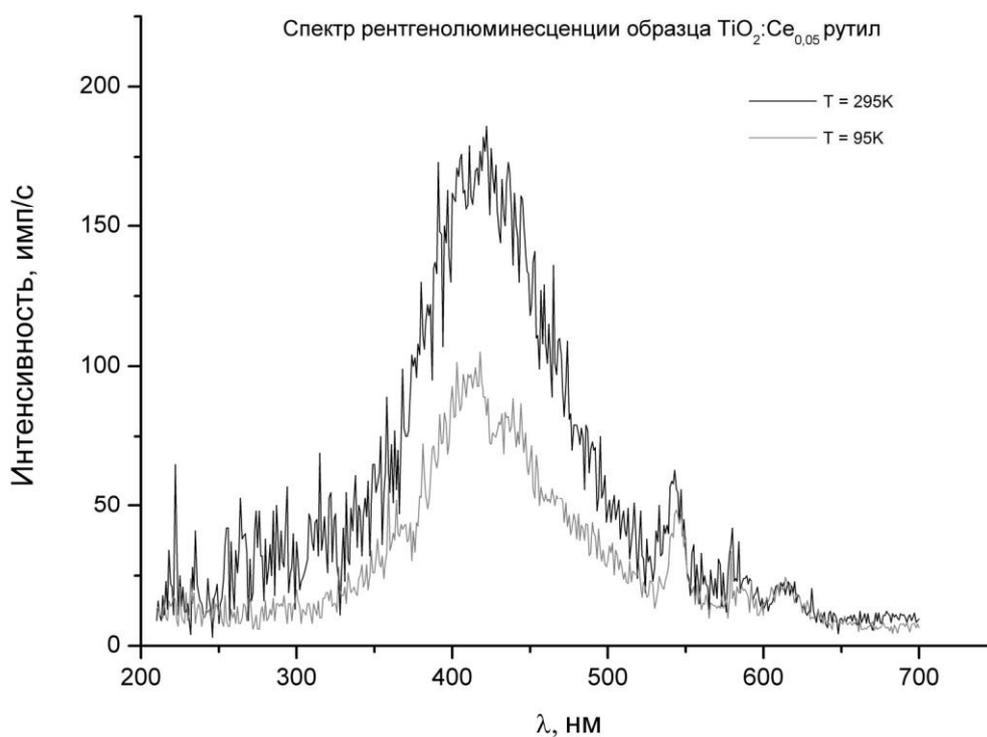


Рисунок 3.13 – спектр РЛ образца $\text{TiO}_2:\text{Ce}_{0.05}$ рутил

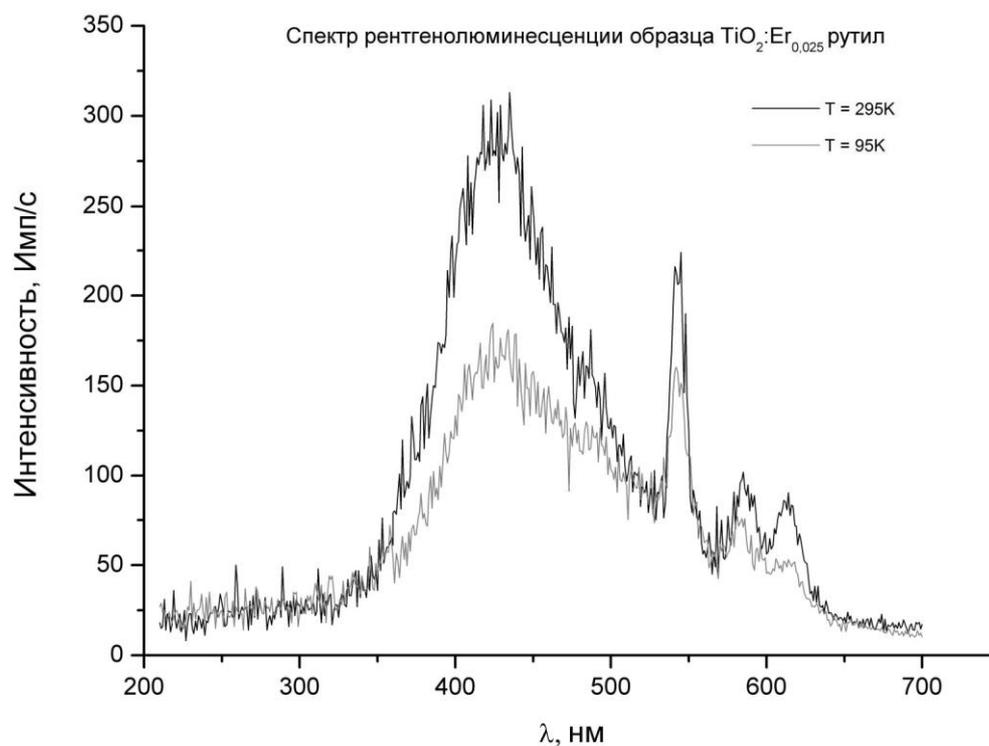


Рисунок 3.14 – спектр РЛ образца $\text{TiO}_2:\text{Er}_{0.025}$ рутил

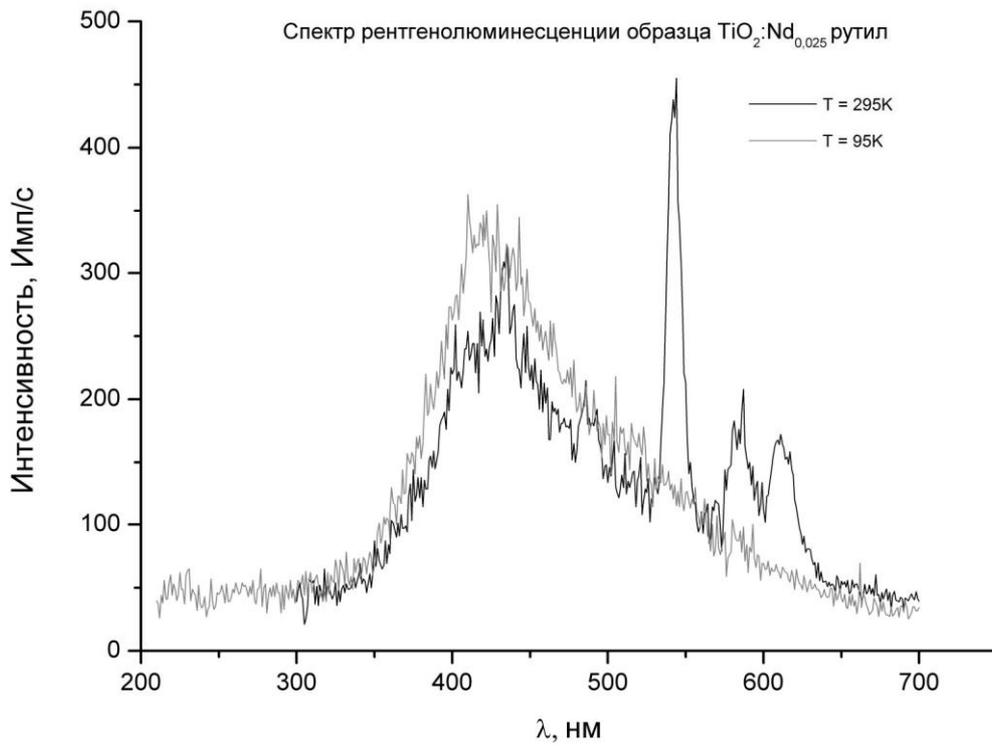


Рисунок 3.15 – спектр РЛ образца $\text{TiO}_2:\text{Nd}_{0,025}$ рутил

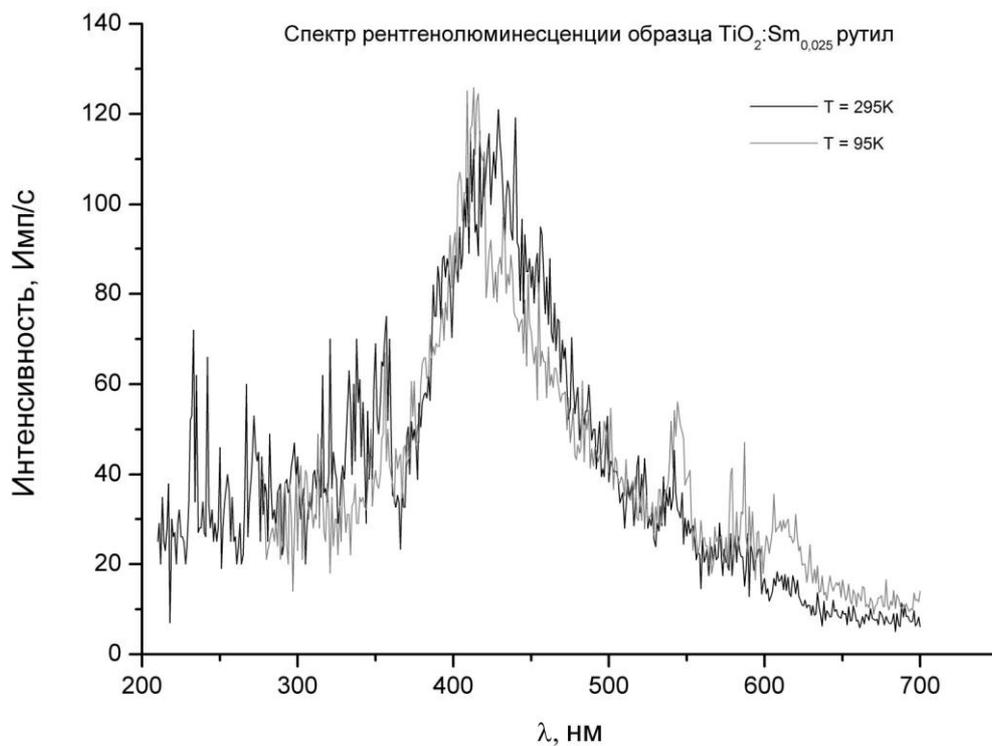


Рисунок 3.16 – спектр РЛ образца $\text{TiO}_2:\text{Sm}_{0,025}$ рутил

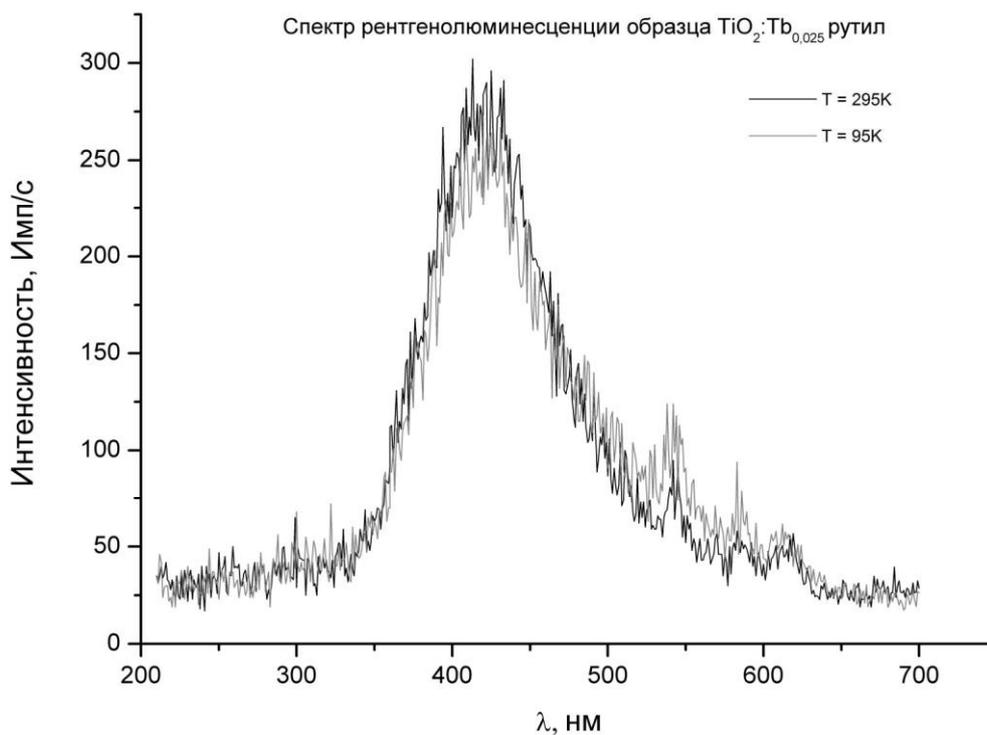


Рисунок 3.17 – спектр РЛ образца $\text{TiO}_2:\text{Tb}_{0,025}$ рутил

3.2 Кривые затухания катодолуминесценции

Временные параметры высвечивания люминофоров, характеризующиеся константой времени затухания, очень важны не только с прикладной, но фундаментальной точки зрения при их изучении. Временные параметры свечения материалов необходимо знать при их потенциальном применении в качестве радиационных детекторов, лазерных сред, а также для люминофоров в устройствах отображения информации. Кривые затухания катодолуминесценции не являются наглядными, поэтому в данной работе приведены только их параметры в табличном виде. Пример кривой затухания приведен на рис. 3.18.

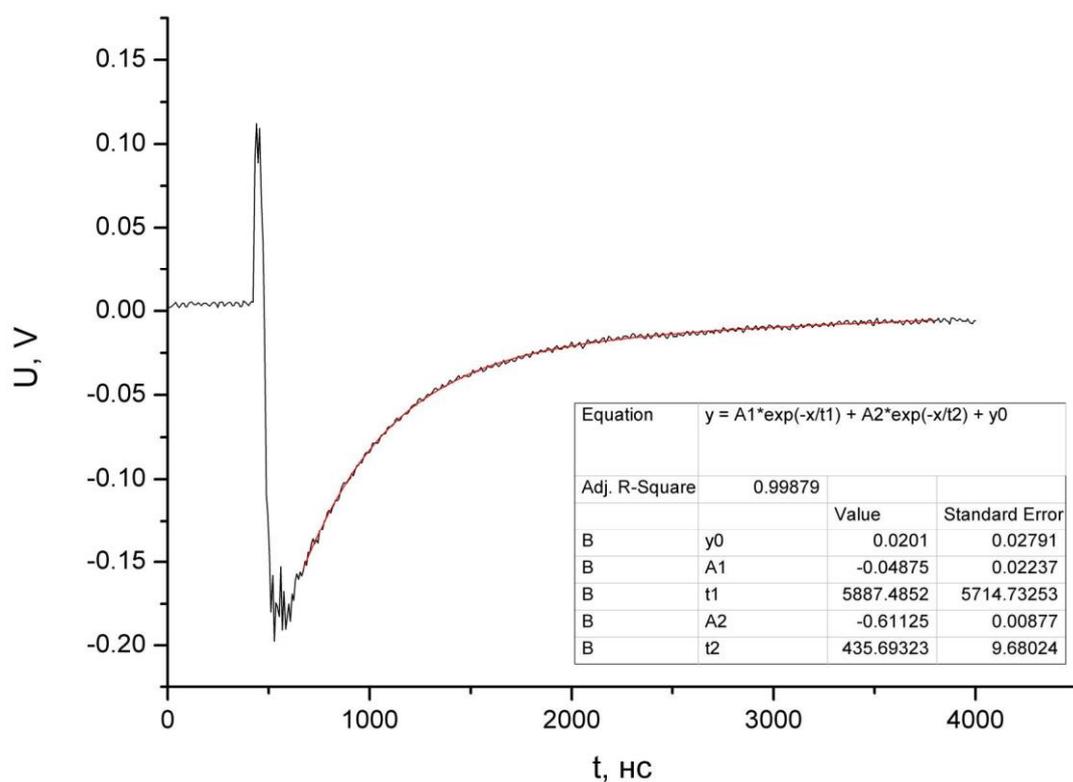


Рисунок 3.18 – кривая затухания ИКЛ на примере образца $\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,8}\text{Eu}_{1,2}\text{Si}_6\text{O}_{26}$ в полосе 616 нм с нагрузкой 2,7 кОм

3.2.1 Кривые затухания ИКЛ оксиапатитов

В таблице 3.1 приведены параметры кривых затухания ИКЛ для образцов оксиапатитов. Все кривые были измерены в полосе 616 нм в силу того, что только она представляет для нас интерес из-за максимальной интенсивности свечения.

Таблица 3.1 – параметры кривых затухания образцов оксиапатитов

Образец	Входное сопротивление	τ_1	τ_2
№24	50 Ом	-	-
	2,7 кОм	-	6 мкс
	300 кОм	62 мкс	345 мкс
№25	50 Ом	-	-

	2,7 кОм	-	-
	300 кОм	108 мкс	707 мкс
№26	50 Ом	-	-
	2,7 кОм	-	-
	300 кОм	127 мкс	762 мкс
№27	50 Ом	-	-
	2,7 кОм	23 мкс	-
	300 кОм	112 мкс	734 мкс
№28	50 Ом	-	-
	2,7 кОм	17 мкс	249 мкс
	300 кОм	107 мкс	484 мкс

Примечание – отсутствие значения постоянной времени затухания говорит о том, что она сопоставима с аппаратной и её оценка затруднительна.

