

09,12

## Люминесцентные и дозиметрические свойства наноструктурной керамики на основе оксида алюминия

© В.С. Кортон, С.В. Никифоров, Е.В. Моисейкин, А.С. Вохминцев, А.Г. Симанов

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург, Россия

E-mail: s.v.nikiforov@ustu.ru

(Поступила в Редакцию 21 февраля 2013 г.)

Исследованы основные особенности термолюминесценции (ТЛ) наноструктурной керамики на основе анион-дефектного оксида алюминия. Определены кинетические параметры ТЛ-дозиметрического пика при 475 К. Обоснована возможность применения наноструктурной керамики для дозиметрии больших доз (до 1 кГу) бета-излучения с использованием ТЛ глубоких ловушек. Обнаружено падение светосуммы дозиметрического пика с ростом скорости нагрева, которое связано с температурным тушением люминесценции. Полученные результаты подтверждают, что механизм тушения ТЛ в анион-дефектном оксиде алюминия связан с температурной зависимостью вероятности захвата на глубокие ловушки, причиной которой может являться термическая ионизация возбужденных состояний  $F$ -центров.

### 1. Введение

Наноструктурные люминофоры являются перспективными материалами для регистрации больших доз ионизирующих излучений (свыше 100 Гу) благодаря их высокой радиационной стойкости [1,2]. В литературе описаны люминесцентные и дозиметрические свойства ряда порошковых нанофосфоров [3–8]. Для нанопорошков различного химического состава установлена возможность регистрации высоких доз. Одним из материалов, перспективных с точки зрения применения для высокодозной дозиметрии, является анион-дефектная наноструктурная керамика на основе оксида алюминия. Керамические наноструктурные детекторы более стабильны, чем порошковые, обладают высокой механической прочностью, пригодны для серийного изготовления детекторов определенного размера.

Монокристаллическая модификация анион-дефектного  $Al_2O_3$  в настоящее время широко используется в качестве термолюминесцентных детекторов (ТЛД-500) [9] и дозиметров на основе оптически стимулированной люминесценции [10]. Как показали предыдущие исследования, проведенные на анион-дефектных монокристаллах  $\alpha-Al_2O_3$ , для обеспечения высокого квантового выхода оксидных люминофоров необходимы кислородные вакансии [9]. Вакансии кислорода захватывают один или два электрона, создавая  $F^+$ - и  $F$ -центры, участвующие в процессах люминесценции. Ранее было установлено, что в наноструктурной керамике  $\alpha-Al_2O_3$  спектры возбуждения фотолюминесценции и свечения близки по форме и положению аналогичным спектрам монокристалла, однако заметно уширены [11]. Это свидетельствует о существенном вкладе  $F$ - и  $F^+$ -центров, созданных кислородными вакансиями, в люминесцентные свойства как монокристаллических, так и наноразмерных образцов  $\alpha-Al_2O_3$ .

Настоящая работа посвящена изучению основных люминесцентных и дозиметрических характеристик на-

неструктурной керамики оксида алюминия и оценке возможностей ее применения для высокодозной дозиметрии.

### 2. Объекты и методика эксперимента

Для синтеза наноструктурной керамики предварительно были изготовлены методом электрического взрыва алюминиевой проволоки [12] нанопорошки оксида алюминия. Последующая седиментация позволяла получить партии слабо агрегированных порошков с относительно однородными по размеру частицами в диапазоне 20–70 нм. Рентгенофазовый анализ, проведенный с использованием рентгеновского дифрактометра D8DISCOVER с  $Cu(K\alpha)$  излучением и графитовым монохроматором, показал наличие в порошках метастабильных фаз оксида алюминия:  $\gamma$  (65%) и  $\delta$  (35%). Порошки подвергались магнитоимпульсному компактированию [13] с давлением около 2 ГПа при температуре 450°C, что позволяло получать заготовки для экспериментальных образцов в виде таблеток диаметром 10–15 мм и толщиной до 1 мм. Для изготовления керамических образцов полученные компакты спекались при температуре 1200–1550°C в течение 1 h в вакуумной печи ( $10^{-4}$  Торр). Термообработка в вакууме была необходима для формирования в образцах стабильной  $\alpha$ -фазы оксида алюминия, а также для создания в них дефицита кислорода.

