

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
KHOA KHOA HỌC TỰ NHIÊN VÀ XÃ HỘI

DANG THỊ NGỌC HÀ

KHẢO SÁT TÍNH CHẤT NHIỆT KỸ THUẬT QUANG  
CỦA  $\text{CaSO}_4 \cdot \text{Dy}^{2+}$

KHOA LUẬN TỐT NGHIỆP ĐẠI HỌC  
NGÀNH VẬT LÝ

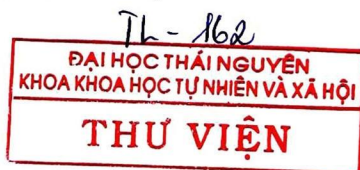
THÁI NGUYÊN - 2008

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
KHOA KHOA HỌC TỰ NHIÊN VÀ XÃ HỘI

ĐẶNG THỊ NGỌC HÀ

**KHẢO SÁT TÍNH CHẤT NHIỆT HUỖNH QUANG  
CỦA  $\text{CaSO}_4 \cdot \text{Dy}^{3+}$**

KHÓA LUẬN TỐT NGHIỆP ĐẠI HỌC  
NGÀNH: VẬT LÝ  
CHUYÊN NGÀNH: VẬT LÝ CHẤT RẮN



Người hướng dẫn khoa học: ThS. Nguyễn Trọng Thành

THÁI NGUYÊN - 2008

## LỜI CẢM ƠN

Tôi xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc tới Ths Nguyễn Trọng Thành đã tận tình hướng dẫn và tạo điều kiện cho tôi trong suốt quá trình học tập và hoàn thành khoá luận tốt nghiệp này.

Tôi xin gửi lời cảm ơn tới các thầy, các cô trong bộ môn Vật lý Khoa khoa học tự nhiên & xã hội – Đại học Thái Nguyên đã trang bị cho tôi những kiến thức quý báu trong thời gian tôi học tập tại khoa.

Tôi xin gửi lời cảm ơn tới các cán bộ nghiên cứu, các nghiên cứu sinh của phòng quang phổ ứng dụng và Ngọc học – Viện khoa học vật liệu – Viện khoa học và công nghệ Việt Nam đã giúp đỡ và tạo điều kiện cho tôi trong suốt quá trình tôi hoàn thành khoá luận tốt nghiệp tại đây.

Cuối cùng tôi xin gửi lời cảm ơn tới gia đình, toàn thể bạn bè, đã động viên, giúp đỡ tôi trong suốt quá trình học tập và hoàn thành khoá luận tốt nghiệp này.

Mặc dù đã rất cố gắng nhưng trong khoá luận không thể tránh được những sai sót, em rất mong nhận được những nhận xét, góp ý của các thầy, các cô cũng như các bạn sinh viên để khoá luận này được hoàn thiện hơn.

Hà Nội, ngày 24 tháng 5 năm 2008

Tác giả

Đặng Thị Ngọc Hà

## MỤC LỤC

MỞ ĐẦU.....	3
CHƯƠNG I: TỔNG QUAN.....	5
1. Cơ sở lý thuyết.....	5
1.1. Hiện tượng nhiệt huỳnh quang.....	5
1.2. Mô hình nhiệt huỳnh quang.....	5
2. Các phương pháp xác định thông số động học nhiệt huỳnh quang.....	15
2.1. Phương pháp vị trí đỉnh (Peak position) [1].....	15
2.2. Phương pháp vùng tăng ban đầu [1].....	15
2.3. Phương pháp dạng đỉnh[1].....	16
2.4. Phương pháp thay đổi tốc độ gia nhiệt [1].....	18
2.5. Phương pháp đẳng nhiệt huỳnh quang[5].....	19
3. Các phương pháp thực nghiệm nghiên cứu tính chất của vật liệu.....	21
3.1. Phương pháp đo nhiệt huỳnh quang tích phân.....	21
3.2. Phương pháp đo phổ nhiệt huỳnh quang –TL spectra. [4].....	23
3.3. Phương pháp đo đường nhiệt huỳnh quang đơn sắc – TL monochromatic glow-curve[4].....	24
4. Các phương pháp chế tạo và đặc trưng TL của $\text{CaSO}_4: \text{Dy}^{3+}$ .....	24
4.1. Giới thiệu:.....	24
4.2. Các đặc trưng nhiệt huỳnh quang của $\text{CaSO}_4: \text{Dy}$ . ....	25
CHƯƠNG II: THỰC NGHIỆM.....	30
1. Kỹ thuật thực nghiệm.....	30
1.1. Phương pháp đo nhiệt huỳnh quang tích phân.....	30
1.2. Hệ đo phổ nhiệt huỳnh quang (TL spectra).....	33
1.3. Đường nhiệt huỳnh quang đơn sắc (TL monochromatic glow - curve). .....	34
2. Thực hiện các phép đo.....	35