Следует отметить, что полученные значения постоянной времени затухания по результатам аппроксимации экспоненциальной кривой для линий люминесценции ионов Eu^{3+} не характерны для них в других аналогичных матрицах, что требует проведения дополнительных исследований с привлечением методов время-разрешенной спектроскопии. Например постоянная времени затухания линии европия в матрице YVO_4 составляет единицы миллисекунд.

3.2.2 Кривые затухания ИКЛ соединений оксида титана

В таблице 3.2 приведены параметры кривых затухания ИКЛ для некоторых образцов оксидов титана со структурой анатаза.

Таблица 3.2 – параметры кривых затухания образцов оксиапатитов

Образец	Полоса	Входное сопротивление	τ_1	τ_2
TiO ₂ :Sm _{0,025} анатаз	583 нм	50 Ом	-	-
		2,7 кОм	-	-
		300 кОм	208 мкс	263 мкс
	616 нм	50 Ом	-	-
		2,7 кОм	897 нс	-
		300 кОм	129 мкс	276 мкс
TiO ₂ :Eu _{0,025} Анатаз	546	50 Ом	-	-
		2,7 кОм		2 мкс
		300 кОм	-	-
	616	50 Ом	-	-
		2,7 кОм	-	-
		300 кОм	-	-

Примечание – отсутствие значения постоянной времени затухания говорит о том, что она сопоставима с аппаратной, и поэтому не может быть оценена, либо свечение отсутствует.

Отсутствие значений при высоком входном сопротивлении для образца TiO₂:Eu_{0,025} может свидетельствовать о подтверждении гипотезы паразитной застески входной щели монохроматора при измерении спектров РЛ.

Оценка характеристик линий свечения образца TiO₂:Sm_{0,025} со структурой анатаз показала, что полученные значения соответствуют литературным данным, но являются несколько заниженными, что однако может быть следствием влияния размерности образца (нанодиапазон).

Измерение временных характеристик оксидов титана со структурой рутила и анатаза в полосе с максимумом при 425–430 нм показало, что постоянная времени затухания этой полосы меньше, либо равна постоянной времени электронного тракта регистрации и находится на уровне единиц наносекунд.

4 ОБСУЖДЕНИЕ И АНАЛИЗ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ

4.1 Оксипатиты

Измеренные спектры РЛ оксипатитов вида $\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,8}\text{Si}_{6-x}\text{P}_x\text{O}_{26}:\text{Eu}_{1,2}$ ($x = 0 \dots 0,9$) с различной концентрацией примесных анионообразующих ионов фосфора P^{5+} были проанализированы с использованием методов аппроксимации и интерпретированы в соответствии с известными литературными данными об излучательных внутрицентровых $f-f$ переходах в ионе Eu^{3+} . Результаты анализа спектров рентгенолюминесценции приведены в таблице 4.1.