Как известно, при высокотемпературной обработке нанопорошков и компактов происходит укрупнение наночастиц. Для уменьшения влияния этого процесса в порошки оксида алюминия перед компактированием вводили около 1 wt% ультрадисперсного порошка оксида магния, который является стабилизатором и позволяет ограничить рост зерна [14]. Порошки подвергались тщательному механическому перемешиванию. Сканирующий электронный микроскоп Zeiss Sigma VP с катодом

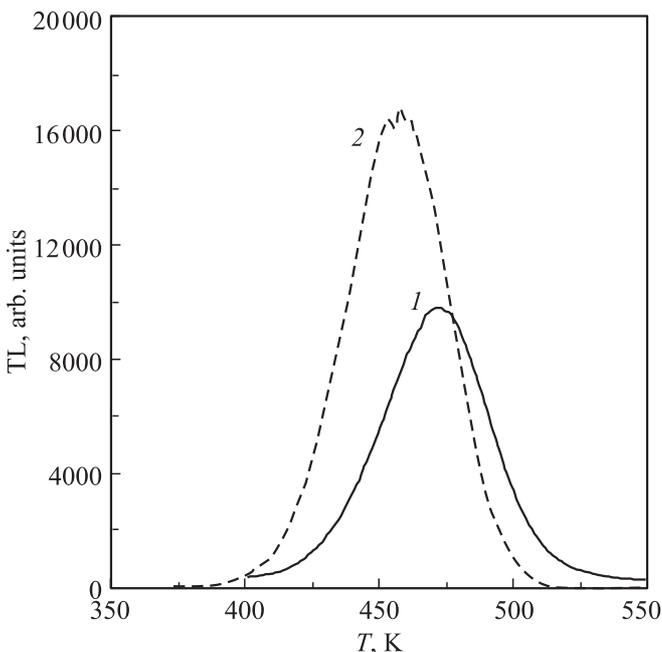
Шоттки использовался для анализа размеров частиц на сколе керамики. Установлено, что размер кристаллов в синтезированной анион-дефектной керамике не превышал 150–200 нм. Кроме того, известно, что ионы магния способствуют формированию в оксиде алюминия дополнительных центров, в том числе кислородных вакансий [15].

Монокристаллические образцы анион-дефектного  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  выращивались методом Степанова в присутствии углерода, обеспечивающего восстановительные условия [9]. Согласно данным оптического поглощения, концентрация  $F$ -центров составляла приблизительно  $10^{17} \text{ cm}^{-3}$ . Исследуемые образцы монокристаллов имели форму дисков толщиной 1 мм, диаметром 5 мм и были прозрачны.

ТЛ возбуждалась источником бета-излучения на основе изотопа  $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$  либо нефилтрованным УФ-излучением ртутной лампы ДРТ-240. ТЛ регистрировалась с помощью экспериментальной установки, описанной в работе [16]. Измерения проводились в полосе свечения  $F$ -центров (420 нм) с помощью ФЭУ-130. Спектральная полоса выделялась с помощью интерференционного светофильтра.

### 3. Результаты и обсуждение

Кривая ТЛ нанокерамических образцов оксида алюминия при возбуждении тестовой дозой бета-источника (25 мГу) содержит доминирующий дозиметрический пик при 475 К, сдвинутый по сравнению с ТЛ монокри-



**Рис. 1.** Кривые ТЛ нанокерамического (1) и монокристаллического (2) оксида алюминия после облучения бета-источником дозой 25 мГу при комнатной температуре. Скорость нагрева 2 К/с.