2.1. Đo nhiệt huỳnh quang tích phân .....	36
2.2. Đo phổ nhiệt huỳnh quang.....	36
2.3. Đo đường nhiệt huỳnh quang đơn sắc.....	36
2.4. Đo suy hao quang tại đỉnh 60 <sup>0</sup> C.....	37
2.5. Đo suy hao quang tại đỉnh 110 <sup>0</sup> C.....	37
2.6. Đo đường đẳng nhiệt huỳnh quang. ....	38
2.7. Đo đường đáp ứng liều .....	38
CHƯƠNG III: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN .....	40
1. Nhiệt huỳnh quang tích phân .....	40
2. Đo đường đẳng nhiệt .....	41
3. Kết quả đo phổ nhiệt huỳnh quang và đường cong đơn sắc.....	43
5. Đo suy hao nhiệt huỳnh quang.....	46
5.1. Đo suy hao nhiệt huỳnh quang tại nhiệt độ 60 <sup>0</sup> C.....	467
5.2. Đo suy hao tại đỉnh có nhiệt độ 110 <sup>0</sup> C .....	48
6. Dụng đường đáp ứng liều .....	48
KẾT LUẬN .....	51
TÀI LIỆU THAM KHẢO .....	53

## MỞ ĐẦU

Nhiệt huỳnh quang – TL ( Thermoluminescence), hay còn gọi là quá trình huỳnh quang cưỡng bức nhiệt – TSL (Thermally stimulated luminescence), là hiện tượng đã và đang được ứng dụng thành công trong nhiều lĩnh vực: đo liều bức xạ, định tuổi và nghiên cứu cấu trúc vật liệu. Định tuổi bao gồm cả định tuổi địa chất và định tuổi cổ vật. Đo liều bức xạ bao gồm: đo liều cá nhân, môi trường và liều xạ trị trong y học hạt nhân. Đó là một trong những công việc hàng đầu phục vụ công tác an toàn bức xạ và bảo vệ môi trường.

Nhiều vật liệu huỳnh quang khác nhau được sử dụng trong đo liều bức xạ, như: litiflorua (LiF), liti borat ( $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ), nhôm oxit ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ),... trong đó  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$  là vật liệu TL có độ nhạy rất cao nên thường được dùng trong đo liều môi trường. Do đó, việc phát triển nghiên cứu tính chất nhiệt huỳnh quang của vật liệu này ở nước ta hiện nay là rất cần thiết.

Xuất phát từ thực tế trên chúng tôi lựa chọn đề tài: “**Khảo sát tính chất nhiệt huỳnh quang của  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}^{3+}$** ” với mục đích: Tìm hiểu về phương pháp huỳnh quang cưỡng bức nhiệt và các tính chất nhiệt huỳnh quang của vật liệu  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}^{3+}$ , qua đó đánh giá được các thông số động học nhiệt huỳnh quang và hiểu rõ hơn cơ chế nhiệt huỳnh quang của chúng.

Với mục đích đó chúng tôi lựa chọn phương pháp nghiên cứu của khoá luận là: thu thập và nghiên cứu tài liệu tham khảo để tìm hiểu về huỳnh quang cưỡng bức nhiệt và sử dụng phương pháp thực nghiệm để khảo sát tính chất nhiệt huỳnh quang của  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}^{3+}$ .

**Nội dung của khoá luận:** Ngoài phần mở đầu, kết luận và tài liệu tham khảo nội dung chính của khoá luận gồm ba chương:

**Chương I: Tổng quan.** Trình bày tổng quan lý thuyết cơ sở, các phương pháp phân tích động học và các phương pháp nghiên cứu thực nghiệm hiện tượng nhiệt huỳnh quang.