Следует отметить, что слабоинтенсивная полоса излучения при 555 нм, отнесенная нами к ${}^5\text{D}_1-{}^7\text{F}_1$ терму $f-f$ переходов европия, проявляется только в образце №24 с нулевой концентрацией ионов P^{5+} .

Таблица 4.1 – параметры спектров рентгенолюминесценции образцов $\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,8}\text{Si}_{6-x}\text{P}_x\text{O}_{26}:\text{Eu}_{1,2}$ ($x = 0 \dots 0,9$), аппроксимированных гауссианами

Образец		Полосы люминесценции			
Номер	C_p	λ , нм	Соответствующий терм	FWHM, нм	Интенсивность, Имп/с
24	0	537	${}^5\text{D}_1-{}^7\text{F}_0$	-	1550
		555	${}^5\text{D}_1-{}^7\text{F}_1$	-	780
		580	${}^5\text{D}_0-{}^7\text{F}_0$	11,87	16588
		587		3,89	5429
		593		6,78	8133
		615	${}^5\text{D}_0-{}^7\text{F}_2$	7,7	64692
		625		7,2	35456

		653	5^7 D ₀ - F ₃	6,58	1700
--	--	-----	--	------	------

Продолжение таблицы 4.1

Образец		Полосы люминесценции			
Номер	C _p	λ, нм	Соответствующий терм	FWHM, нм	Интенсивность, Имп/с
24	0	703	5^7 D ₀ - F ₄	8,16	8551
26	0,3	536	5^7 D ₁ - F ₀	-	2016
		578	5^7 D ₀ - F ₀	5,3	9944
		591	5^7 D ₀ - F ₂	14,49	29851
		614		8,7	124361
		625	5^7 D ₀ - F ₄	7,66	67217
		702		9,39	18478
		577	5^7 D ₀ - F ₀	5,79	12923
28	0,48	535	5^7 D ₁ - F ₀	-	3629
		590	5^7 D ₀ - F ₂	15,06	43214
		613		9,48	142244
		624	5^7 D ₀ - F ₃	8,26	75677
		651		15,67	8205
		700	5^7 D ₀ - F ₄	9,43	21184
		579	5^7 D ₀ - F ₀	6,12	7373
25	0,6	536	5^7 D ₁ - F ₀	-	1551
		587	5^7 D ₀ - F ₂	3,76	4010
		592		12,18	13286
		613		7,89	68035
		624	5^7	6,96	38967

		652	D ₀ - F ₃	6,79	1672
		702	⁵ ⁷ D ₀ - F ₄	8,72	9105
		577	⁵ ⁷ D ₀ - F ₀	6,47	14544
27	0,9	536	⁵ ⁷ D ₁ - F ₀	-	3064
		591	⁵ ⁷ D ₀ - F ₂	15,55	43765

Продолжение таблицы 4.1

Образец		Полосы люминесценции			
Номер	C _p	λ, нм	Соответствующий терм	FWHM, нм	Интенсивность, Имп/с
27	0,9	614	⁵ ⁷ D ₀ - F ₂	9,31	119740
		624	⁵ ⁷ D ₀ - F ₄	8,03	65337
		701		9,84	18830

На рисунках 4.2 и 4.3 приведены графики зависимостей интенсивности люминесценции полос с максимумами при 614–615 и 624–625 нм и интегральной светосуммы от концентрации ионов фосфора. Как видно из графиков, линейной зависимости наблюдается. Однако если построить аналогичные кривые в зависимости от номера от образца, то указанные выше параметры закономерно возрастают с увеличением номера образца. Этот факт требует перепроверки реальной концентрации ионов фосфора в структуре оксиапатитов.

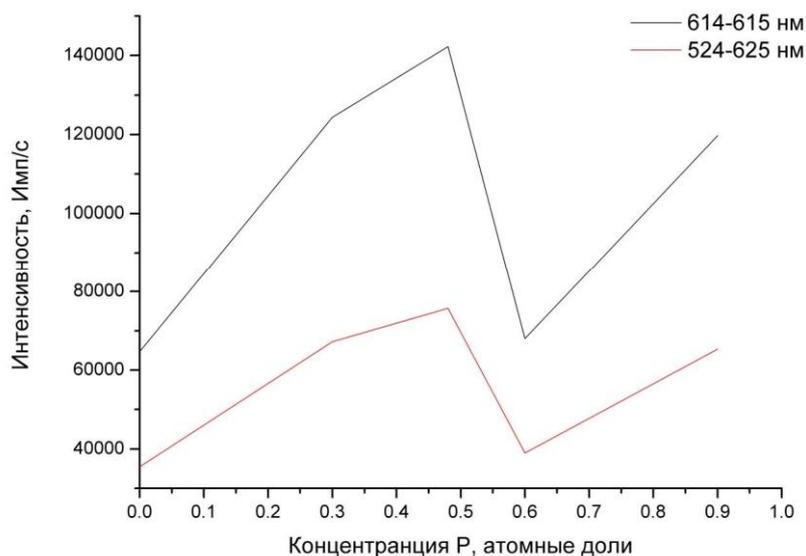


Рисунок 4.2 – Зависимость интенсивности спектральных полос 614-615 и 624-625 нм спектра рентгенолюминесценции образцов $\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,8}\text{Si}_{6-x}\text{P}_x\text{O}_{26}:\text{Eu}_{1,2}$ ($x = 0 \dots 0,9$) от концентрации атомов фосфора

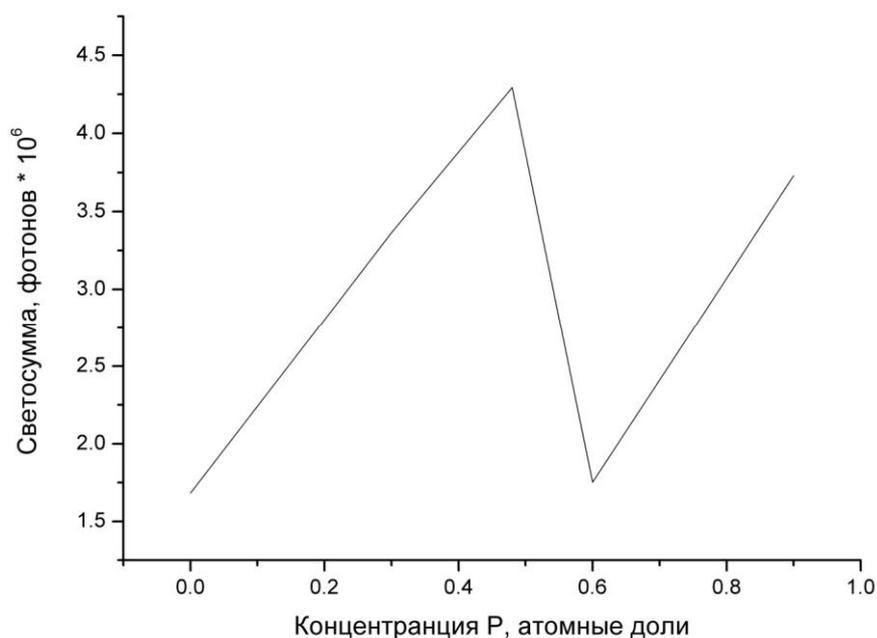


Рисунок 4.3 – зависимость интегральной светосуммы спектра рентгенолюминесценции образцов $\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,8}\text{Si}_{6-x}\text{P}_x\text{O}_{26}:\text{Eu}_{1,2}$ ($x = 0 \dots 0,9$) от концентрации атомов фосфора

Введение ионов P^{5+} в матрице оксиапатитов вида

$\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,8}\text{Si}_{6-x}\text{P}_x\text{O}_{26}:\text{Eu}_{1,2}$ ($x = 0 \dots 0,9$) было сделано с замещения анионообразующих ионов кремния Si^{4+} . Наличие разновалентных анионообразующих ионов должно влиять на стехиометрию кристаллической структуры в кислородной подрешетке и влиять на концентрацию кислородных вакансий в этой структуре. Как показывают ранее проведенные исследования [3–4] аналогичных изоструктурных соединений механизмом возбуждения люминесценции ионов активатора в данных соединениях является безызлучательная передача энергии от возбужденных нейтральных кислородных вакансий (кислороднодефицитных центров) близлежащим ионам европия [1]. Этот механизм представляется правдоподобным, который может подтверждаться и нашими экспериментами, показывающими, что при понижении температуры образца происходит замедление миграции электронов по кристаллу, и как следствие, уменьшение количества рекомбинаций в единицу времени, что в свою очередь приводит к уменьшению интенсивности свечения.

Предполагая наличие вышеописанного механизма диссипации энергии в оксиапатитах можно предположить, что некоторое увеличение концентрации кислородных вакансий должно привести к увеличению интенсивности свечения ионов европия, что и наблюдается у образцов №24–26. Однако дальнейшее увеличение концентрации ионов фосфора приводит к скачкообразному изменению интенсивности свечения образца, что может свидетельствовать о существенном изменении ближайшего окружения ионов Eu^{3+} , либо появлением дополнительного канала диссипации энергии при достижении определенного предела концентрации ионов P^{5+} и кислородно-дефицитных центров.

На рисунке 4.1 представлена кристаллическая структура оксиапатита на примере соединения $\text{Sr}_2\text{Y}_8[\text{SiO}_4]_6\text{O}_2:\text{Eu}$. В кристаллической решетке ионы Eu, замещают атомы Gd и Sr и могут занимать положение как 4f (в окружении 9 атомов кислорода, принадлежащих структуре $[\text{SiO}_4]$), так и 6h (в окружении 6 атомов кислорода из структуры $[\text{SiO}_4]$, и одного из положения 2a).