Результаты расчета параметров, характеризующих температурный градиент

$\beta$ , K/s	$T_{(m,x)}$ , K	$T_{(m,x)corr}$ , K	$\Delta T$ , K	$\beta_{eff,x}$ , K/s
0.5	453	453	0	0.5
1	466	466	0	1
2	475	479	-4	2.04
4	500	492	8	3.85
6	516	500	16	5.57
8	529	505	24	7.19
10	548	509	39	8.47

сталла  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  на 25 К в область высоких температур (рис. 1, кривые 1 и 2). Аналогичный результат получен для нанопорошков  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}$  [5]. При этом интенсивность ТЛ при малых дозах у наноструктурных образцов ниже, чем в монокристаллах. Кроме того, если ТЛ регистрируется сразу после облучения при комнатной температуре, наблюдается низкотемпературный ТЛ-пик при 350 К, связанный с мелкими ловушками. Подобный пик характерен также и для монокристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

Фактор формы дозиметрического пика ТЛ при 475 К, вычисленный согласно методике, изложенной в [17], составил величину, близкую к 0.50. Полученный результат показывает, что ТЛ-пика при 475 К наноразмерных образцов описывается порядком кинетики равным 1.7 [17].

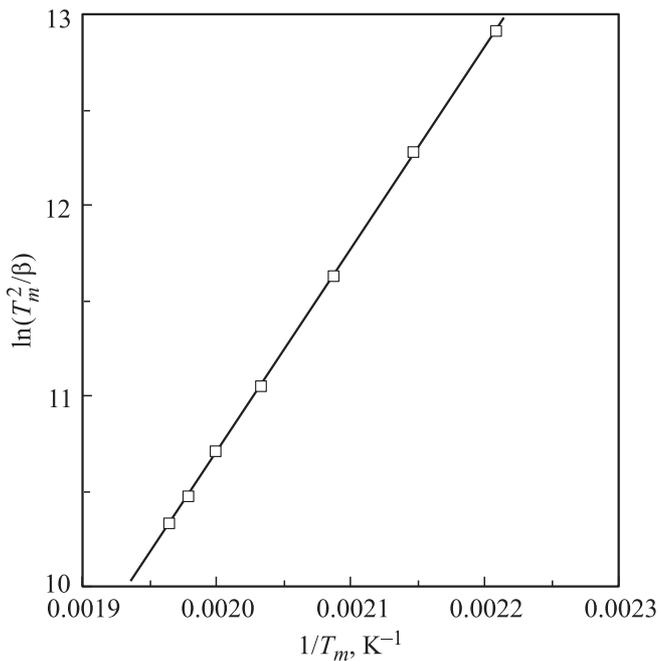
Методом вариации скорости [17] были определены энергия активации ( $E$ ) и частотный фактор ( $S$ ) ТЛ процесса в температурном диапазоне основного пика. Метод основан на измерении температуры максимума кривой ТЛ при различных скоростях нагрева. Для реализации данного метода были экспериментально измерены кривые ТЛ-образцов наноструктурного  $\text{Al}_2\text{O}_3$  при нескольких скоростях нагрева в диапазоне 0.5–10 К/с и определены температуры  $T_{(m,x)}$  основного пика ТЛ (таблица, столбец 2). Так как образцы имели достаточно большую толщину (1 мм), потребовался учет температурного градиента между образцом и нагревателем. Методика расчета истинных значений температуры пика и скорости нагрева при наличии температурного градиента приведена в работе [18]. Сначала на основе измерений при малых скоростях нагрева, где температурный градиент пренебрежимо мал, рассчитывалась константа  $c$  из соотношения

$$c = \frac{T_{m2} - T_{m1}}{\ln 2}, \quad (1)$$

где  $T_{m1}$  и  $T_{m2}$  — температуры ТЛ-пика при скоростях нагрева 0.5 и 1 К/с соответственно. Значение  $c$  составило величину 18.76. Далее по формуле (2) рассчитывалась истинная температура образца при данной скорости  $\beta$

$$T_{(m,x)corr} = T_{m1} - c \ln\left(\frac{\beta_1}{\beta_x}\right), \quad (2)$$

где  $\beta_1 = 0.5$  К/с. Значения  $T_{(m,x)corr}$  приведены в третьем столбце таблицы. Температурный градиент при данной



**Рис. 2.** График экспериментальной зависимости величины  $\ln(T_m^2/\beta)$  от  $1/T_m$  и аппроксимация ее прямой линией.