**Chương II: Thực nghiệm.** Trình bày các hệ đo thực nghiệm và điều kiện thực hiện các phép đo.

**Chương III: Kết quả và thảo luận.** Trình bày các kết quả khảo sát tính chất nhiệt huỳnh quang của vật liệu  $\text{CaSO}_4:\text{Dy}$ .

## CHƯƠNG I: TỔNG QUAN

### 1. Cơ sở lý thuyết.

#### 1.1. Hiện tượng nhiệt huỳnh quang

Hiện tượng nhiệt huỳnh quang là sự huỳnh quang của vật liệu bán dẫn hoặc điện môi khi được cung cấp nhiệt mà trước đó vật liệu đã được chiếu xạ bằng các bức xạ ion hoá. Các bức xạ ion hoá hay được dùng nhất là tia tử ngoại, tia X, tia gamma. Cường độ tín hiệu nhiệt huỳnh quang nói chung là yếu, tuy nhiên trong một số trường hợp chúng cũng đủ mạnh để có thể quan sát được bằng mắt thường.

Hiện tượng huỳnh quang là một trong những trường hợp riêng của hiện tượng huỳnh quang cưỡng bức nhiệt nói chung. Hiện tượng nhiệt huỳnh quang chỉ có thể xảy ra khi có sự đảo lộn mật độ của hệ từ trạng thái cân bằng nhiệt động do sự hấp thụ nhiệt sang trạng thái nửa bền, sau đó hệ trở về trạng thái cân bằng nhiệt động ban đầu và phát ra bức xạ. Trong hiện tượng nhiệt huỳnh quang, năng lượng nhiệt chỉ đơn thuần là nhân tố cưỡng bức bức xạ mà không đóng vai trò kích thích. [1], [4].

Vật liệu sau khi đã phát bức xạ nhiệt huỳnh quang và được làm lạnh thì không thể phát xạ bức xạ nhiệt huỳnh quang tiếp nữa, vật liệu chỉ có thể tiếp tục phát huỳnh quang khi được chiếu xạ lại bằng bức xạ ion hoá và sau đó được nung nóng tới nhiệt độ cao hơn nhiệt độ chiếu xạ [4]

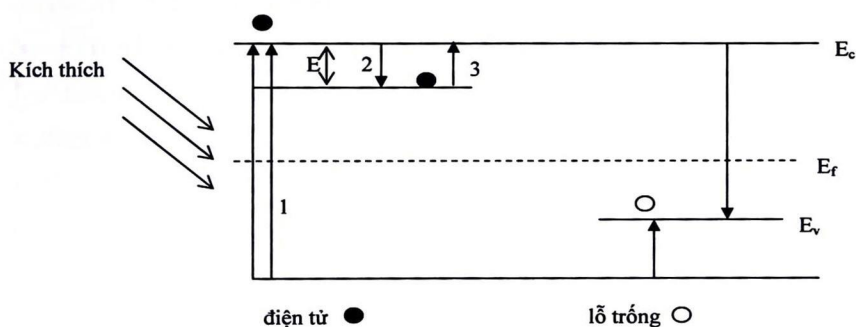
#### 1.2. Mô hình nhiệt huỳnh quang

Để giải thích cho các tính chất nhiệt huỳnh quang của vật liệu, người ta dựa theo quan điểm lý thuyết vùng năng lượng của chất rắn. Theo đó, ở trạng thái cân bằng nhiệt động, trong các tinh thể bán dẫn hoặc điện môi lý tưởng, các điện tử luôn lấp đầy vùng định xứ (gọi là vùng hoá trị). Vùng cao nhất gần đó mà các điện tử có thể xuất hiện được gọi là vùng không định xứ (vùng dẫn), khoảng cách giữa đỉnh vùng hoá trị và đáy vùng dẫn gọi là vùng cấm.



Tuy nhiên, trong tinh thể thực, các chất bán dẫn và điện môi luôn xuất hiện các khuyết tật do sai hỏng cấu trúc, hoặc do các tạp có trong mạng tinh thể. Khi đó, một phần điện tử chiếm giữa các mức năng lượng trong vùng cấm của tinh thể lý tưởng [1], [4].