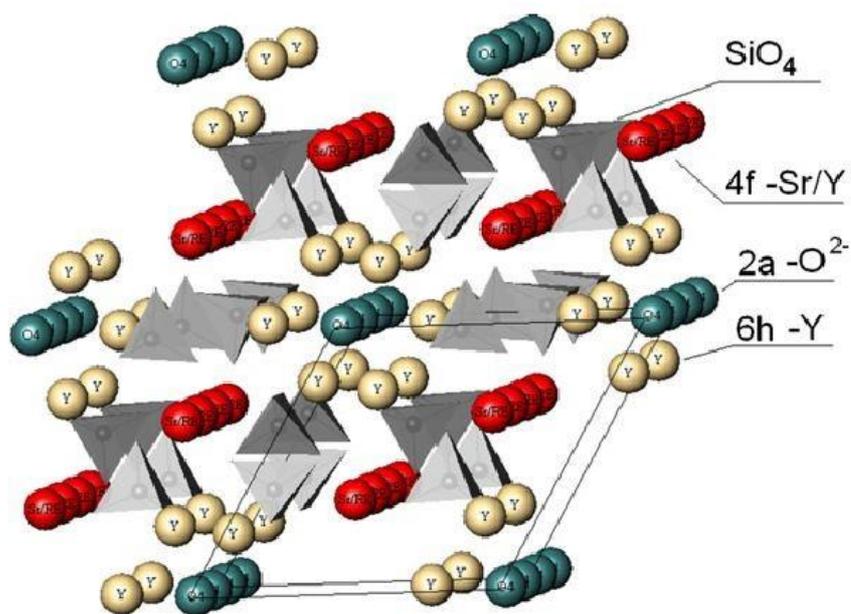


Рисунок 4.1 – кристаллическая структура оксиапатита на примере соединения $\text{Sr}_2\text{Y}_8[\text{SiO}_4]_6\text{O}_2:\text{Eu}$

Из описания указанной структуры следует, что наличие ионов фосфора может влиять на концентрацию ионов Eu в той или иной структурной позиции.

В ходе исследования также было выявлено несколько особенностей, требующих более подробного изучения и интерпретации. По сравнению с синтезированными ранее образцами $\text{Sr}(\text{Ca})_2\text{Gd}(\text{Y})_{8-x}\text{Eu}_x\text{Si}_6\text{O}_{26-6}$, $\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,53}\text{Eu}_{1,47}\text{Si}_6\text{O}_{26-6}$ и $\text{Ca}_2\text{Gd}_{6,55}\text{Eu}_{1,45}\text{Si}_6\text{O}_{26-6}$ [4], в спектрах люминесценции исследованных нами образцов отсутствуют линии, соответствующие излучательным $5d \rightarrow 4f$ переходам ионов Eu^{2+} ($\lambda_{\text{люм}} \approx 450 \text{ нм}$).

4.2 Оксид титана со структурой анатаза

Общим признаком для всех спектров данного ряда образцов (за исключением образца с самариевым активатором) является низкая интенсивность свечения и наличие в спектре широкой полосы, связанной с люминесценцией кислородных вакансий ($\lambda_{\text{люм}} \approx 430 \text{ нм}$) [5-6]. Практически во всех спектрах проявляются линии 540, 585 и 620 нм. Происхождение их может быть объяснено недостаточной чистотой исходных редкоземельных препаратов, либо случайной засветкой от внешнего искусственного освещения от ламп с европиевыми и тербиевыми люминофорами при проведении эксперимента. Оба фактора могли проявиться одновременно и

вследствие низкой интенсивности свечения образцов затрудняют интерпретацию спектров РЛ.

Из всего ряда активированных оксидов титана со структурой анатаза интерес вызвали лишь два образца – $\text{TiO}_2:\text{Sm}_{0,025}$ и $\text{TiO}_2:\text{Eu}_{0,025}$. Они отличаются относительно высокой интенсивностью свечения и узкими спектральными линиями. Характеристики спектров РЛ указанных соединений приведены ниже в таблице 4.2.

Кристаллическая решетка матрицы TiO_2 со структурой анатаза приведена на рисунке 4.4. Решетка имеет тетрагональную сингонию в обеих формах, основу создают ионы титана в узловых точках решетки, в вершинах октаэдров располагаются атомы кислорода. В данной структуре ионы редкоземельных активаторов занимают позицию четырехвалентных ионов титана. Компенсация недостатка положительного заряда у примеси может происходить за счет образования близлежащей кислородной вакансии, захватившей один электрон, с образованием кислородного F^+ -центра: $V^{++\square} + e^- \rightarrow F^+$. Также данная структурная конфигурация может отвечать за полосу люминесценции в области 420 нм, так как соответствует конфигурации автолокализованного экситона, связанного с дефектом.

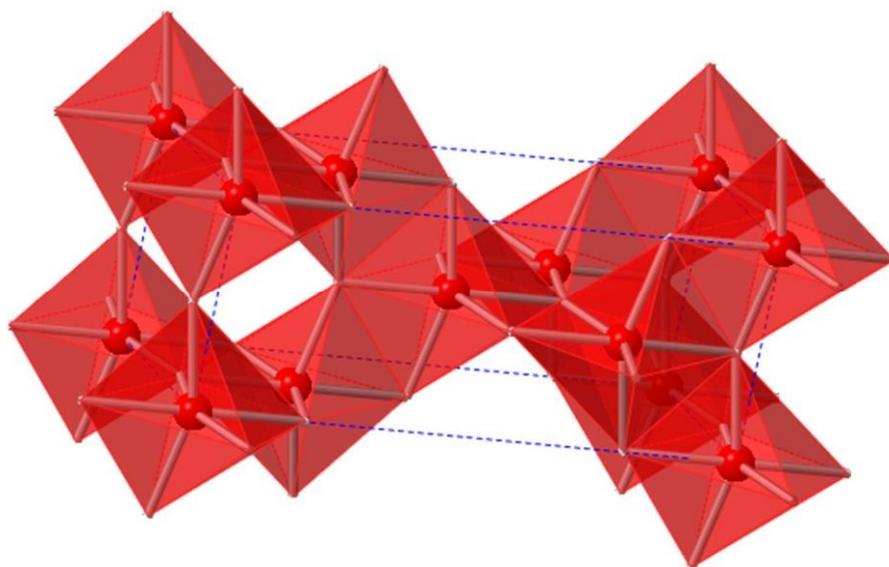


Рисунок 4.4 – кристаллическая решетка диоксида титана со структурой анатаза

Причину интенсивного свечения ионов самария в отличие от ряда других образцов в рамках данной работы объяснить не представляется возможным. Для этого требуется подготовка новой серии образцов с различной концентрацией редкоземельных ионов, а также с различной крупностью частиц.

Таблица 4.2 – параметры спектров РЛ образцов $\text{TiO}_2:\text{Sm}_{0,025}$ и $\text{TiO}_2:\text{Eu}_{0,025}$ со структурой анатаза

Образец	Пики			
	λ , нм	Соответствующий терм	FWHM, нм	Интенсивность, Имп/с
$\text{TiO}_2:\text{Eu}_{0,025}$	546	${}^5_7\text{D}_1 - \text{F}_1$	18	956
	588	${}^5_7\text{D}_0 - \text{F}_0$	21	546
	616	${}^5_7\text{D}_0 - \text{F}_2$	24	1940
	703	${}^5_7\text{D}_0 - \text{F}_4$	8,16	8551
$\text{TiO}_2:\text{Sm}_{0,025}$	583	${}^4_4\text{G}_{5/2} - \text{H}_{5/2}$	18	8789
	616	${}^4_4\text{G}_{5/2} - \text{H}_{7/2}$	23	18678
	667	${}^4_4\text{G}_{5/2} - \text{H}_{9/2}$	20,5	10535
	727	${}^4_5\text{G}_{5/2} - \text{H}_{11/2}$	20	1793

4.3 Оксид титана со структурой рутила

В спектрах РЛ оксидов титана со структурой рутила с редкоземельными элементами также как и у оксидов титана со структурой анатаза присутствует широкая полоса люминесценции, которая по данным [5–6] может быть связана с люминесценцией кислородных вакансий ($\lambda_{\text{люм}} \approx 430$ нм), либо, следуя рассуждениям, приведенным в разделе 4.2, может быть отнесена к релаксации автолокализованного экситона, связанного с дефектом. В спектрах РЛ некоторых образцов интенсивность

свечения в полосе при низкой температуре несколько выше, что указывает на тепловое тушение люминесценции, указанных возможных центров люминесценции.

Почти во всех спектрах РЛ образцов рутила также наблюдаются полосы, предположительно принадлежащие ионам европия и тербия. У образца с неодимовым активатором присутствие линий 540, 585 и 620 нм, которые полностью отсутствуют при температуре жидкого азота, что говорит в пользу гипотезы о засветке при проведении эксперимента. Этот же факт может свидетельствовать и о наличие альтернативного канала передачи энергии, активно проявляющегося при понижении температуры. Однако у образца с тербиевым активатором интенсивность линий этих же линий при 540, 585 и 620 нм при низкой температуре повышается в несколько раз.

Кристаллическая решетка матрицы TiO_2 со структурой рутила, приведенная на рисунке 4.5, также как и решетка со структурой анатаза, имеет тетрагональную сингонию, но более простую структуру и большую плотность упаковки атомов. Исходя из этого, что увеличении жесткости решетки и повышения её степени упорядочения отрицательно влияет на интенсивность свечения ионов Sm^{3+} в диоксиде титана, что однако требует дополнительных исследований и может являться эффектами размерности частиц.

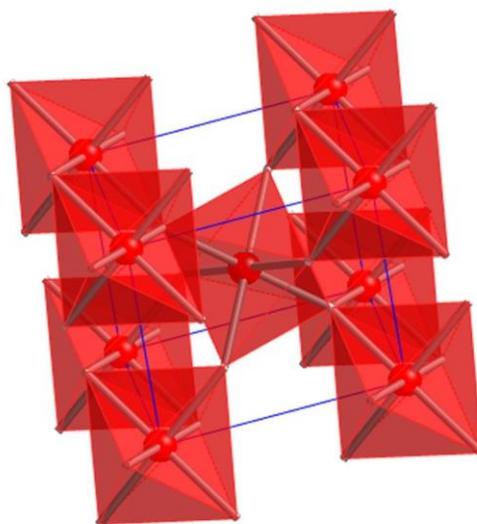


Рисунок 4.5 – кристаллическая структура оксида титана в рутильной форме

В целом, с прикладной точки зрения образцы наноструктурированных диоксидов титана со структурой рутила не привлекли внимания, как перспективные люминофоры в силу своей низкой интенсивности люминесценции.

