

## بررسی مشخصات ترمولومینسانس نانوفسفر $ZrO_2:Ti$ سنتز شده به روش احتراقی در پرتوگیری بتا

سید مصطفی ساداتی<sup>۱\*</sup>، سیدامیر حسین فقهی<sup>۱</sup> و خیرالله محمدی<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup>دانشکده مهندسی هسته‌ای، دانشگاه شهید بهشتی، تهران، ایران.

<sup>۲</sup>دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.

<sup>۳</sup>تهران، دانشگاه شهید بهشتی، دانشکده مهندسی هسته‌ای، کدپستی: ۱۶۵۱۶-۳۴۷۴۱

پست الکترونیکی: smsadati121@gmail.com

### چکیده

در این مقاله سنتز و مشخصه‌یابی ترمولومینسانس زیرکونیوم (Zr) پایدار شده با تیتانیوم (Ti) گزارش شده است. برای سنتز مواد از روش احتراقی استفاده شده که روشی مناسب برای تولید مواد لومینسانس می‌باشد. در ساخت نمونه‌ها از ناخالصی تیتانیوم با غلظت ۲-۱ mol% استفاده شده است و برای تست‌های ترمولومینسانس قرص‌های استوانه‌ای در ابعاد ۵ در ۱ میلی‌متر تهیه شد. تأثیر غلظت تیتانیوم و دمای عملیات حرارتی بر روی مشخصات ساختاری مواد به روش آنالیز پراش پرتو ایکس (XRD)، FTIR و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) بررسی شده است. آنالیزها نشان دادند که با افزایش ناخالصی تغییری در ساختار ماده اصلی به وجود نیامده است. نمونه‌های تولید شده دارای فاز مونوکلینیک و تتراگونال بودند که با عملیات حرارتی و افزایش دمای آنیل فاز تتراگونال از بین رفته و تنها فاز مونوکلینیک شکل گرفت. برای بررسی مشخصات ترمولومینسانس (TL)، نمونه‌ها با چشمه بتای  $^{90}Sr$  در زمان‌های مختلف تحت تابش قرار گرفته‌اند. منحنی‌های درخشندگی به دست آمده نشان دادند که میزان غلظت تیتانیوم و همچنین دمای عملیات حرارتی تأثیر برجسته‌ای بر حساسیت TL زیرکونیا دارد. نتایج نشان داد بیشترین حساسیت TL مربوط به میزان ۱ mol% تیتانیوم می‌باشد. همچنین بهترین دمای عملیات حرارتی ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد به دست آمده و بهترین پاسخ ترمولومینسانس را نشان داده است. همچنین اندازه‌گیری‌ها نشان دادند که این ماده برای ۰/۱ الی ۱۰۰۰ گری دز پرتو بتا پاسخ خطی از خود نشان می‌دهد. منحنی‌های درخشندگی به دست آمده دارای ۳ قله در دماهای حدوداً ۱۱۴، ۱۷۵ و ۲۲۲ درجه سانتی‌گراد می‌باشند و قله اصلی دمای ۱۷۵ درجه می‌باشد.

کلیدواژگان: دزیمتری ترمولومینسانس، منحنی درخشندگی،  $ZrO_2:Ti$ ، سنتز احتراقی.

### ۱. مقدمه

در محل اندازه‌گیری نداشته و در محدوده وسیعی از دز قابل استفاده هستند. اکسید زیرکونیوم از مهم‌ترین سرامیک‌ها با انرژی شکاف نسبتاً پهن با مقاومت شیمیایی بالا، هدایت

دزیمترهای محیطی ترمولومینسانس آشکارسازهای غیرفعال هستند که نسبت به آشکارسازهای فعال، بسیار کوچکتر و ارزان‌تر هستند و برای استفاده از آن‌ها نیازی به توان الکتریکی

## ۲. مواد و روش‌ها

### ۱.۲. سنتز پودر $ZrO_2:Ti$

برای سنتز نانوپودر  $ZrO_2:Ti$  از روش احتراقی محلول<sup>۴</sup> استفاده شده است. در این روش از نیترات زیرکونیوم ۶ آبه استفاده شد. نیترات زیرکونیوم  $(ZrO(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)$  با خلوص ۹۹/۹۹٪ و محلول تری کلرید تیتانیوم  $(TiCl_3)$  به عنوان مواد اولیه اصلی استفاده شده است. همچنین از اوره  $(CO(NH_2)_2)$  به عنوان سوخت و از آب دیونیزه به عنوان حلال استفاده شده است [۵]. برای تهیه پودر ترمولومینسانس از معادله استوکیومتری آن استفاده شد. به عنوان مثال برای سنتز  $ZrO_2:Ti$  (1 mol%) مقدار  $1/371$  گرم نیترات زیرکونیوم و  $0/405$  گرم اوره در  $100$  میلی‌لیتر آب مقطر ریخته و با همزن مغناطیسی هم‌زده تا حل شوند. سپس مقدار  $77/4$  میکرولیتر از محلول تیتانیوم کلراید رقیق شده را به آن اضافه کرده و به مدت ۲ ساعت در دمای  $80$  درجه سانتی‌گراد هم‌زده می‌شوند تا آب آن تبخیر شده و ژل سفید رنگی تشکیل شود. سپس بشر را در کوره‌ای که تا دمای  $600$  درجه گرم شده قرار داده می‌شود. تقریباً پس از ۳ دقیقه آب محلول کاملاً بخار می‌شود و مخلوط باقیمانده به سرعت محترق شده و نانوپودر متخلخل  $ZrO_2:Ti$  به دست می‌آید. پودر به دست آمده در هاون ساییده شده تا پودر نرمی به دست آید. این فرآیند برای درصدهای مختلف تیتانیوم ( $0/1$ ،  $0/2$ ،  $0/5$ ،  $0/75$  و  $2$  درصد مولی) تکرار می‌شود.