скорости  $\beta_x$  оценивался по формуле

$$\Delta T = T_{(m,x)} - T_{(m,x)\text{сорт}}. \quad (3)$$

Величина истинной скорости нагрева  $\beta_{\text{эф.х}}$  с учетом температурного градиента вычислялась по формуле

$$\beta_{\text{эф.х}} = \frac{T_{(m,x)} - T_0 - \Delta T}{T_{(m,x)} - T_0} \beta_x, \quad (4)$$

где  $T_0$  — комнатная температура (293 К). Результаты расчета приведены в таблице.

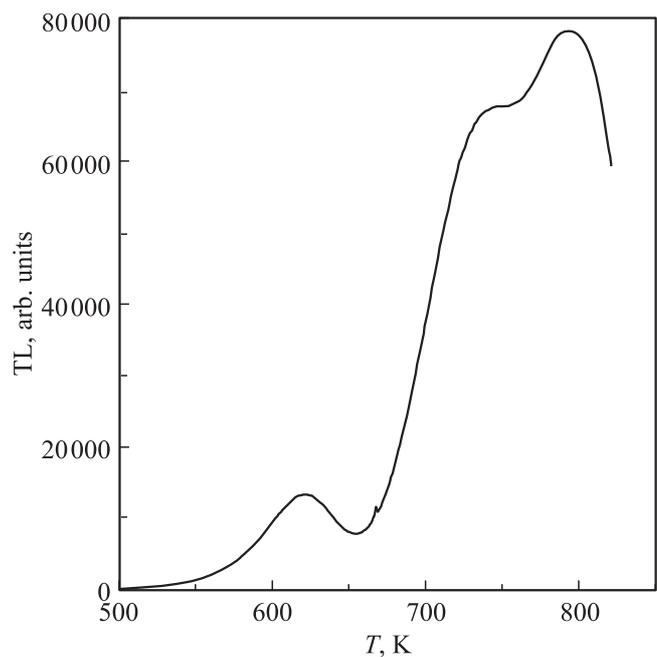
Полученные истинные значения температуры ТЛ-пика и скорости нагрева использовались для расчета энергии активации и частотного фактора [17]. Для этого был построен график зависимости величины  $\ln(T_m^2/\beta)$  от  $1/T_m$ . Полученный результат представлен на рис. 2. Экспериментальная зависимость хорошо аппроксимируется линейной функцией:  $Y = 10727.5x - 10.754$ . Согласно [17] наклон этой прямой дает величину  $E/k$ , а координата точки пересечения с осью ординат — величину  $\ln(Sk/E)$ , где  $k$  — постоянная Больцмана. Из этих соотношений были найдены величины  $E$  и  $S$ , которые оказались равными:  $E = 0.92 \text{ eV}$ ,  $S = 5.0 \cdot 10^8 \text{ s}^{-1}$ . С учетом погрешности в экспериментальном определении величин  $T_m$  ошибка в расчетах  $E$  не превышала  $\pm 0.1 \text{ eV}$ , а при определении  $S$  — один порядок.

Обнаружена также высокая чувствительность образцов нанокерамики к УФ-излучению. Так, интенсивность основного пика при 475 К после УФ-облучения в течение 4 мин была в 8 раз выше интенсивности ТЛ в результате облучения бета-источником дозой 32 мГу.