5 БЕЗОПАСНОСТЬ ЖИЗНЕДЕЯТЕЛЬНОСТИ

5.1 Введение

В 20-м веке человеческая цивилизация испытывала небывалый рост научно-технического потенциала, который продолжается и до сих пор. Появился целый спектр новых источников опасности, которые требовали классификации и разработки способов обращения с ними. В связи с этим появилась такая дисциплина, как БЖД – безопасность жизнедеятельности. Безопасность жизнедеятельности это научнотехническая дисциплина, представляющая систему знаний, систему законов, правил, норм, инструкций, обеспечивающих требуемый уровень безопасности человека на производстве и повседневной жизни. К сожалению, невозможно со 100% точностью спрогнозировать наступление нежелательных событий и свести все риски к нулю, поэтому в нормативных документах устанавливаются приемлемые уровни риска. Жизнь и здоровье человека являются одними из важнейших мировых ценностей, и поэтому во всем мире вопросы обеспечения безопасности человека решаются на высшем государственном уровне. В Российской Федерации разработана система законов и стандартов, определяющих безопасность человека и охрану окружающей среды.

Правовую основу составляют конституция РФ, директивные Федеральные Законы «Об основах охраны труда в Российской Федерации», «О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения» и ряд других. На них ссылаются Трудовой кодекс Российской Федерации, система стандартов безопасности труда (ССБТ), санитарные нормы (СН), строительные нормы и правила (СНиП), гигиенические нормы (ГН), санитарные правила и нормы (СанПиН). Кроме того, существуют специальные документы, например в нашей отрасли это Нормы

радиационной безопасности (НРБ-99/09), Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ99/2010) и т.п.

5.2 Описание объекта дипломирования

Суть выполняемой дипломной работы – исследование радиационнооптических свойств и структуры образцов со структурой оксиапатита, содержащих примеси европия (Eu) разной концентрации, образцов оксида титана с редкоземельными активаторами.

Дипломная работа выполнялась в лаборатории спектральнокинетических исследований на кафедре экспериментальной физики в составе Физико-технологического Института Уральского Федерального Университета (УрФУ) имени Б. Н. Ельцина. Санитарно-защитная зона для университета не предусмотрена согласно СанПиН 2.2.1/2.1.1.1200-03.

Корпус Физико-технологического Института расположен на территории города Екатеринбурга в районе Втузгородка. В непосредственной близости расположены жилые дома. Также рядом располагаются улицы с плотным автомобильным движением. Для города в целом характерен умеренно-континентальный климат с резким изменением погодных условий и ярко выраженными сезонами года.

Выбросов загрязняющих веществ университетом не производится, поэтому фоновые выбросы совпадают с общегородскими.

Средняя годовая температура $+2,7\text{ }^{\circ}\text{C}$, средняя температура января $-13,6\text{ }^{\circ}\text{C}$, средняя температура июля $+18,5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Средняя годовая скорость ветра $3,1\text{ м/с}$, среднегодовая влажность воздуха 71% , среднегодовое количество осадков 508 мм .

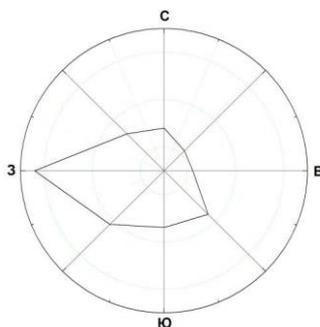


Рисунок 5.1. Роза ветров Екатеринбурга

Уровень травматизма, заболеваний и их анализ.

В УрФУ уровень травматизма довольно низкий, что обусловлено высокой культурой проведения работ, соблюдения инструкций по технике безопасности, а также тем, что в основном сотрудники университета заняты умственным трудом.

За первое полугодие 2012-2012 учебного года в УрФУ произошло 3 несчастных случая, были составлены акты о несчастном случае по форме Н-1.

Определим коэффициент тяжести травматизма:

$$K_T = D/T = 68/5 = 13,6 \quad (5.1)$$
 где D – число дней временной нетрудоспособности, вызванной несчастными случаями на производстве; T – количество несчастных случаев (травм).

Средний коэффициент тяжести в свердловской области составляет около 35 дней, K_T для УрФУ практически в 3 раза меньше среднего по области.

Коэффициент частоты травматизма:

$$K_{\text{ч}} = T \cdot 1000/P = 3 \cdot 1000/5500 = 0,54 \quad (5.2)$$

где T – общее число пострадавших за определенный период времени независимо от того, закончилась ли временная нетрудоспособность в этом периоде; P – среднесписочная численность работников за этот период времени.

По данным 2011 года по свердловской области средний $K_{\text{ч}} = 2,5$, следовательно уровень травматизма в УрФУ намного меньше среднестатистического по городу.

Риск несчастных случаев на производстве рассчитаем по формуле:

$$R = T/P = 3/5500 = 5,45 \cdot 10^{-4}, \quad (5.3)$$

где T – общее число пострадавших за определенный период времени; P – среднесписочная численность работников на этот период времени. Допустимый риск травматизма - $1 \cdot 10^{-4}$, следовательно необходимо принять меры по контролю соблюдения инструкций по технике безопасности.

Уровень заболеваемости в университете не очень высокий, но во время эпидемий и во время сезонных вспышек наблюдается довольно высокая заболеваемость учащихся и сотрудников. Это обусловлено особенностями учебного процесса – скученностью, длительным совместным пребыванием в аудитории, плохим проветриванием помещений. Все это способствует легкому распространению инфекции воздушно-капельным путем. Также усугубляют ситуацию такие факторы, как нежелание студентов пропускать занятия из-за легкого заболевания, неудовлетворительная работа медико-санитарной части УрФУ, несоблюдение правил личной гигиены (к примеру, студенты нередко пьют напитки из одной бутылки). В университете введены меры противодействия заболеваемости – бесплатная вакцинация и обязательные медосмотры для сотрудников и студентов, ежегодное прохождение флюорографии, отстранение от занятий студентов с признаками ОРВИ.

За первое полугодие 2012-2013 учебного года в УрФУ выдано 144 больничных листов. В связи с заболеваемостью потеряно 1639 дней, по 11,3 дней на одного заболевшего. Для уменьшения данного показателя нужно усилить меры по профилактике заболеваний: информировать сотрудников, оптимизировать работу медсанчасти УрФУ, соблюдать правила личной гигиены.

5.3 Описание рабочего места

Дипломная работа выполнялась в лаборатории спектральнокинетических исследований в корпусе Физико-Технологического Института УрФУ. В основном проводились измерения на установке АСНИ РОСТТ и обработка данных на ПК. Размеры рабочего помещения: длина - 5 м, ширина - 4 м, высота - 3 м. Тогда площадь и объем рабочего помещения составят:

$$S_n \approx L \cdot d \approx 20 \text{ м}^2, \quad (5.4)$$

$$V_n \approx L \cdot d \cdot h \approx 60 \text{ м}^3, \quad (5.5)$$

Количество сотрудников, работающих лаборатории, составляет 4 человека. На одного сотрудника приходится площадь и объем 5 м² и 15 м³ соответственно.

Интенсивность или напряженность труда

В основном работы производятся сидя, некоторая часть производится при легком физическом напряжении. Поэтому интенсивность труда относится к легким работам категории Ia - работы с интенсивностью энергозатрат до 139 ккал/ч. По сложности работу можно отнести к категории III и к группе Б – ввод информации (повышенная напряженность работы, большая нагрузка на глаза).

Микроклимат

Микроклимат помещения – это комплекс метеорологических условий в помещении: температура, относительная влажность, скорость движения воздуха, кратность воздухообмена. В зимний период времени температура воздуха в помещении не опускается ниже +21 °С, в летний не превышает +28 °С. Фактическая влажность воздуха составляет 45% в холодный период времени и 55% в теплый период времени. атмосферное давление – 740 –760 мм. рт. ст., Скорость движения воздуха не превышает величины 0,1 м/с. Рабочее помещение оборудовано системами вентиляции и обогрева. По упомянутым выше параметрам микроклимат соответствует установленным требованиям СанПиН 2.2.4.548-96.

Освещенность

Для проведения работ без опасности для здоровья работника устанавливаются нормы освещенности помещения. При недостаточном естественном освещении применяется искусственное.

Помещение должны иметь естественное и искусственное освещение согласно СанПиН 2.2.4.548-96. В помещении, в котором находится рабочее место одностороннее естественное боковое освещение. Согласно СНиП 23-05-95 нормируется коэффициент естественной освещенности (КЕО). Световой проем в помещении должен быть не менее 5 м². Площадь окон в лаборатории составляет 4,5 м², т. е. меньше расчётной, поэтому обязательно использование в течение светового дня искусственного освещения. В лаборатории установлены две люминесцентные лампы по 60 Вт.

При расчете искусственного освещения определяется световой поток – $E = 477$ лк. Нормированное значение освещенности при работе высокой точности составляет $E_n = 400$ лк согласно СНиП 23-05-95. Следовательно, освещенность лаборатории выше минимально допустимой.

Эргономичность

Для обеспечения безопасности и эффективности труда, а также сохранения здоровья работника (в данном случае оператора ПК), рабочее место должно отвечать требованиям эргономики согласно СНиП 2.2.2.2/4.1340-03 «Гигиенические требования к персональным ЭВМ и организации работы» и ГОСТ Р 50923-96 «Дисплеи. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования к производственной среде. Методы измерения».

Монитор расположен на плоскости стола на расстоянии 60 см от оператора. Частота развертки изображения составляет 75 Гц, что соответствует современным международным стандартам и позволяет работать достаточно длительное время, не испытывая излишнего напряжения для глаз.

Рабочее место за ПК организовано в соответствии с ГОСТ 12.2.04980 при выполнении работ сидя. Оптимальные параметры рабочего места для работника ростом 167 см. приведены в Таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Оптимальные параметры рабочего места

Рост человека, см	Высота стола, мм	Высота пространства для ног, мм	Высота сидения, мм
167	710	610	415

Высота стола в лаборатории составляет 760 мм. Оптимальное положение тела обеспечивается за счет регулируемого по высоте и наклону спинки стула.