### ۲.۲. مشخصه‌یابی ساختاری و مورفولوژی

برای شناسایی ساختار کریستالی ماده از آنالیز پراش ایکس (XRD) استفاده شده است. طیف‌های XRD با استفاده از دستگاه Siemens D5000 diffractometer به دست آمده است که در ولتاژ  $40kV$  و جریان  $40mA$  با پرتو  $Cu-K\alpha$  و در بازه  $10$  الی  $80$  درجه با استپ‌های  $0/06$  درجه عمل کرده

گرمایی پایین، خنثی از نظر شیمیایی، سختی بالا و مقاوم به سایش و کم هزینه و در دسترس می‌باشد [۱-۳] و علاوه بر این دارای خاصیت ترمولومینسانس نیز بوده و نسبت به پرتوهای مختلف از جمله UV حساسیت بسیار بالایی دارد [۴-۶]، به همین علت تلاش‌های بسیاری شده است تا از این ماده به عنوان سنسور یا دزیتر استفاده شود [۷-۱۰].

عدد اتمی مؤثر زیرکونیا ( $Z_{eff}$ ) حدود  $35/7$  می‌باشد، در نتیجه این ماده برای استفاده به عنوان دزیتر محیطی مناسب می‌باشد. همچنین اضافه کردن ناخالصی و دوپ کردن برخی عناصر و سرامیک‌ها در ساختار زیرکونیا باعث بهبود خواص  $TL^2$  آن می‌شود. بدین منظور تاثیر اضافه کردن سرامیک‌هایی نظیر سریا  $(CeO_2)$  [۸]، آلومینا  $(Al_2O_3)$  و یتیریا  $(Y_2O_3)$  [۱۱-۱۲]، و همچنین عناصری همچون یورویوم (Eu)، گادولونیوم (Gd)، دیسپرسیوم (Dy) [۱۳-۱۷] و همچنین نقره (Ag) [۱۸]، تربیوم (Tb) [۱۹]، ایتربیوم (Yb) [۲۰] و تیتانیوم (Ti) [۲۱-۲۲] مورد بررسی قرار گرفته‌اند و تاثیر آن‌ها در تغییر حساسیت، آستانه حساسیت، جابه‌جایی قله  $TL$ ، رزولوشن قله‌ها، پاسخ خطی  $TL$  و غیره مطالعه شده‌اند.

تامراکار<sup>۳</sup> و همکارانش با سنتز نانوپودر  $ZrO_2:Ti$  و پرتودهی با پرتو UV مشخصات  $TL$  ماده را بررسی کرده و شرایط بهینه را برای ماده به دست آورده‌اند [۵،۲۲]. در کار قبلی نانوپودر  $ZrO_2:Mg$  به روش سل ژل سنتز شده و در زمان‌های مختلف تحت تابش پرتو UV قرار گرفت و پارامترهای  $TL$  آن به دست آمدند [۴]. در این کار با سنتز نانوپودر زیرکونیای دوپ شده با تیتانیوم به روش احتراقی و پرتودهی آن با پرتو بتا شرایط بهینه سنتز ماده و درصد ناخالصی بهینه به دست آمده است.

<sup>1</sup> Effective atomic number

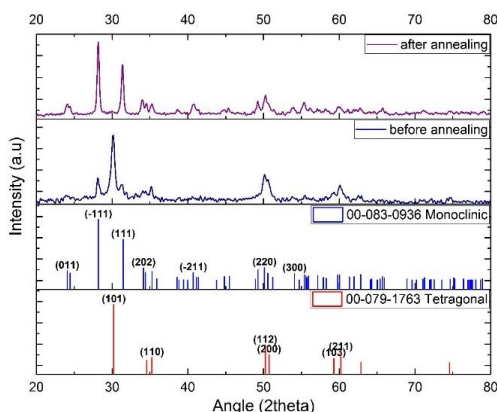
<sup>2</sup> Thermoluminescence

<sup>3</sup> Tamrakar

<sup>4</sup> Solution Combustion Method

### ۳. نتایج و بحث

شکل ۱ پراش اشعه ایکس نمونه سنتز شده  $ZrO_2:Ti$  (0.1 mol%) را قبل و بعد از عملیات حرارتی نشان می‌دهد. این الگو نشان می‌دهد که نمونه قبل از آنیل همزمان دارای ساختار مونوکلینیک و تتراگونال می‌باشد و ساختار تتراگونال نیز غالب بر ساختار مونوکلینیک می‌باشد. الگو با کارت استاندارد فاز کریستالی تتراگونال تطابق داده شده که پارامترهای شبکه آن a، b و c به ترتیب عبارتند از ۳/۵۹۶، ۳/۵۹۶ و ۵/۱۸۴۱ آنگستروم (JCPDS card No. 00-079-1763, 1997) و فاز مونوکلینیک با پارامتر شبکه a، b و c به ترتیب عبارتند از ۵/۱۴۸۲، ۵/۲۰۷۶ و ۵/۳۱۴۹ آنگستروم (JCPDS card No. 00-083-0936, 1997) و  $\beta=99/232^\circ$  مشاهده شده است. ساختار زیرکونیا در دمای پایین‌تر از ۱۲۰۰ درجه مونوکلینیک می‌باشد ولی در این نمونه با توجه به دمای بالای احتراق در سنتز مواد، ساختار دوگانه به وجود آمده است. نمونه در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۵ ساعت تحت عملیات حرارتی قرار گرفته است. از الگوی پراش نمونه بعد از آنیل کاملاً مشخص می‌باشد که قله‌های مربوط به فاز تتراگونال از بین رفته و قله‌های مونوکلینیک شدت پیدا کرده‌اند و این فاز غالب شده است.



شکل (۱): طیف XRD نمونه  $ZrO_2:Ti(0.1 \text{ mol}\%)$  قبل و بعد از عملیات حرارتی در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۵ ساعت.

