

ФОТО-, КАТОДО- И РЕНТГЕНОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ ТЕРБИЯ В ПЛЕНКАХ, СФОРМИРОВАННЫХ ЗОЛЬ-ГЕЛЬ МЕТОДОМ, В ПОРИСТОМ АНОДНОМ ОКСИДЕ АЛЮМИНИЯ

Гапоненко¹ Н. В., Кортон² В. С., Руденко¹ М. В., Пустоваров² В. А., Звонарев² С. В., Слесарев² А. И., Молчан³ И. С., Томпсон³ Дж. Е., Хорошко¹ Л. С., Николаенко¹ И. А., Прислопский⁴ С. Я.

¹Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники
ул. П. Бровки, 4, 220013, Минск, Беларусь

²Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б. Н. Ельцина
ул. Мира 19, 620002, Екатеринбург, Россия

³Центр коррозии и защиты, факультет материаловедения, Университет г. Манчестер
M13 9PL, Манчестер, Великобритания

⁴Институт физики им. Б. И. Степанова НАН Беларуси
пр. Независимости, 68, 220072 Минск, Беларусь
тел.: +37517 293 88 69, e-mail: nik@nano.bsuir.edu.by

Аннотация — В докладе представлены результаты фото-, катодо- и рентгенолюминесценции тербия в пленках, сформированных золь-гель методом, в пористом анодном оксиде алюминия. Размер ячейки сформированного пленочного конвертора излучения составляет около 250 нм. Обсуждаются способы повышения интенсивности люминесценции тербия при различных видах возбуждения.

I. Введение

Легированные лантаноидами и другими примесями керамические конверторы рентгеновского излучения имеют зернистую структуру с размером зерна около 0.5–3 мкм. В наших работах ранее было показано, что при использовании золь-гель синтеза материалов в пористом анодном оксиде алюминия возможно формирование нанотекстурированного люминофора, демонстрирующего фотолюминесценцию тербия и других лантаноидов, с размером зерна около 200 нм [1]. В данном докладе обобщены результаты катодо- и рентгенолюминесценции тербия в структурах ксерогель/пористый анодный оксид алюминия.

II. Эксперимент

Для формирования пористого анодного оксида алюминия сначала применялось напыление алюминия на подложки монокристаллического кремния. Затем проводилось двухстадийное анодирование алюминия в растворе ортофосфорной кислоты с последующим растравливанием пор. В результате были сформированы пленочные структуры толщиной 1–8 мкм с размером ячейки 240–270 нм и диаметром пор 170–190 нм.

Для формирования конвертора рентгеновского излучения использовалось 2 типа люминофоров, сформированных золь-гель методом. Люминофоры наносились на поверхность пленки пористого анодного оксида алюминия методом центрифугирования с последующей термообработкой при температуре 1000 °С. Первый люминофор представлял собой легированный тербием ксерогель оксида алюминия, сформированный по методике [2] из золя на основе изопропоксида $\text{Al}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$ алюминия. Второй люминофор представлял собой ксерогель оксида титана, легированный стронцием и тербием, с соотношением катионов $\text{Sr}:\text{Ti} = 0,6$ и $\text{Sr}:\text{Tb} = 2,5$. Термообработка проводилась при температуре 1000 °С. Для возбуждения рентгенолюминесценции использовалось излучение $\text{CuK}\alpha$ с энергией 8,86 кэВ. Импульсная

катодолюминесценция возбуждалась с энергией 180 кэВ и длительностью импульса 3 нс [3].

III. Интерпретация результатов испытаний

Изображение образца ПАОА, полученное методом растровой электронной микроскопии, приведено на рис. 1. Анализ образцов показал, что оба типа ксерогелей формируются в основном в каналах пор анодного оксида алюминия, сохраняя сотообразную ячеистую структуру.

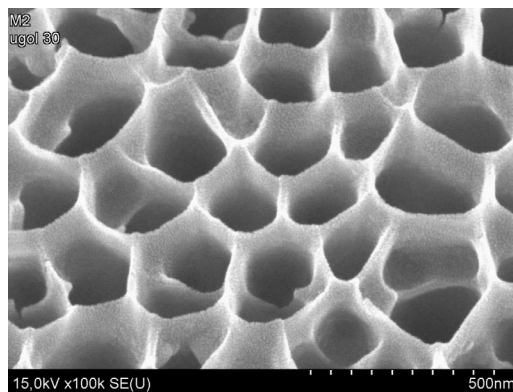


Рис. 1. Изображение пленки пористого анодного оксида алюминия, полученное методом растровой электронной микроскопии.

Fig. 1. The scanning electron microscopy image of a porous anodic alumina film on a silicon wafer

Типичный спектр рентгено- и катодолюминесценции в сформированной структуре ксерогель/пористый анодный оксид алюминия приведен на рис. 2 (а, б) для ксерогеля оксида титана, легированного стронцием и тербием.

Сформированный пленочный конвертор имеет максимальное излучение в зеленом диапазоне за счет доминирующего оптического перехода между термами $^5\text{D}_4 - ^7\text{F}_5$. Аналогичные спектры получены для легированного тербием ксерогеля оксида алюминия. Переходы с уровня $^5\text{D}_3$ в синем диапазоне не обнаружены, что обусловлено скорее всего кросс-релаксацией в ксерогелях с высокой концентрацией тербия. Существенно, что зерно люминофора ограничено стенками ячейки анодного оксида алюминия размером около 250 нм, что повышает разрешающую способность конвертора излучения.