5.4 Опасные производственные факторы

Опасные производственные факторы – факторы, воздействие которых на работающего в определенных условиях приводит к травме, внезапному резкому ухудшению здоровья или смерти.

При проведении работ в лаборатории спектрально-кинетических исследований опасными факторами являются вероятность поражения электрическим током, обусловленная постоянной работой с многочисленным электрооборудованием, работающим под высоким напряжением, а также опасность термического ожога при работе с паяльным оборудованием и жидким азотом.

5.5 Мероприятия по обеспечению безопасности работающих

В лаборатории спектрально-кинетических исследований при работе на установке АСНИ РОСТТ имеется повышенный риск поражения электрическим током, обусловленный большим количеством узлов установки, питающихся от независимых источников высокого напряжения.

Для предупреждения опасности, связанной с переходом напряжения на нетоковедущие металлические части, служат специальные меры: заземление, зануление, защитное отключение.

Защитное зануление – преднамеренное электрическое соединение открытых проводящих частей электроустановок, не находящихся в нормальном состоянии под напряжением, с глухозаземленной нейтральной точкой генератора или

трансформатора в сетях трехфазного тока; с глухозаземленным выводом источника однофазного тока; с заземленной точкой источника в сетях постоянного тока, выполняемое в целях электробезопасности.

Чтобы обеспечить защиту людей от поражения электрическим током при прикосновении к металлическим нетоковедущим частям, которые могут оказаться под напряжением, применяется защитное зануление согласно ГОСТ 12.1.030-81 и ГОСТ 12.1.019-79.

Общая схема защитного зануления представлена на рисунке 5.2.

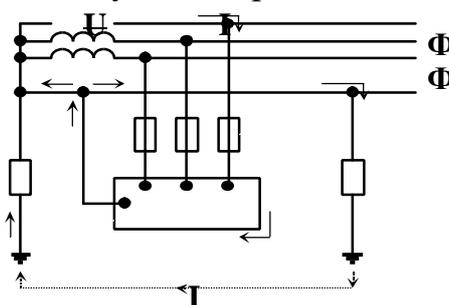


Рисунок 5.2. Схема защитного зануления

При возникновении аварии - несрабатывании защиты, при перегрузках и коротком замыкании электропроводки электрооборудования, возгорании изоляции, попадании под напряжение и т.п. - необходимо немедленно выключить общее питание установки. Категория опасности помещения по ПУЭ – без повышенной опасности, так как отсутствуют условия, создающие повышенную опасность – влажность помещения в норме, нет токопроводящей пыли, пол из токонепроводящего материала.

5.6 Вредные производственные факторы и мероприятия по их уменьшению

Вредные производственные факторы – факторы, воздействие которых на работающего в определенных условиях приводит к заболеванию, снижению работоспособности или профессиональному заболеванию.

При работе в лаборатории спектрально-кинетических исследований имеют место такие основные вредные факторы, как ионизирующее излучение, шум, запыленность.

Влияние электростатических полей при работе с ПК можно не учитывать, так как используются жидкокристаллические мониторы, соответствующие современным стандартам безопасности, время работы за ПК не превышает 2-3 часов в день, негативное влияние электростатических полей, производимых ПК клинически не доказано.

Зашумленность

Шум в рабочем помещении может привести к профессиональным заболеваниям, связанным со снижением слуха. Поэтому требуется контролировать уровень шума в помещениях, где работают люди. В лаборатории спектрально-кинетических исследований основными источниками шума являются форвакуумный насос НВР-2д и ПК. Для защиты работающих от шума оптимизируются рабочие места, используются шумопоглощающие материалы.

По СН 2.2.4/2.1.8.562-96 для работ с легкой физической нагрузкой и повышенной напряженностью, предельно допустимым является шум в 60 дБА. Фактически во время работы насоса эквивалентный уровень звука составляет 48 дБА.

Запыленность

В ходе дипломной работы исследовались вещества в виде нанопорошка со средним размером частиц от десятков до сотен нанометров в диаметре. Во время процесса подготовки проб, который заключается в нанесении вещества на подложку, происходит распыление некоторого количества вещества в воздух, в силу размера и массы частиц. Наночастицы крайне легко попадают в легкие, из-за малого аэродинамического диаметра очень малая доля частиц задерживается в дыхательных путях. Из легких осевшее вещество выводится крайне тяжело, поэтому этого не стоит допускать. При работе с нанопорошками специалистами рекомендовано использование специальных респираторов, также во время выполнения дипломной работы оптимизирован процесс нанесения вещества на подложку для уменьшения распыления.

Ионизирующее излучение

В установке АСНИ РОСТТ используются 2 вида источников ионизирующего излучения – электронная пушка МИРА-2Д (параметры электронного пучка: длительность $\tau_{и} = 20$ нс, плотность тока пучка $J = 150$ А/см², энергия электронов $E = 150$ кэВ), рентгеновская трубка БСВ-2 (напряжение – 55 кВ, ток – 10-14 мА), соответственно присутствует 2 вида ионизирующих излучений – рентгеновское излучение и пучок быстрых электронов. Исследуемые образцы помещаются в стальной криостат с толщиной стенок 1,5 см. Источники излучения также выводятся в криостат, следовательно он является и физической защитой для лиц, работающих на установке.

Экстраполированный пробег моноэнергетичных электронов с энергией 150 кэВ в стали составляет порядка 2 мм, следовательно существующая защита однозначно эффективна от этого вида излучения. Для рентгеновской трубки примем радиационный выход равным стандартному. В справочнике по защите от рентгеновского излучения приводится параметр k , с учетом допустимой мощности дозы для персонала категории А и 36-часовой рабочей недели равный:

$$k \approx 2,5 \pi i / R^2, \quad (5.6)$$

где i - ток анода, R – расстояние до рабочего места. Для этой трубки $k=35$, при расстоянии до рабочего места 1 м. По приведенным в справочнике номограммам толщины защиты при таком k и напряжении 55кВ требуется стальная защита толщиной около 5 мм. Следовательно криостат эффективно защищает от рентгеновского излучения. Таким образом, можно утверждать, что в лаборатории не наблюдается нарушения норм радиационной безопасности.

5.7 Экологичность проекта

Развитие технологий в середине XX века привело к интенсивному освоению природных ресурсов, неизбежным следствием которого является накопление отходов, в том числе токсичных, ядовитых и неперерабатываемых. На международном уровне происходит постоянное согласование правил и норм природопользования, призванное сохранить окружающую среду пригодной для

существования не только нашего поколения, но и последующих (концепция устойчивого развития). Самым известным пример - Киотский протокол, направленный на снижение выбросов парниковых газов в атмосферу и ратифицированный большинством стран мира, включая Российскую Федерацию, но их список намного шире и охватывает множество видов человеческой деятельности. В настоящее время большое значение уделяется экологической стороне любого проекта, в связи с мировыми тенденциями создания безотходных технологий.

В ходе работы над дипломным проектом выделено не более 100 грамм металлических отходов и утилизировано не более 20 грамм исследуемых нанопорошков во время изготовления проб, выбросов загрязняющих и отравляющих веществ не производилось. Были затрачены водные ресурсы для охлаждения и электроэнергия для питания всех установок. В целом можно сделать вывод, что проект достаточно экологичный.

5.8 Пожарная безопасность

Горение – физико-химическая реакция с выделением теплового излучения, света и лучистой энергии. Пожар – неконтролируемый процесс горения, причиняющий материальный ущерб, вред жизни и здоровью людей, интересам общества и государства.

По классификации, приведенной в ГОСТ 12.1.018-93 рассматриваемое помещение по взрыво- и пожаробезопасности относится к самой безопасной категории Д. Степень огнестойкости здания – II согласно ГОСТ 12.1.018-93.

При работе с электрооборудованием имеют место такие пожароопасные ситуации, как выделение повышению температуры отдельных узлов, оплавление изоляции соединительных проводов, их оголение и, как следствие, короткое замыкание, которое сопровождается искрением, ведет к быстрому нагреву и перегрузкам электрических

сетей. Это может вызвать возгорание близлежащих легковоспламеняющихся веществ.

Противопожарная защита обеспечивается за счет систем предотвращения пожара и организационно-технических мероприятий по требованиям ГОСТ 12.1.004-91.

Противопожарная защита помещения обеспечивается применением автоматической установки пожарной сигнализации, а также применением основных строительных конструкций здания с регламентированными пределами огнестойкости согласно НПБ 105-95.

В рамках организационно-технических мероприятий выполняются следующие правила:

запрещено курение в помещении и применение открытого огня; запрещено использование неисправного оборудования; по окончании работы полностью обесточивается все имеющееся

электрооборудование.

В качестве первичных средств пожаротушения применяются ручные углекислотные огнетушители ОУ-2, установленные в концах коридора, предназначенные для тушения загорания различных веществ и электроустановок с напряжением до 10 кВ при температуре окружающего воздуха от -40 до $+50$ °С. В настоящее время углекислотные и порошковые огнетушители являются основными средствами пожаротушения в производственных помещениях с вычислительной техникой.

Помещение соответствует нормам и требованиям противопожарной безопасности.

При возникновении пожара или другой чрезвычайной ситуации персонал рабочего помещения эвакуируется из помещения по специально разработанному (в соответствии с НПБ 105-95) плану эвакуации, находящемуся на каждом этаже здания.