است. نتایج حاصل از الگوی پراش پرتو ایکس توسط نرم‌افزار highscore X'pert ارزیابی شد و برای تطبیق الگوی حاصل از کارت استاندارد JCPDS استفاده شد. از دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی JEOL JSM 5900-LV برای تصویربرداری از نمونه‌ها، ریخت‌شناسی و تعیین اندازه دانه‌ها استفاده شده است. همچنین از دستگاه  $FTIR^1$  مدل Bruker برای آنالیز ماده و بررسی پیوندها در ساختار شبکه استفاده شده است.

### ۳.۲. مشخصات ترمولومینسانس $ZrO_2:Ti$

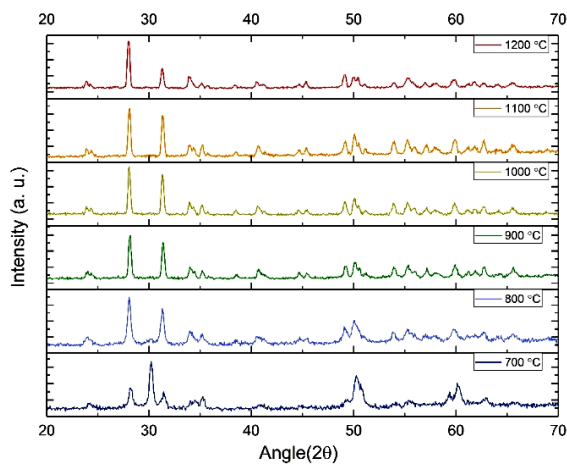
برای بررسی مشخصات ترمولومینسانس و تعیین درصد ناخالصی بهینه، مقدار ۰/۰۸ گرم پودر هر یک از ناخالصی‌ها تبدیل به قرص استوانه‌ای به قطر ۵ و ضخامت ۱ میلی‌متر شده‌اند. کلیه قرص‌ها در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۵ ساعت در کوره تحت عملیات حرارتی قرار گرفتند. سپس قرص‌ها تحت شرایط یکسان در زمان‌های مختلف با پرتو بتای چشمه  $^{90}Sr$  با نرخ دز ۴۰ Gy/h پرتودهی شدند و میزان پرتوگیری آن‌ها توسط دستگاه قرائت‌گر ترمولومینسانس IAP 7200 از دمای محیط تا دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد و با نرخ گرمایش ۱۰ درجه بر ثانیه در اتمسفر هوا قرائت و ثبت شدند و با توجه به نتایج TL ثبت شده درصد تیتانیوم بهینه تعیین شد. برای تعیین بهترین شرایط آنیل، ۶ نمونه با درصد ناخالصی بهینه تهیه شده و در دماهای ۷۰۰ الی ۱۲۰۰ درجه آنیل شده و طبق مرحله قبل پس از پرتودهی دمای آنیل بهینه نیز تعیین شده است. همچنین برای یک نمونه بهینه که تحت شرایط یکسان چندین بار پرتودهی شده مشخصات TL با نرخ گرمایش متفاوت خوانده شده و تغییرات پاسخ TL نسبت به تغییر نرخ حرارت‌دهی بررسی شده است. محوشدگی نمونه بهینه نیز در طول یک هفته بررسی و گزارش شده است.

<sup>1</sup> Fourier transformation infrared spectroscope

اندازه کریستال با استفاده از رابطه دبای شرر<sup>۱</sup> به دست آمده است که عبارتست از:

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

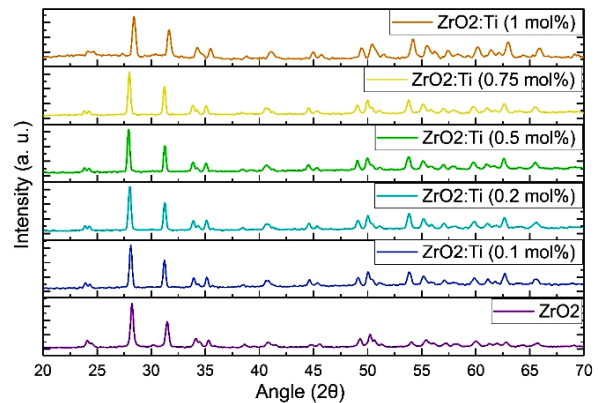
که  $D$  میانگین اندازه ذرات،  $\lambda$  طول موج پرتو ایکس،  $\beta$  پهنای پیک در نصف ارتفاع (FWHM) و  $\theta$  زاویه پراش می باشد. برای نمونه آنیل شده در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد، سایز کریستال حدود ۵۰-۷۰ نانومتر به دست آمده است.



شکل (۳): طیف XRD نمونه  $ZrO_2:Ti(1 \text{ mol}\%)$  در دماهای متفاوت عملیات حرارتی.

شکل ۴ تصویر SEM نانوفسفر  $ZrO_2:Ti(1 \text{ mol}\%)$  تهیه شده به روش احتراقی را نشان می دهد. تصویر اول نشان می دهد پودر به دست آمده کاملاً متخلخل می باشد این تخلخل به علت فرار گازهای تولید شده از نمونه در طول فرآیند احتراق می باشد. در تصویر دوم ذرات سنتز شده دیده می شوند که تقریباً دارای شکل کروی و مشابه می باشند. اندازه ذرات حدوداً بین ۴۰ تا ۷۰ نانومتر می باشند و با توجه به اندازه ای که از رابطه دبای شرر به دست آمده است ذرات تک کریستال می باشند.