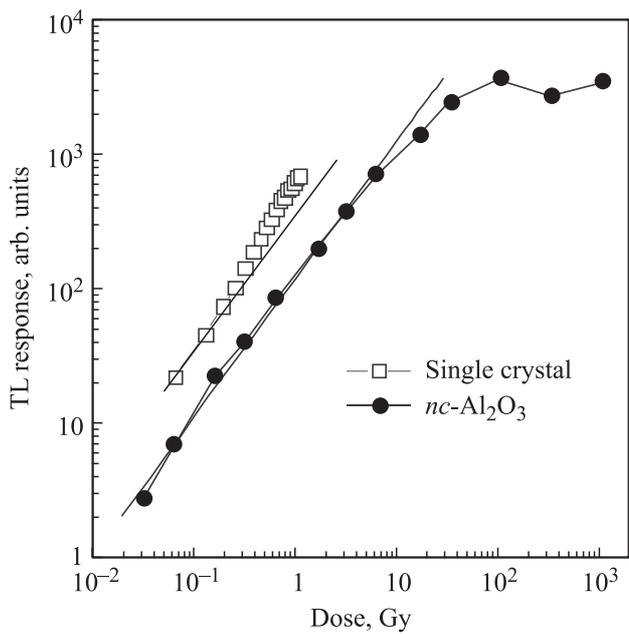
Известно [19,20], что УФ-излучение эффективно ионизирует  $F$ -центры в оксиде алюминия, и в результате фотоконверсии они превращаются в  $F^+$ -центры. Образовавшиеся при этом свободные электроны захватываются на ловушки. Учитывая непрозрачность наноструктурных образцов, можно предположить, что они характеризуются достаточно высокой концентрацией поверхностных  $F_s$ -центров, ответственных за высокий выход ТЛ при УФ-возбуждении.

Кроме того, известно, что при УФ-облучении при повышенных температурах в монокристаллах  $\text{Al}_2\text{O}_3$  эффективно заполняются глубокие ловушки, имеющие температуру опустошения выше, чем у основного ТЛ-пика [21]. Как показали наши исследования, при УФ-возбуждении образцов нанокерамики при температуре 550 К на кривой ТЛ наблюдаются высокотемпературные пики при 620, 730 и 790 К, связанные с глубокими центрами захвата (рис. 3). Пик при 730 К регистрируется и в монокристаллическом оксиде алюминия. Температурное положение остальных высокотемпературных пиков ТЛ в наноструктурных образцах отличается от монокристаллических. Это отличие может быть обусловлено различием в природе дефектов, образующих глубокие ловушки. Весьма вероятно, что в исследуемых образцах существуют дефекты и их агрегаты, характерные только для нанокристаллической керамики оксида алюминия.

Для оценки возможностей применения наноструктурной керамики оксида алюминия для регистрации высоких доз излучений была исследована дозовая зависимость выхода ТЛ в основном пике при 475 К при возбуждении образца бета-излучением. Фрагмент дозовой ха-



**Рис. 3.** Кривая ТЛ с глубоких ловушек нанокерамического оксида алюминия при возбуждении УФ-излучением при температуре 550 К.



**Рис. 4.** Фрагменты дозовых зависимостей выхода ТЛ в дозиметрическом пике для наноструктурного (*nc-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*) и монокристаллического (детекторы ТЛД-500) оксида алюминия. Использовался источник бета-излучения на основе изотопа <sup>90</sup>Sr/<sup>90</sup>Y.