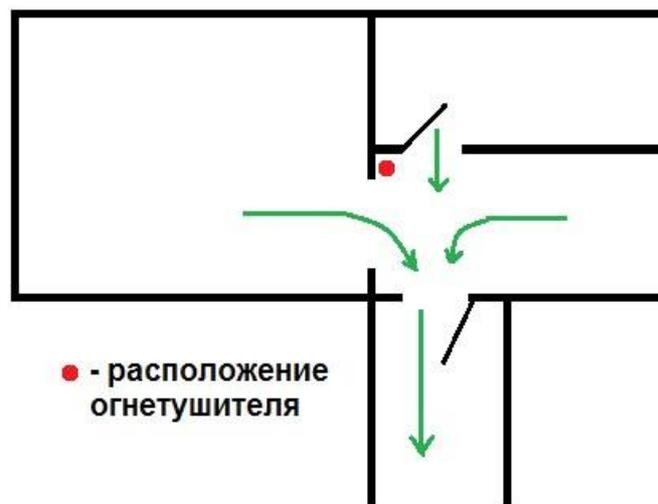


Рисунок 5.3. План эвакуации помещения лаборатории

5.9 Чрезвычайные ситуации

Своевременное прогнозирование ЧС и правильность действия позволяют избежать значительных потерь или предотвратить ЧС.

За проведением защитных мероприятий, подготовкой всех необходимых документов и инвентаря, обучением персонала, его своевременным информированием в УрФУ следит специальный орган – штаб ГО и ЧС. Именно на него возложено и руководство действиями персонала и проведение спасательных работ при возникновении ЧС.

На случай возникновения различного рода ЧС техногенного или природного характера в УрФУ разработаны различные планы оперативных действий, направленных на минимизацию наносимого ЧС урона и спасение жизни и здоровья персонала и студентов.

Мероприятия, проводимые для защиты персонала в районах землетрясения:

Во время внезапного землетрясения необходимо знать, что в доме относительно безопасны следующие места:

- проемы дверные и в капитальных стенах;
- углы, образованные капитальными внутренними стенами;

- места у колонн, под каркасными балками, прочными столами и рядом с кроватями.

Правила поведения при радиационной опасности:

Радиационная защита – комплекс мероприятий, направленный на защиту живых организмов от ионизирующего излучения, а также, изыскание способов ослабления поражающего действия ионизирующих излучений.

Рекомендации населению наиболее эффективных способов индивидуальной защиты при радиационной опасности:

- Срочно укройтесь в жилых домах (стены деревянных домов ослабляют радиацию в 10 – 12 раз; каменных – в 10 – 15 раз; подвалы – до 100 раз).
- Примите все меры для исключения притока воздуха с улицы;
- Закройте окна, форточки, двери и по возможности уплотните их;
- Закройте вытяжную вентиляцию (вытяжные отверстия в санузлах и на кухне, печные трубы);
- Тщательно заделайте все щели в окнах и дверях;
- Ждите внешней квалифицированной помощи: разведчиков-дозиметристов, спасателей;
- Внимательно слушайте все официальные сообщения;
- Старайтесь без острой необходимости не покидать помещения.
- Йодную профилактику можно проводить только после специального оповещения через средства массовой информации.
- Йодная профилактика заключается в приеме препаратов йода: йодистого калия или водно-спиртового раствора йода.

Правила поведения во время грозы:

Грозовой разряд оказывает электромагнитные, тепловые и механические (ударные) воздействия на объекты.

Во время разряда возникает сильное электромагнитное поле, которое индуцирует напряжение в проводах электрической сети, наружных радиоприемных антеннах, металлических конструкциях.

Молниезащита – это комплекс технических решений и специальных приспособлений для обеспечения безопасности здания, а также имущества и людей, находящихся в нем. Для зданий и сооружений угрозами вследствие непосредственного контакта канала молнии с поражаемыми объектами являются возможность возгорания либо разрушения, а также повреждение чувствительного оборудования вследствие сопутствующего молнии импульсного электромагнитного поля.

Молниезащита зданий разделяется на внешнюю и внутреннюю.

Внешняя молниезащита представляет собой систему, обеспечивающую перехват молнии и отвод её в землю.

Состав внешней молниезащиты:

- Молниеотвод (молниеприёмник, громоотвод);
- Токоотводы (спуски);
- Заземлитель.

Внутренняя система грозозащиты состоит из шины выравнивания потенциалов, которая объединяет все протяженные металлоконструкции дома, в частности соединяет нейтраль электросети с контуром заземления, экраны телевизионных кабелей, трубы водоснабжения и отопления с контуром заземления, громоотводы и металлоконструкции с контуром заземления.

В некоторых районах Земли опасность для населения составляет сейсмичность, вызванная напряжениями земной коры, особенно на границе литосферных плит. Землетрясения оценивают по интенсивности, для чего используются разные шкалы, например в России и Казахстане это модифицированная шкала Медведева — Шпонхойера — Карника (MSK-64). Во время внезапного землетрясения необходимо знать, что в доме относительно безопасны следующие места:

проемы дверные и в капитальных стенах;
углы, образованные капитальными внутренними стенами; места у колонн, под каркасными балками, прочными столами и рядом с кроватями.

5.10 Выводы

5.10.1 Важность решения вопросов БЖД на государственном уровне

Вопросы БЖД решаются на государственном уровне и создаются нормативные документы для реализации права человека на безопасный труд и создания условий безопасного быта человека.

5.10.2 Объект дипломирования

Дипломирование производилось в лаборатории спектральнокинетических исследований физико-технологического института УрФУ. Учебный комплекс расположен в черте города Екатеринбурга и не имеет санитарно-защитной зоны. Уровень заболеваемости в УрФУ мало отличается от общегородских показателей, а уровень травматизма крайне низок.

5.10.3 Описание рабочего места

Рабочее место удовлетворяет всем предъявляемым к нему требованиям:

- по площади и объему помещения, приходящемуся на работника;
- по микроклимату;
- по освещенности;
- по уровню шума и вибрации;
- по эргономичности;
- по пожарной безопасности;
- по электробезопасности;

Интенсивность работы может быть отнесена к группе Ia – легкие работы с интенсивностью энерготрат до 139 ккал/ч, тяжесть работы может быть отнесена ко II категории.

5.10.4 Опасные производственные факторы и меры по

обеспечению безопасности работающих

Опасным производственным фактором является электрический ток, для снижения опасности применяются схемы заземления и зануления, а также система аварийного отключения.

5.10.5 Вредные производственные факторы и мероприятия, направленные на уменьшение их воздействия

Основным вредным фактором является запыленность помещения при работе с нанопорошками. Рекомендуется применять специальные респираторы и организовать процесс изготовления проб с целью снизить распыление порошка в воздух. Приведен расчет радиационной защиты установки, показана радиационная безопасность рабочего места.

5.10.6 Экологичность проекта

Дипломный проект является достаточно экологичным, так как во время работы не производились выбросы вредных веществ в атмосферу.

5.10.7 Пожарная безопасность

Помещение лаборатории относится к помещениям класса Д пожаро- и взрывоопасности, представлена схема плана эвакуации с обозначением мест расположения средств пожаротушения.

5.10.8 Чрезвычайные ситуации

Рассмотрены основные возможные варианты ЧС и способы защиты и борьбы с ними. На случай типовых ЧС в УрФУ имеются заранее разработанные планы действий для всех работников. Периодически проводятся учения по действиям в чрезвычайной ситуации среди персонала и студентов.

6 ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЕ И ОХРАНА ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Развитие науки и техники в 20-21 веках было сопряжено с неизбежными последствиями, такими как истощение природных ресурсов Земли, загрязнение окружающей среды, нарушение экологического баланса на значительной части территории планеты. Человек неотделим от биосферы Земли, поэтому ему жизненно необходимо найти баланс между техническим прогрессом и сохранением природных ресурсов. Для этого разработана концепция рационального природопользования, то есть природопользования, при котором осуществляется максимально полное удовлетворение потребностей общества в материальных благах при сохранении экологического баланса и возможностей восстановления природно-ресурсного потенциала окружающего мира. Это необходимое условие обеспечения устойчивого развития человечества и недопущения экологической деградации биосферы и истощения природных ресурсов.

Почти все государства мира имеют законодательную базу, регламентирующую правила природопользования и охраны окружающей среды. Например в Российской Федерации это конституция РФ, ФЗ №52 «О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения», ФЗ №7 «Об охране окружающей среды», ФЗ №89 «Об отходах производства и потребления», ФЗ №136 «Земельный кодекс РФ», ФЗ №74 «Водный кодекс РФ», ФЗ №200 «Лесной кодекс РФ» и прочие. Также очень важными документами являются система государственных стандартов (ГОСТ), система стандартов безопасности труда (ССБТ), санитарных норм (СН), строительных норм и правил (СНиП), гигиенических норм (ГН), санитарных правил и норм (СанПиН), нормы радиационной безопасности (НРБ-99/2009) и «Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности» (ОСПОРБ-99/2010).

Совокупность этих документов жестко регламентирует хозяйственную и производственную деятельность на территории Российской Федерации, обеспечивая безопасность населения, персонала на рабочем месте, сохранность и рациональное использование природных ресурсов, сохранение экологического баланса окружающей среды, снижение риска наступления техногенных катастроф. В частности статья 43 водного кодекса РФ регламентирует санитарно-эпидемиологические требования к водным источникам питьевого и хозяйственно-

бытового назначения. СанПиН: 2.2.2.542-96 "Гигиенические требования к ВДТ и ПЭВМ. Организация работы" регламентирует условия труда при работе за персональным компьютером, в частности требования по параметрам излучений и шумов, генерируемых ЭВМ, параметрам рабочего места, режиму работы.

По всему миру создаются и вводятся технологии, призванные сократить количество вредных и загрязняющих выбросов в окружающую среду, уменьшить количество потребляемой энергии и по возможности избежать выделения отходов. В частности это технологии атомной и альтернативной энергетики, технологии переработки мусора, технологии очищения воды и воздуха, разработка устройств приборов и машин нового поколения, потребляющих меньше энергии и имеющими большой КПД (например светодиодные лампы, компактные устройства на солнечных батареях, зарядные устройства для электроники, использующие энергию тела человека).

Экологический риск – вероятность наступления события, негативно влияющего на окружающую среду воздействием хозяйственной, бытовой и иной деятельностью, а также вызванных им неблагоприятных последствий в будущем.