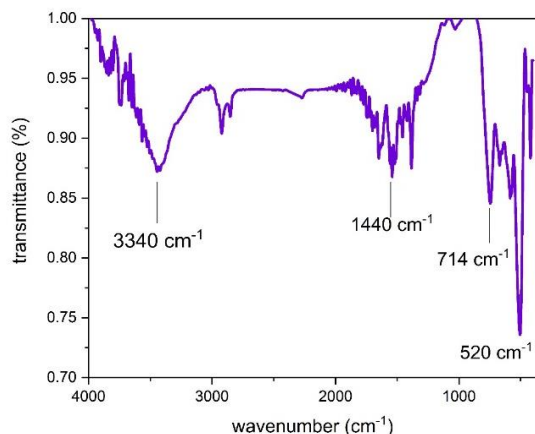
شکل ۲ طیف XRD نمونه های زیرکونیا با درصد های مختلف ناخالصی تیتانیوم از ۰/۱ تا ۱ درصد مولی را بعد از آنیل در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۵ ساعت نشان می دهد. همانطور که مشاهده می شود تمامی نمونه ها دارای ساختار مونوکلینیک هستند و اضافه کردن تیتانیوم تغییری در ساختار ماده به وجود نیاورده است و تنها باعث جابه جایی اندکی در مکان قله ها به سمت زوایای بالاتر شده است.



شکل (۲): طیف XRD زیرکونیا خالص و  $ZrO_2:Ti(0.1-1 \text{ mol}\%)$ .

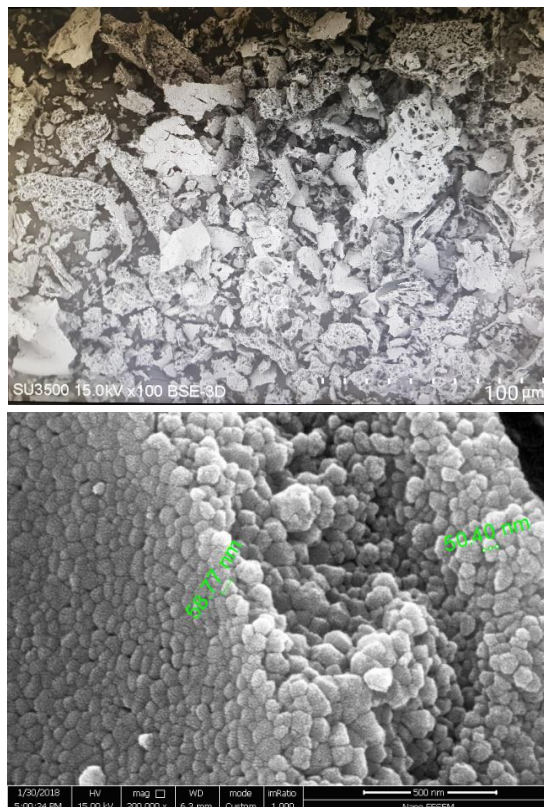
شکل ۳ طیف XRD نمونه  $ZrO_2:Ti(1 \text{ mol}\%)$  که در دماهای ۷۰۰ تا ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد آنیل شده اند را نشان می دهد. در ادامه مشاهده می شود که این ترکیب نمونه بهینه بوده است. همچنین شکل ۳ نشان می دهد که در دمای ۷۰۰ درجه ساختار اصلی ماده تراگونال می باشد و در دمای ۸۰۰ و ۹۰۰ درجه قله های تراگونال رفته رفته ناپدید شده و ساختار اصلی ماده به مونوکلینیک تغییر یافته است، به گونه ای که برای دمای ۱۰۰۰ درجه به بالا ساختار کاملاً مونوکلینیک می باشد. دمای آنیلی که بیشترین حساسیت TL را داشته باشد دمای بهینه برای عملیات حرارتی می باشد. در ادامه مشاهده می شود بیشترین شدت ترمولومینسانس مربوط به نمونه آنیل شده در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد می باشد. به عبارتی بیشترین حساسیت مربوط به ساختار تک فاز مونوکلینیک می باشد.

<sup>1</sup> Debye-Scherrer



شکل (۵): طیف FTIR نانوفسفر  $ZrO_2:Ti$  (0.1 mol%) در ناحیه  $400-4000\text{ cm}^{-1}$ .

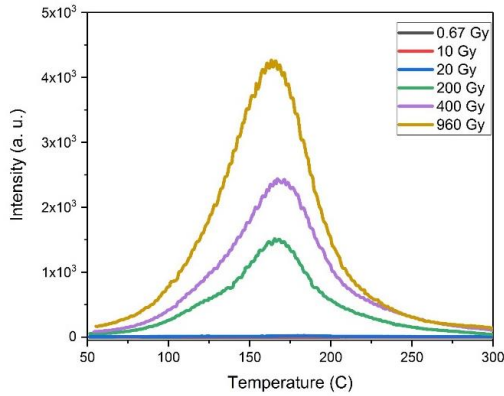
شکل ۶ منحنی درخشندگی نمونه‌های  $ZrO_2:Ti$  (0.1-2 mol%) را برای دزهای ۲۰۰ و ۱۰۰۰ گری پرتو بتای ناشی از چشمه  $^{90}Sr$  نشان می‌دهد. زیرکونیای خالص در دزهای مختلف بتا در دماهای ۱۲۰، ۱۶۳ و ۲۱۰ درجه سانتی‌گراد می‌باشد و اضافه کردن تیتانیوم به عنوان ناخالصی باعث جابه‌جایی اندک قله‌ها و البته افزایش شدید حساسیت شده است. البته مکان قله نمونه‌های مختلف در حدود ۱۵ درجه با قله نمونه بهینه اختلاف دارند که تأثیر میزان تیتانیوم اضافه شده را بر مکان و شدت قله‌ها نشان می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود بیشترین حساسیت مربوط به نمونه (1 mol%)  $ZrO_2:Ti$  می‌باشد، درحالی‌که تیواری<sup>۱</sup> و همکارانش بیشترین حساسیت را برای نمونه  $ZrO_2:Ti$  (0.2 mol%) به دست آورده‌اند [۲۲]. همچنین مشاهده شده برای دزهای کمتر از ۴۰ گری شدت قله ۱۲۰ درجه بیشتر از ۱۷۰ و ۲۲۰ درجه بوده. اما با پرتوگیری بیشتر از ۴۰ گری، در برخی نمونه‌ها از جمله  $ZrO_2:Ti$  (1 mol%) شدت قله ۱۷۰ درجه بیشتر از دو قله دیگر شده و در نمونه ۰/۷۵ و ۲ درصد مولی قله ۲۲۰ درجه افزایش بیشتری داشته است.