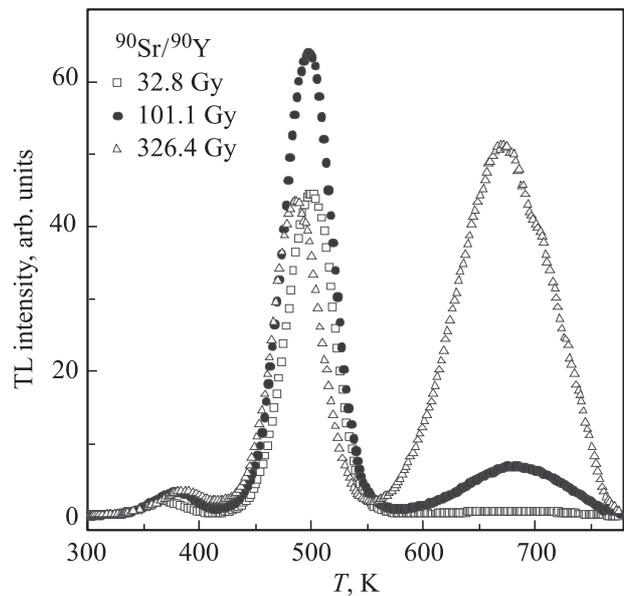
характеристики приведен на рис. 4 в сравнении с монокристаллическим Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Видно, что дозовая характеристика монокристаллических детекторов характеризуется ярко выраженным сверхлинейным участком при дозах свыше 0.2 Gy, что ограничивает возможности дозиметрических измерений. Выход ТЛ нанокерамики изменяется почти линейно в диапазоне доз 0.01–10 Gy, что позволяет почти в 50 раз расширить диапазон регистрируемых доз.

Еще большие возможности для высокодозной дозиметрии открывает использование в качестве источника дозиметрической информации пиков ТЛ, связанных с глубокими ловушками. На рис. 5 приведены кривые термовысвечивания наноструктурного образца для трех доз облучения бета-источником. На кривой наблюдаются два пика ТЛ: основной при 450–500 К и широкий высокотемпературный с максимумом при 670 К. Из рисунка видно, что с ростом дозы интенсивность основного ТЛ-пика сначала возрастает, а затем начинает уменьшаться. Вместе с тем, интенсивность ТЛ-пика при 670 К, обусловленного глубокими ловушками, возрастает с увеличением дозы. Можно отметить также, что после бета-облучения пик ТЛ, связанный с одной или несколькими глубокими ловушками, регистрируется при температурах, отличающихся от случая возбуждения УФ-излучением (рис. 3). Этот результат может быть связан с тем, что при УФ-возбуждении в результате ионизации *F*-центров заполняются преимущественно ловушки, имеющие электронную природу, а при облучении ионизирующим излучением, формирующим свободные носители заряда в результате межзонных переходов,

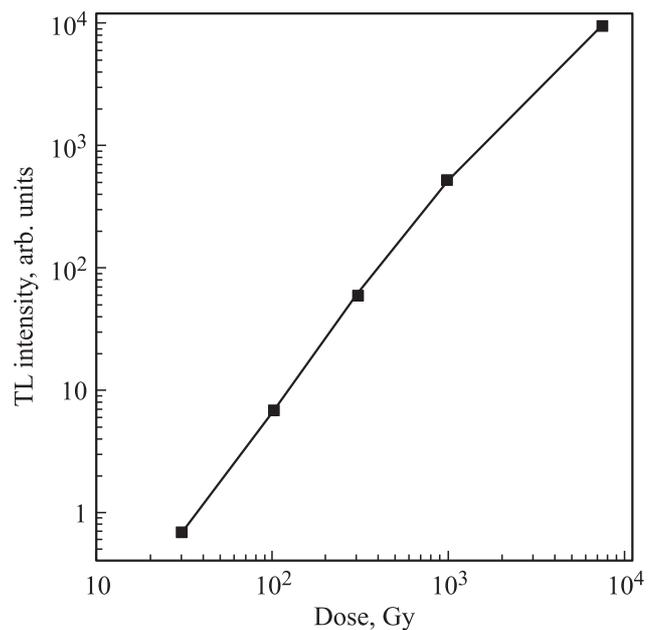
могут заполняться и участвовать в процессах люминесценции также и дырочные центры захвата.

Дозовая зависимость интенсивности ТЛ в пике при 670 К в наноструктурной керамике приведена на рис. 6. Видно, что характеристика практически линейна в диапазоне доз до 1 kGy. Полученный результат свидетельствует о возможности применения детекторов на основе наноструктурной керамики оксида алюминия для дозиметрии больших доз бета-излучения.