Người ta đưa ra mô hình nhiệt huỳnh quang đơn giản gồm hai mức đơn, trong đó một mức ở phía dưới đáy vùng dẫn và trên mức Fermi đóng vai trò bẫy điện tử, một mức ở phía trên vùng hoá trị và dưới mức Fermi đóng vai trò bẫy lỗ trống và tái hợp [1], [4]



Hình 1.1: Sơ đồ các mức năng lượng và các chuyển dời của mô hình nhiệt huỳnh quang hai mức đơn

Trong trạng thái cân bằng nhiệt động, các bẫy điện tử và lỗ trống là trống rỗng. Khi được chiếu xạ bằng các bức xạ ion hoá, các nguyên tử bị ion hoá và tạo ra các cặp điện tử - lỗ trống, một số các điện tử bị kích thích chuyển lên vùng dẫn và sau đó bị bắt tại bẫy điện tử, các lỗ trống bị bắt tại bẫy lỗ trống đồng thời một số hạt tải tự do có thể tái hợp với các hạt tải trái dấu. Khi hồi phục lại trạng thái cân bằng ban đầu, các điện tử nhận năng lượng nhiệt tái hợp với lỗ trống và bức xạ ánh sáng [1], [4].

Hiện tượng tái hợp trực tiếp của các điện tử tự do với các lỗ trống và bức xạ ánh sáng gọi là sự huỳnh quang. Tuy nhiên, trong chất bán dẫn và điện

môi, một phần hạt tải bị bắt, trong đó điện tử bị bắt tại bẫy điện tử và lỗ trống bị bắt tại bẫy lỗ trống với thời gian sống đủ lớn. Do đó, xác suất giải phóng các điện tử khỏi tâm điện tử trong một đơn vị thời gian được giả thiết tuân theo phương trình sau:

$$p = s \cdot \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (1)$$

Trong đó,  $p$  là xác suất giải phóng trong một đơn vị thời gian,  $s$  là hệ số tần số hay tần số thoát. Trong mô hình đơn giản,  $s$  được coi là một hằng số và có giá trị cỡ dao động mạng, khoảng  $10^{12} - 10^{14} \cdot s^{-1}$  (không phụ thuộc nhiệt độ).  $E$  là bẫy hay năng lượng kích hoạt, là năng lượng cần thiết để giải phóng điện tử khỏi bẫy lên vùng dẫn,  $k$  là hằng số Boltzman ( $=8.617 \cdot 10^{-5} \text{ eV/K}$ ) và  $T$  là nhiệt độ tuyệt đối [1], [4].

Nếu  $E \gg kT_0$ ,  $T_0$  là nhiệt độ khi chiếu xạ, các điện tử bị bắt sẽ nằm trên bẫy trong một thời gian dài. Như vậy, sau khi chiếu xạ, trong tinh thể sẽ xuất hiện sự định xứ chủ yếu các điện tử bị bắt. Hơn nữa, các điện tử và lỗ trống tự do được tạo ra và sinh huỷ cặp, nên phải có một sự định xứ cân bằng của các lỗ trống bị bắt tại bẫy lỗ trống. Trong trạng thái bình thường, mức Fermi là mức cân bằng. Sau khi chiếu xạ, các điện tử bị bắt tại bẫy điện tử và các lỗ trống bị bắt tại các bẫy lỗ trống gây ra trạng thái không cân bằng nhiệt động trong tinh thể [1].

Quá trình hồi phục về trạng thái cân bằng nhiệt động xảy ra khi nhiệt độ của vật liệu tăng lên cao hơn nhiệt độ chiếu xạ. Khi đó, xác suất giải phóng các điện tử tăng, các điện tử được giải phóng khỏi bẫy điện tử, đi vào vùng dẫn hoặc tái hợp trực tiếp với các tâm tái hợp. Quá trình tái hợp với lỗ trống tại tâm tái hợp gắn liền với sự bức xạ photon, tức là bức xạ nhiệt huỳnh quang. Trong quá trình bị đốt nóng, cường độ nhiệt huỳnh quang  $I_{TL}(t)$ , ngoài sự phụ thuộc vào thời gian còn phụ thuộc vào tốc độ tái hợp của các điện tử