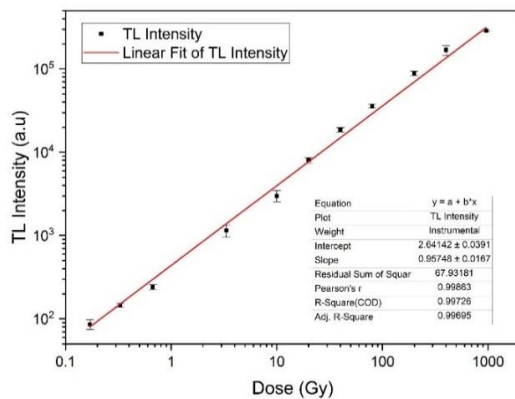
شکل (۴): تصویر SEM نانوذرات  $ZrO_2:Ti$  (1%mol) آئیل شده در دمای ۱۱۰۰ درجه به مدت ۵ ساعت.

شکل ۵ طیف FTIR نمونه  $ZrO_2:Ti$  (0.1 mol%) را نشان می‌دهد. از طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز به‌منظور تعیین نوع پیوند تشکیل شده در نمونه‌های زیرکونیای پایدار شده با تیتانیوم استفاده شده است. طبق این منحنی قله‌های جذب در موقعیت‌های  $3340\text{ cm}^{-1}$  و  $1440\text{ cm}^{-1}$  به ترتیب مربوط به ارتعاش کششی OH و O-H در  $H_2O$  می‌باشد. همچنین قله‌های جذب قرار گرفته در  $714\text{ cm}^{-1}$  و  $520\text{ cm}^{-1}$  مربوط به پیوندهای ارتعاشی مختلف از Zr-O در شبکه  $ZrO_2$  می‌باشند. نتایج به‌دست آمده نتایج XRD را تأیید می‌کند که ناخالصی تیتانیوم باعث تغییر ساختار زیرکونیا نشده است و ذرات تیتانیوم به‌طور کامل در ساختار زیرکونیا جانشین ذرات زیرکونیوم شده است.

ماده  $ZrO_2:Ti$  (1 mol%) در محدوده دز اندازه‌گیری شده دارای پاسخ خطی می‌باشد. به عبارت دیگر این ماده جهت کاربرد دزیتر محیطی مناسب می‌باشد.



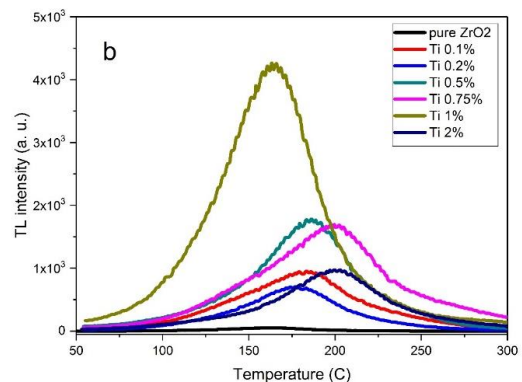
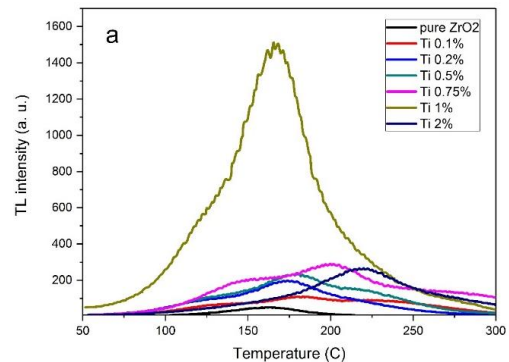
شکل (۷): منحنی درخشندگی  $ZrO_2:Ti$  (1 mol%) برای دزهای مختلف پرتو بتا.



شکل (۸): پاسخ خطی  $ZrO_2:Ti$  (1 mol%) در دزهای پرتو بتا.

همان‌طور که پیش‌تر ذکر شد برای تعیین شرایط بهینه عملیات حرارتی از نمونه بهینه  $ZrO_2:Ti$  (1 mol%) استفاده شده است. بدین منظور از ۴ قرص که در دماهای ۹۰۰، ۱۰۰۰، ۱۱۰۰ و ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد تحت عملیات حرارتی قرار گرفته‌اند استفاده می‌شود. در شکل ۹ پاسخ TL نمونه‌های آنیل شده در دماهای مختلف که تحت تابش ۸۰ و ۹۶۰ گری پرتو بتا قرار گرفته‌اند نشان داده شده. همان‌طور که ملاحظه می‌شود، شدت منحنی درخشندگی با افزایش عملیات حرارتی تا دمای ۱۱۰۰ درجه افزایش داشته و بعد از آن دوباره کم می‌شود یعنی دمای آنیل ۱۱۰۰ درجه که بیشترین حساسیت را نسبت به

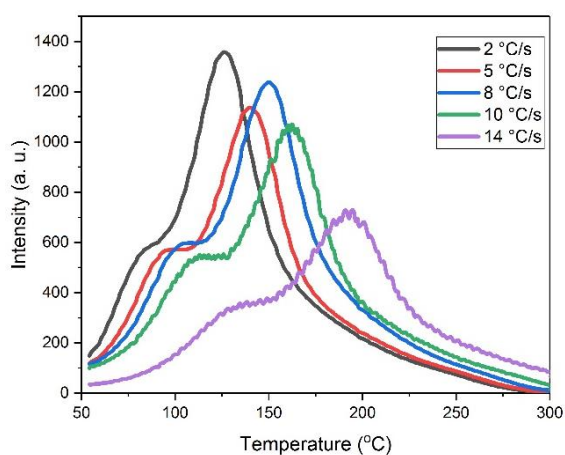
به عبارتی درصد ناخالصی بر انتخاب قله اصلی TL تأثیرگذار می‌باشد. از دیگر نکات قابل توجه جابه‌جایی قله‌ها با افزایش پرتوگیری به سمت دماهای پایین می‌باشد که نشان‌دهنده عدم پیروی نمونه‌ها از رفتار مرتبه اول سینتیک می‌باشد. البته میزان جابه‌جایی نمونه‌ها با یکدیگر متفاوت می‌باشد.