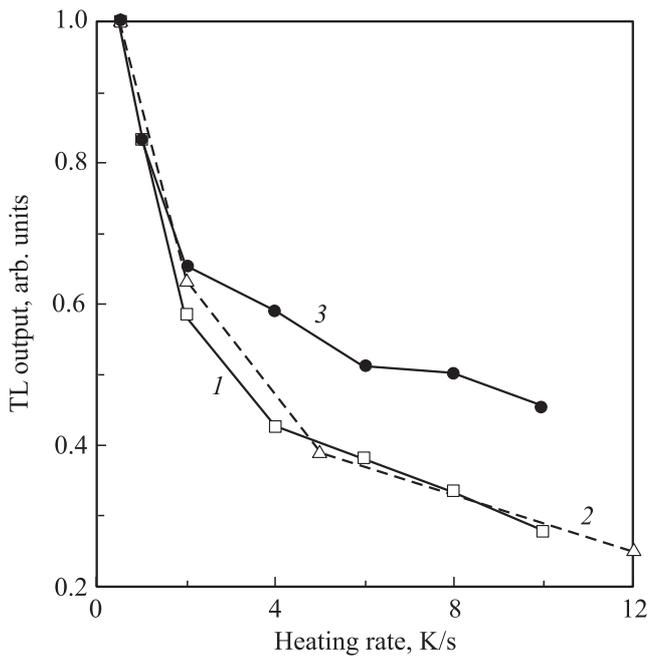
Особенностью монокристаллических детекторов на основе анион-дефектного оксида алюминия является



**Рис. 5.** Кривые ТЛ наноструктурной керамики при различных дозах бета-облучения.



**Рис. 6.** Дозовая зависимость интенсивности ТЛ-пика при 670 К в наноструктурной керамике Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.



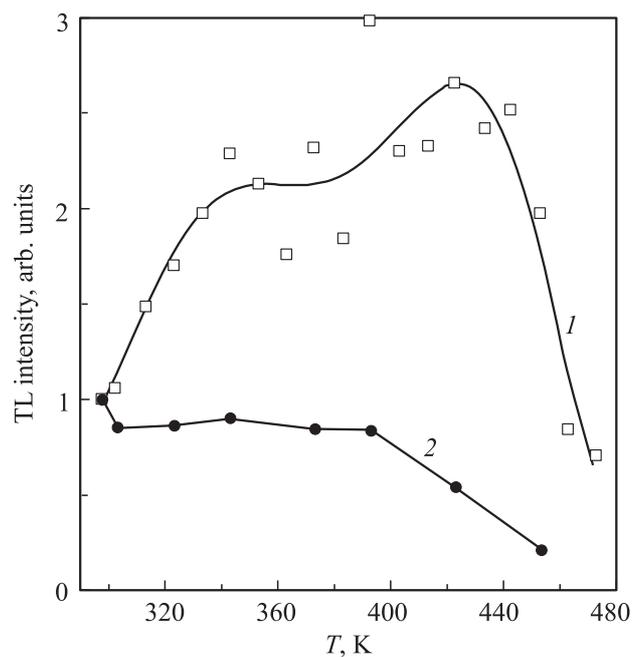
**Рис. 7.** Зависимости светосуммы дозиметрического пика ТЛ от скорости нагрева для наноструктурного (1, 3) и монокристаллического (2) оксида алюминия до (1, 2) и после (3) заполнения глубоких ловушек.