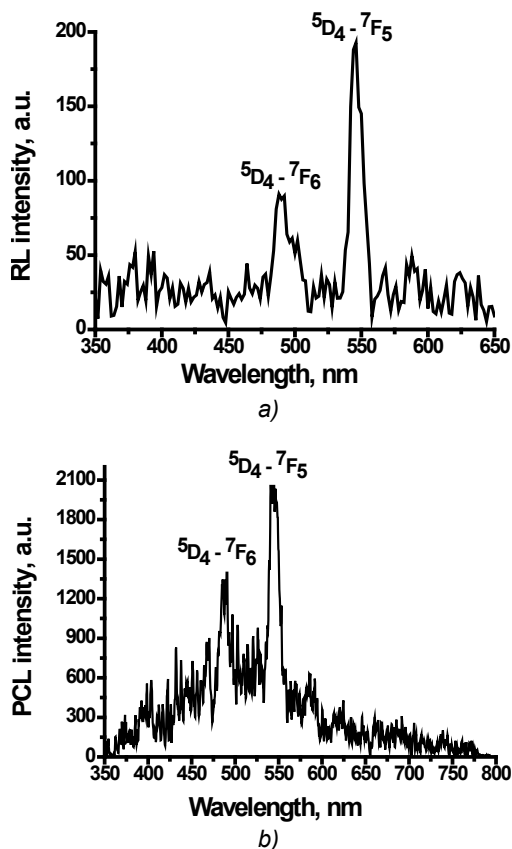


Рис. 2. Люминесценция ксерогеля оксида титана, легированного тербием и стронцием, сформированного в пористом анодном оксиде алюминия:

- (a) – возбуждение рентгеновским излучением с энергией 8.86 кэВ
 (b) – возбуждение пучком электронов с энергией 180 кэВ

Fig. 2. Luminescence of titania xerogel, doped with terbium and strontium, fabricated in porous anodic alumina:

- (a) – excitation with 8.86 keV X-rays
 (b) – excitation with 180 keV pulse electron beam

IV. Заключение

Таким образом, золь-гель синтез в пористом анодном оксиде алюминия позволяет формировать пленочный конвертор рентгеновского излучения и импульсного излучения электронов видимое. На наш взгляд разрешающая способность такого конвертора повышается за счет ограничения зерна легированного тербием люминофора стенками ячейки анодного оксида алюминия.

V. Список литературы

- [1] Gaponenko N. V. Luminescence of lanthanides from xerogels embedded in mesoporous matrices // Acta Physica Polonica. 2007. Vol. 112, No 5. P. 737.
- [2] Sol-Gel Derived Structures for Optical Design and Photocatalytic Application / Gaponenko N.V et al. // Microelectronic Engineering. – 2012. – V.90. – P.131-137.
- [3] Pulsed cathodoluminescence of nanoscale aluminum oxide with different phase compositions / Kortov, V.S.; Zvonarev, S.V.; Medvedev, A.I. // Journal of Luminescence. 2011, 131, 1904-1907.

TERBIUM PHOTO-, CATHODO- and X-RAY LUMINESCENCE IN SOL-GEL DERIVED FILMS IN POROUS ANODIC ALUMINA

Gaponenko¹ N. V., Kortov² V. S., Rudenko¹ M. V., Pustovarov² V. A., Zvonarev² S. V., Slesarev² A. I., Molchan³ I. S., Thompson³ G. E., Khoroshko¹ L. S., Nikolaenko¹ I. A., Prislopskii⁴ S. Ya.

¹Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, Minsk, 220013, Belarus

²Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Mira St. 19, Yekaterinburg, 620002, Russia

³Corrosion and Protection Centre, School of Materials, The University of Manchester, Manchester, M13 9PL, UK

⁴Stepanov Institute of Physics, National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, 220072, Belarus

Ph.: +37517 293 88 69, e-mail: nik@nano.bsuir.edu.by

Abstract — Photo-, cathodo-, and X-ray luminescence of terbium in sol-gel derived films, fabricated in porous anodic alumina is studied. The cell size of the fabricated film convertor of irradiation is about 250 nm. The methods of increase Tb luminescence under diverse excitation conditions are discussed.

I. Introduction

Ceramic convertors doped with lanthanide and other impurities have the grain structures with size of the grains about 0.5 – 3 microns. In our previous works it was reported that sol-gel synthesis in porous anodic alumina allows fabricating of light-emitting nanotextured phosphores, doped with terbium and other lanthanides, with the grain size about 200 nm [1]. In this report we summarized the results of terbium cathodo- and X-ray luminescence in the structures of xerogel/porous anodic alumina.

II, III. Main Part

Porous anodic alumina of 1-8 micron thickness with the cell size of 240-270 nm and the pores of 170-190 nm was grown on silicon wafer coated with the sputtered aluminium by anodizing in orthophosphoric acid solution followed by widening of the pores (Fig. 1). Two types of sol-gel derived phosphores were fabricated in the pores by spinning either from sol of $Al(OC_3H_7)_3$ [2] or from the sol of titanium isopropoxide with the ratio of cations Sr:Ti = 0.6 and Sr:Tb = 2.5 followed by annealing at 1000 °C. Luminescence under X-rays was excited with 8.86 keV $CuK\alpha$ irradiation [2]. Pulse cathodoluminescence was excited with 180 keV electron beam and pulse length of 3 ns [3]. The fabricated samples reveal both under X-ray (Fig. 2 a) and cathodoluminescence (Fig. 2 b) with the dominant band at 545 nm corresponding to $^5D_4 - ^7F_5$ transitions of trivalent terbium. The absence of blue emission band from the term 5D_3 we associate with cross-relaxation mechanism caused by high terbium concentration.

IV. Conclusion

It is shown that sol-gel synthesis in porous anodic alumina allows making film convertor of X-ray and pulse electron irradiation into visible. Resolution capability of the convertor is expected to be increased due to confinement of the grains of terbium doped phosphores with the walls of the porous anodic alumina cell.