شکل (۶): منحنی درخشندگی زیرکونیای خالص و  $ZrO_2:Ti$  (0.1-2 mol%) بعد از پرتوگیری بتا a: ۲۰۰ و b: ۱۰۰۰ گری.

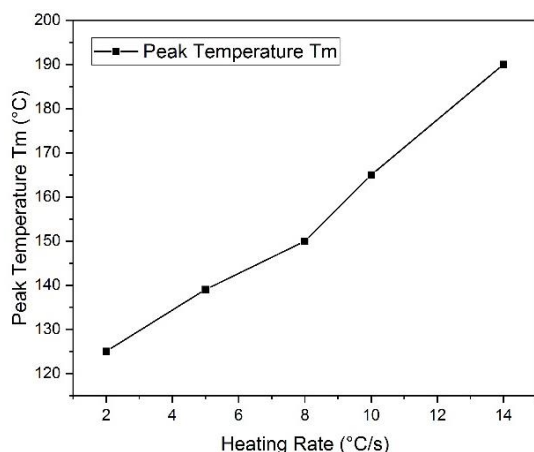
در شکل ۷ منحنی درخشندگی نمونه بهینه یعنی  $ZrO_2:Ti$  (1 mol%) در دزهای ۹۶۰-۶۷/۰ گری پرتو بتا نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود قله اصلی در دمای ۱۷۰ درجه واقع شده و با افزایش پرتوگیری نیز با سرعت کمی به سمت دمای پایین‌تر جابه‌جا شده است. برای به دست آوردن پاسخ خطی نمونه، پرتودهی به نمونه تحت شرایط یکسان، سه مرتبه و از ۱/۰ تا ۹۶۰ گری، انجام شد و بلافاصله دز دریافتی توسط نمونه قرائت شد. شکل ۸ میانگین شدت TL و همچنین انحراف از معیار محاسبه شده را نشان می‌دهد. در این شکل

پنج حالت را نشان می‌دهد و مشخص می‌باشد که هرچه نرخ حرارت خوانش بیشتر شود قله‌ها به سمت دماهای بالاتر جابه‌جا شده، شدت قله‌ها کاهش یافته و پهنای آن‌ها افزایش یافته است و همچنین مساحت زیر منحنی نیز در اثر پدیده فرونشانی گرمایی کاهش یافته است. شکل ۱۱ میزان جابه‌جایی قله‌ها و وابستگی مکان قله به نرخ حرارت خوانش را نشان می‌دهد. نتایج به دست آمده مطابق با تئوری بیان شده توسط Bos می‌باشند [۲۳].



شکل (۱۰): منحنی درخشندگی  $ZrO_2:Ti$  (1 mol%) برای نرخ های

متفاوت گرمایش خوانش در پرتوگیری ۸۰ گری دز پرتو بتا.

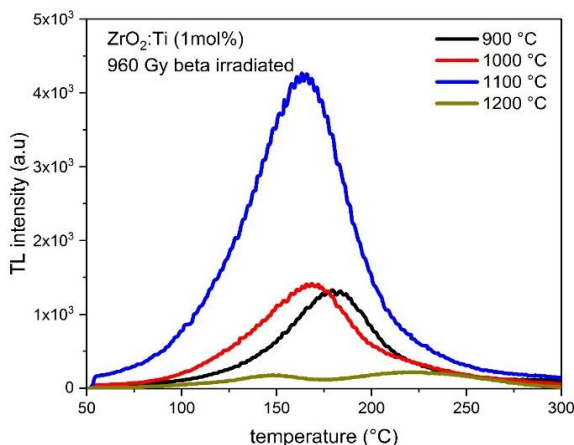
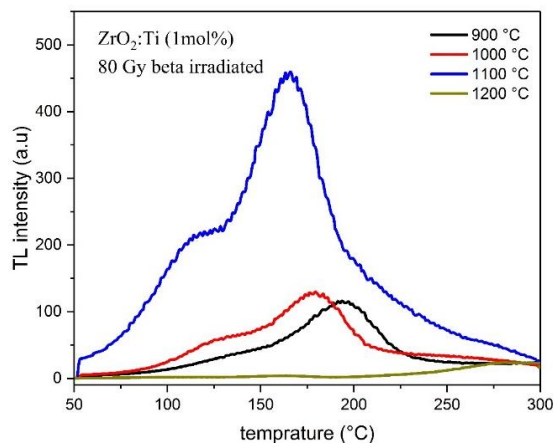


شکل (۱۱): جابه‌جایی مکان قله اصلی نمونه بهینه نسبت به نرخ های

متفاوت گرمایش خوانش درخشندگی.

برای تعیین میزان محوشدگی، از نمونه بهینه به تعداد تهیه شده و نمودار محوشدگی به دست آمده است. نمونه‌ها تحت شرایط یکسان با چشمه  $Sr^{90}$  به مدت ۲۴ ساعت با دز ۱۰۰۰ گری

دزهای دریافتی نشان داده دمای آنیل بهینه می‌باشد. در نتیجه برای زیرکونیا بهترین درجه آنیل ۱۱۰۰ درجه می‌باشد که نمونه دارای ساختار خالص مونوکلینیک می‌باشد. تامراکار<sup>۱</sup> و همکارانش تا دمای ۹۰۰ درجه این مطالعه را انجام داده و بهترین نتایج TL را نیز برای دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد به دست آورده‌اند [۵].