Дипломная работа выполнялась в лаборатории спектральнокинетических исследований кафедры Экспериментальной физики Физико-Технологического института УрФУ. Целью работы было исследование радиационно-оптических свойств соединений оксида титана со структурой частиц рутила и анатаза с редкоземельными активаторами ($TiO_2:(RE)$) и образцов соединений стронцийгадолиниевого соединения со структурой оксиапатита, с европиевым активатором.

Особенностями работы в данной лаборатории является повышенный расход водопроводной воды для охлаждения рентгеновского аппарата, составляющий около 900 литров в день при пяти часах работы на установке. При работе расходуется большое количество электроэнергии, так как в составе установки много высоковольтных приборов большой мощности. Для работы сорбционного насоса и охлаждения образцов расходуется до 13 литров жидкого азота в день. Эти факторы

можно рассматривать как противоречие концепции рационального природопользования, но это неизбежные издержки научной работы.

Фактором экологического риска является распыление наночастиц в атмосферу, так как образцы оксида титана выполнены в форме нанопорошков с диаметром от 10 до 100 нм. Наночастицы могут легко проникать в легкие человека, а вывести их крайне сложно, поэтому рекомендуется работать в специальных респираторах во время проведения пробоподготовки.

Выделение отходов в ходе работы крайне небольшое, и составляет около 100 грамм металлических отходов и около 20 грамм исследуемых веществ. Поэтому это можно не считать фактором экологического риска.

Выводы

Основным фактором экологического риска является распыление наночастиц в атмосферу. Достаточно легко применить меры противодействия – работать только в специальном респираторе и проводить пробоподготовку с наименьшим распылением частиц, например в специальном боксе. Выбросов вредных и/или опасных отходов во время проведения работы не производилось. В целом проект можно считать достаточно экологичным.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе дипломной работы были исследованы радиационнооптические свойства серии стронций-гадолиниевых оксиапатитов

$\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,8}\text{Si}_{6-x}\text{P}_x\text{O}_{26}:\text{Eu}_{1,2}$ ($x = 0 \dots 0,9$) и соединений оксида титана TiO_2 со структурой анатаза и рутила, активированных редкоземельными элементами. Образцы предоставлены сотрудниками Института химии твердого тела УрО РАН. Эксперименты проведены на кафедре экспериментальной физики ФТИ УрФУ в лаборатории спектральнокинетических исследований.

В ходе работы проведена ревизия установки АСНИ РОСТТ. В частности, приведена в рабочее состояние вакуумная система, разработан алгоритм измерений с использованием вакуума, проведена наладка тракта измерения температур и изготовлен новый термопарный датчик, проведена замена платы усилителя в цепи запуска электронной пушки, настроен разрядник электронной пушки, создана термопарная система контроля уровня жидкого азота в сосуде Дьюара адсорбционного насоса.

Для исследования радиационно-оптических свойств образцов были измерены спектры рентгенолюминесценции и кинетики затухания импульсной катодолуминесценции. Экспериментальные результаты визуализированы и обработаны при помощи математических методов в программном пакете Origin 8.0, тщательно проанализированы и обсуждены на семинарах с руководителем и консультантом. Предложены и обсуждены возможные центры люминесценции в исследованных соединениях.

Рекомендации для дальнейших исследований – провести серию экспериментальных исследований фотолюминесцентных свойств на установке с высокой разрешающей способностью с различным видом возбуждения. Провести детальный анализ влияния размерности частиц, концентрации активаторов, а также условий синтеза и способов возбуждения люминесценции в исследуемых материалах на их люминесцентные свойства с применением время-разрешенной, абсорбционной и ВУФ-спектроскопии. С целью исследования свойств запасаения энергии, а также установления видов и типов возможных структурных и точечных дефектов в этих материалах следует провести эксперименты с применением методов оптической и термостимулированной люминесценции, а также ЭПР-спектроскопии.

Результаты работы показали, что из ряда образцов оксидов титана с редкоземельными активаторами, высокой интенсивностью люминесценции, сравнимой с интенсивностью промышленно выпускаемых люминофоров обладает только образец $\text{TiO}_2:\text{Sm}_{0,025}$ со структурой анатаза. Образцы ряда оксиапатитов $\text{Sr}_2\text{Gd}_{6,8}\text{Si}_{6-x}\text{P}_x\text{O}_{26}:\text{Eu}_{1,2}$ ($x = 0 \dots 0,9$) являются эффективными люминофорами с интенсивной красно-оранжевой люминесценцией. Это обуславливает перспективы их применения в качестве красной компоненты экранных устройств, дисплеев, а также корректоров света для люминесцентных источников света, в том числе и светодиодных светильников.

Автор выражает глубокую благодарность научному руководителю Б.В. Шульгину, консультанту А.В. Ищенко, Л.В. Викторову, М.Г. Зуеву и В.Н. Красильникову за помощь в проведении экспериментов и интерпретации результатов.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. M.G. Zuev, A.M. Karpov, A.S. Shkvarin. Synthesis and spectral characteristics of Sr₂Y₈(SiO₄)₆O₂: Eu polycrystals // Journal of Solid State Chemistry 184 (2011) 52–58.
2. Б.С. Горобец, А.А. Рогожин. Спектры люминесценции минералов //РИЦ ВИМС, «Минеральное сырье », 2001.
3. Зуев М.Г., Соковнин С.Ю., Ильвес В.Г. Силикатные нанолуминофоры со структурой оксиапатита // XI международная научная конференция «химия твердого тела: наноматериалы, нанотехнологии» 22 - 27 апреля 2012 г., тезисы
4. Зуев М.Г., Викторов Л.В., Заболоцкая Е.В., Васин А.А. рентгенолюминофоры Ca(Sr)₂Gd(Y)₈Si₆O₂₆:Eu со структурой оксиапатита // XI международная научная конференция «химия твердого тела: наноматериалы, нанотехнологии» 22 - 27 апреля 2012 г., тезисы.
5. И.В. Бакланова, В.Н. Красильников, Л.А. Переляева, О.И. Гырдасова. Стабильность анатазной фазы в наноразмерном диоксиде титана, допированном европием (III), самарием (III) и железом (III) // Теорет. и эксперим. Химия. 2011 Т. 47. №4. С. 208-211.
6. В.Н. Красильников, А.П. Штин, О.И. Гырдасова, И.В. Бакланова, Л.А. Переляева. Гликолят Ti_{1-x}Ln_x(OCH₂CH₂O)_{2-x/2} как эффективный прекурсор для получения диоксида титана, допированного лантаноидами Ti_{1-x}Ln_xO_{2-x/2} // Доклады академии наук, 2011, том 437, №5, С. 647650.
7. V. Kiisk Optical investigation of metal-oxide thin films // Tartu university press, 2006.
8. Б.В. Шульгин, Т.И. Полупанова, А.В. Кружалов, В.М. Скориков. Ортогерманат висмута. // Свердловск: Уральское отделение В/О «Внешторгиздат», 1992. 170с.
9. Пустоваров В. А. Физика твердого тела: Лабораторный практикум, 2-е изд., доп. Екатеринбург: УГТУ – УПИ, 2009. 63 с.
10. Д. Най. «Физические свойства кристаллов». – Мир, 1967.
11. «Проблемы спектроскопии и спектрометрии», межвузовский сборник научных трудов. - Екатеринбург, УрФУ, 2011.

12. Б.В. Шульгин, А.Н. Черепанов, Л.В. Викторов, В.Ю. Иванов, В.Л. Петров. «Новые оптические материалы и устройства. Патентные разработки. Справочник» - Екатеринбург, УрФУ, 2011.

13. Ивановских К. В. Возбуждение и релаксация высокоэнергетических состояний редкоземельных ионов в кристаллах фторида стронция. Диссертация на соискание ученой степени кандидата физикоматематических наук. Екатеринбург. 2006. 179 с.

14. Д. Уэстон. Техника сверхвысокого вакуума. // Москва, «Мир» 1988.

15. Р. Фейнман, Р. Лейтон, М. Сэндс. Фейнмановские лекции по физике т. 3 «излучение, волны, кванты» // «Мир», 1965.

16. Р. Фейнман, Р. Лейтон, М. Сэндс. Фейнмановские лекции по физике т. 8 «квантовая механика I» // «Мир», 1965.

17. Пустоваров В. А. Люминесценция твердых тел и релаксация электронных возбуждений: Учебное пособие / В. А. Пустоваров. Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2002. 48 с.

18. А. С. Марфунин. Спектроскопия, люминесцентные и радиационные центры в минералах. // Москва, «Недра», 1975.

19. К.В. Ивановских, В.А. Пустоваров. Люминесцентная спектроскопия кристаллов, легированных редкоземельными элементами. Учебное пособие. // Екатеринбург, 2007

20. ГОСТ 12.1.005-88 «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

21. ГН 2.2.5. 1313-03 «Химические факторы производственной среды. ПДК вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

22. ГОСТ 12.1.009 – 76 “Электробезопасность. Термины и определения”.

23. ГОСТ 12.1.030 – 81 “Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление”.

24. ГОСТ 12.1.003-83. ССБТ. Шум. Общие требования безопасности.

25. ГОСТ 12.1.012-90 "Вибрация. Общие требования безопасности".

26. ГОСТ 12.1.005-88 Воздух рабочей зоны. Санитарно-гигиенические требования.

27. СНиП 23-05-95 «Естественное и искусственное освещение».

28. НПБ 105-03. Определение категорий помещений и зданий по взрывопожарной и пожарной безопасности.

29. Нормы радиационной безопасности 99/09

30. Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности ОСПОРБ-99/2010.

31. Федеральный закон «Об основах охраны труда в Российской Федерации» № 181-ФЗ от 17.07.99 г. с измен. от 23.05.2002 г. и 10.01.2003 г.

32. Е. Е. Барышев, Г. В. Тягунов, И. Н. Фетисов Безопасность жизнедеятельности: методические указания к оформлению раздела «Безопасность жизнедеятельности» в дипломных проектах и работах. Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2007. 51 с.

33. В.Н. Кичигин, И.Е. Мясников, С.И. Тимошенко. Оформление курсовых и дипломных проектов: методическое пособие для студентов технических специальностей. // Екатеринбург, ГОУ ВПО «УГТУ-УПИ», 2005. – 80 с.