شکل (۹): پاسخ TL نمونه  $ZrO_2:Ti$  (1 mol%) آنیل شده در دماهای

مختلف در دزهای ۸۰ و ۹۶۰ گری.

از پارامترهای مهم در خواندن پاسخ TL نرخ گرمایش دستگاه قرائت‌گر می‌باشد [۲۳، ۲۴]. لذا نمونه بهینه را درحالی‌که در شرایط یکسان تحت پرتو ۸۰ گری دز بتای چشمه  $Sr^{90}$  قرار گرفته، با پنج نرخ متفاوت حرارتی تحت خوانش قرار گرفت. شکل ۱۰ پاسخ منحنی درخشندگی این

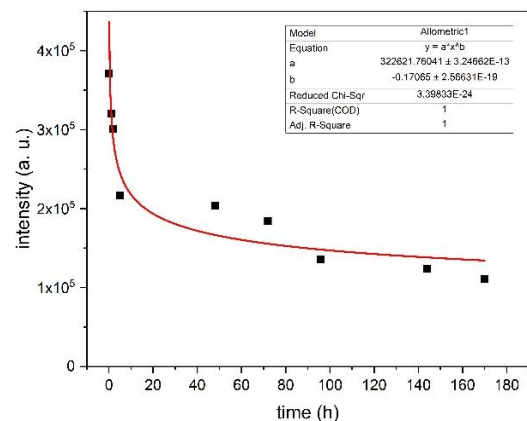
<sup>1</sup> Tamrakar

#### ۴. نتیجه گیری

ماده  $ZrO_2:Ti$  (0.1-2 mol%) به روش احتراقی سنتز شد. پس از اندازه‌گیری پاسخ TL مشخص شد که اضافه کردن تیتانیوم تأثیر زیادی بر افزایش حساسیت زیرکونیا دارد، درحالی‌که نتایج XRD و FTIR نشان دادند افزودن تیتانیوم تأثیری بر روی ساختار ماده نداشته و این مقدار ناخالصی بصورت کامل در ساختار زیرکونیا و به جای اتم‌های زیرکونیوم جایگزین شده است. همچنین نتایج XRD نشان داده ماده سنتز شده دارای ساختار دوگانه تتراگونال و مونوکلینیک می‌باشد. اما بهترین ساختار برای درخشندگی مناسب، مونوکلینیک می‌باشد که با عملیات حرارتی در دمای ۱۱۰۰ درجه به دست می‌آید. مشاهده شد که بیشترین افزایش حساسیت مربوط به حالتی است که یک درصد مولی تیتانیوم در زیرکونیا دوپ شده باشد.  $ZrO_2:Ti$  (1 mol%) در محدوده دز ۰/۱ - ۱۰۰۰ گری پاسخ خطی نشان می‌دهد. منحنی درخشندگی این ماده دارای ۳ قله در دماهای ۱۱۴، ۱۷۵ و ۲۲۲ درجه می‌باشد که قله اصلی در دمای ۱۷۵ درجه تشخیص داده شد. با بررسی تأثیر نرخ حرارتی خوانش قرص‌ها نیز، اعتبار و صحت نتایج به دست آمد. همچنین بررسی محوشدگی نمونه نشان داد بعد از ۴۸ ساعت شدت درخشندگی تقریباً نصف شده و از این جهت ضعیف می‌باشد.

پرتودهی شده و سپس در زمان‌های مختلف پاسخ درخشندگی آن‌ها قرائت شده است. برای افزایش صحت دز تجمعی خوانده شده، نمونه‌ها در حفاظ در تاریکی و در دمای ثابت نگهداری شدند تا نمونه تحت تابش پرتو UV و پرتوهای زمینه قرار نگیرد و در اثر تنش‌های حرارتی نیز انرژی آزاد نکند. شکل ۱۲ نمودار محوشدگی نمونه را نشان می‌دهد.

همانطور که مشاهده می‌شود بعد از ۴۸ ساعت پاسخ درخشندگی نمونه‌ها به اندازه ۵۰٪ نسبت به حالت اولیه کم شده است که نسبت به نمونه‌های استاندارد زیاد بوده و چندان مطلوب نیست. همچنین از نتایج محوشدگی به دست آمده قله اصلی دزیمتری این ماده، همان قله دوم واقع در ۱۷۵ درجه می‌باشد.



شکل (۱۲): نمودار محوشدگی نمونه  $ZrO_2:Ti$  (1%mol) بعد از

پرتوگیری ۱۰۰۰ گری پرتو بتا.



## ۵. مراجع

- [1] L. Chen, Y. Liu and Y. Li. Preparation and Characterization of  $ZrO_2:Eu^{3+}$  Phosphors, *Journal of Alloys and Compounds*, 381 (2004) 266–271.
- [2] N.G. Petrik, D.P. Taylor and T.M. Orlando. Laser-Stimulated Luminescence of Ytria-Stabilized Cubic Zirconia Crystals, *Journal of Applied Physics*, 85 (1999) 6770.
- [3] N. Salah, S. Habib, Z. Khan and F. Djouider. Thermoluminescence and Photoluminescence of  $ZrO_2$  Nanoparticles, *Radiation Physics and Chemistry*, 80 (2011) 923–928.
- [4] S.M. Sadati, S.A.H. Fegghi and K. Mohammadi. Effect of Time Exposure on Thermoluminescence Glow Curve for UV-Induced  $ZrO_2:Mg$  Phosphor, *Radiation Protection Dosimetry*, 173 (2017) 333–337.
- [5] R.K. Tamrakar, N. Tiwari, R.K. Kuraria, D.P. Bisen, V. Dubey and K. Upadhyay. Effect of Annealing Temperature on Thermoluminescence Glow Curve for UV and Gamma Ray Induced  $ZrO_2:Ti$  Phosphor, *Journal of Radiation Research and Applied Sciences*, 8 (2015) 1–10.
- [6] G.V. Sanchez, D.M. Anaya, G.M. Galicia, R. Hernández, O.O. Mejía and P.R. Martínez. Thermoluminescence Response Induced by UV Radiation in Eu-Doped Zirconia Nanopowders, *Radiation Physics and Chemistry*, 97 (2014) 118–125.
- [7] T. Rivera, R. Sosa, J. Azorin, J. Zarate and A. Ceja. Synthesis and Luminescent Characterization of Sol-Gel Derived Zirconia-Alumina, *Radiation Measurements*, 45 (2010) 465–467.
- [8] E. Rubio-Rosas, D. Mendoza-Anaya, M. G. Salazar-Morales, P. Salas, P.R. Gonzalez-Martinez and V. Rodriuez-Lugo. Thermoluminescent Behavior of  $ZrO_2-CeO_2$  System Exposed to UV and Gamma Radiation, *Materials and Manufacturing Processes*, 22 (2007) 301–304.
- [9] J.A. Nieto. Thermoluminescence of Metallic Oxides. Development and applications in Mexico: An Overview, *Applied Radiation and Isotopes*, 138 (2018) 35–39.
- [10] L.L. Palacios, T. Rivera, J. Roman, J. Azorin and E. Gaona. Thermoluminescence of Zirconium Oxide Nanostructured to Mammography X-Ray Beams, *Applied Radiation and Isotopes*, 70, (2012) 1400–1402.
- [11] T. Rivera, J. Azorin, C. Furetta, C. Falcony, M. Garcia and E. Martinez. Continuous Wavelength and Linear Modulation Optically Stimulated Luminescence Characteristics of Beta-Irradiated  $ZrO_2$ , *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research (A)*, 514 (2003) 146–149.
- [12] D. Perednis, O. Wilhelm, S.E. Pratsinis and L.J. Gauckler. Morphology and Deposition of Thin Ytria-Stabilized Zirconia Films Using Spray Pyrolysis, *Thin Solid Films*, 474 (2005) 84–95.
- [13] E. De. L. Rosa-Cruz, L.A. Diaz-Torres, P. Salas, D. Mendoza and V.M. Castano. Luminescence and Thermoluminescence Induced by Gamma and UV-Irradiation in Pure and Rare Earth Doped Zirconium Oxide. *Optical Materials*, 19 (2002) 195–199.
- [14] J. Azorin, T. Rivera, C. Furetta and S. Rodriguez. Ultraviolet Induced Thermoluminescence in Gadolinium-Doped Zirconium Oxide Films, *Materials Science*, 480 (2005) 145–148.
- [15] E.G. Villabona-Leal, L.A. Diaz-Torres, H. Desirena, J.L. Rodríguez-López and E. Octavio Meza. Luminescence and Energy Transfer Properties of  $Eu^{3+}$  and  $Gd^{3+}$  in  $ZrO_2$ , *Journal of Luminescence*, 146 (2014) 398–403.
- [16] J. Kaur, Y. Parganiha, V. Dubey, D. Singh and D. Chandrakar. Synthesis, Characterization and Luminescence Behavior of  $ZrO_2:Eu^{3+}, Dy^{3+}$  with Variable Concentration of Eu and Dy Doped Phosphor, *Superlattices and Microstructures*, 73 (2014) 38–53.
- [17] R.K. Tamrakar, D.P. Bisen, K. Upadhyay and S. Tiwari. Synthesis and Thermoluminescence Behavior of  $ZrO_2:Eu^{3+}$  with Variable Concentration of  $Eu^{3+}$  Doped Phosphor, *Journal of Radiation Research and Applied Sciences*, 7 (2014) 486–490.
- [18] G.V. Sanchez, D.M. Anaya, C.G. Wing, R.P. Hernandez, P.R.G. Martinez and C.A. Chavez. Ag Nanoparticle Effects on the Thermoluminescent Properties of Monoclinic  $ZrO_2$  Exposed to Ultraviolet and Gamma Radiation, *Nanotechnology*, 18 (2007) 265703.
- [19] T. Rivera, J. Azorin, C. Falcony, E. Martinez and M. Garcia., Determination of Thermoluminescence Kinetic Parameters of Terbium-Doped Zirconium Oxide. *Radiation Physics and Chemistry*, 61(3) (2001) 421–423.
- [20] L. Pihlgren, T. Laihinén, L.C.V. Rodrigues, S. Carlson, K.O. Eskola, A. Kotlov, M. Lastusaari, T. Soukka, H.F. Brito and J. Hölsä. On the Mechanism of Persistent Up-Conversion Luminescence in the  $ZrO_2:Yb^{3+}, Er^{3+}$  Nanomaterials, *Optical Materials*, 36(10) (2014) 1698–1704.

- [21] Q. Liu, Q. Yang, G. Zhao and S. Lu. Titanium Dopant and Various Heating Rate, , Journal of Radiation Research and Applied Sciences, 7 (2014) 542–549.
- [22] N. Tiwari, R.K. Kuraria and R.K. Tamrakar. Effect on the Thermoluminescence and Optically Stimulated Luminescence of Ti,Mg: $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Transparent Ceramics, Journal of Alloys and Compounds, 582 (2014) 754–758.
- [23] A.J.J. Bos. Theory of Thermoluminescence, Radiation Measurements, 41 (2007) S45–S56.
- [24] A. Kadari and D. Kadri, Modeling of the Thermoluminescence Mechanisms in ZrO<sub>2</sub>, Applied Radiation and Isotopes, 82 (2013) 49–54.
- [24] N. Tiwari, R.K. Kuraria and R.K. Tamrakar. Thermoluminescence Glow Curve for UV Induced ZrO<sub>2</sub>:Ti Phosphor with Variable Concentration of