зависимость светосуммы дозиметрического пика от скорости нагрева, что может приводить к росту погрешности измерений дозы [9]. При исследовании ТЛ свойств наноразмерных образцов  $\text{Al}_2\text{O}_3$  после бета-облучения обнаружено, что светосумма пика при 475 К уменьшается более чем в три раза при изменении скорости нагрева от 0.5 до 10 К/с (рис. 7, кривая 1). Обращает на себя внимание практически полное совпадение зависимостей светосуммы дозиметрического пика от скорости нагрева для нанокерамики (кривая 1) и монокристалла оксида алюминия (кривая 2). Уменьшение светосуммы пика ТЛ с ростом скорости нагрева свидетельствует о существовании процесса температурного тушения люминесценции в наноразмерных образцах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  в диапазоне основного дозиметрического пика ТЛ. Относительно механизма тушения люминесценции в анион-дефектном оксиде алюминия не существует единого мнения. Есть точка зрения, что оно представляет собой внутрицентровое тушение люминесценции  $F$ -центров [22]. Другая интерпретация этого эффекта основана на связи тушения с конкурирующим температурно зависимым захватом носителей на глубокие ловушки [21]. В этой связи исследование влияния состояния заселенности глубоких ловушек на тушение люминесценции в нанокерамических образцах оксида алюминия может дать важную информацию, свидетельствующую в пользу того или иного механизма тушения.

Нами была измерена зависимость светосуммы основного дозиметрического пика при 475 К от скорости нагрева в наноструктурных образцах с частично заполнен-

ными глубокими ловушками (рис. 7, кривая 3). Глубокие ловушки заполнялись УФ-излучением при 600 К. Видно, что в образцах с заполненными глубокими центрами падение светосуммы пика при 475 К с ростом скорости нагрева становится менее существенным. Полученные результаты свидетельствуют о том, что температурное тушение ТЛ в анион-дефектной керамике оксида алюминия не может быть объяснено только в рамках модели классического внутрицентрового механизма Мотта–Зейтца. Оно может быть связано также с процессами переноса заряда с участием глубоких ловушек [21].

Еще одной особенностью механизма тушения ТЛ в керамических образцах нанокристаллического оксида алюминия является различие зависимости интенсивности ТЛ основного дозиметрического пика от температуры при возбуждении УФ- и бета-излучением (рис. 8). Видно, что в случае УФ-возбуждения интенсивность ТЛ пика при 475 К растет с увеличением температуры (кривая 1), а при использовании бета-облучения такая зависимость отсутствует (кривая 2). Полученные результаты показывают, что температурная зависимость интенсивности ТЛ-пика при 475 К не связана с особенностями сечения захвата носителей на дозиметрические ловушки. Одной из возможных причин этого может являться зависимость от температуры эффективности ионизации  $F$ -центров при УФ-возбуждении, которая наблюдается также в монокристаллических образцах [23]. Отсюда следует вывод о том, что термическая ионизация возбужденных состояний центров  $F$ -типа является общей закономерностью для анион-дефектного оксида алюминия независимо от его структурного состояния.



**Рис. 8.** Зависимость интенсивности ТЛ основного пика при 475 К наноразмерного керамического оксида алюминия от температуры возбуждения УФ- (1) и бета-излучением (2).

В пользу связи тушения ТЛ с  $F$ -центрами свидетельствует также тот факт, что при пустых глубоких ловушках зависимости светосуммы основного пика ТЛ от скорости нагрева практически идентичны для образцов монокристаллического и наноразмерного оксида алюминия (рис. 7), хотя эти образцы характеризуются различными по концентрации и, возможно, по природе глубокими ловушками.

#### 4. Заключение

1. Синтезированы образцы наноструктурной керамики анион-дефектного оксида алюминия с размером кристаллов 150–200 nm и исследованы их основные термoluminesцентные свойства. При указанном размере наночастиц ряд ТЛ свойств аналогичен наблюдаемым в монокристаллах: наличие изолированного основного пика, светосумма которого падает с ростом скорости нагрева, существование глубоких ловушек, эффективно заполняемых УФ-излучением. Можно ожидать, что уменьшение размера наночастиц в керамике будет сопровождаться увеличением отличий их свойств от монокристалла.

2. Получены результаты, подтверждающие роль глубоких ловушек в механизме тушения люминесценции в наноразмерной керамике анион-дефектного оксида алюминия. Сделан вывод о том, что этот механизм является общим для монокристаллического и наноструктурного  $Al_2O_3$  и может быть связан с процессом термической ионизации возбужденных состояний  $F$ -центров.

3. Показано, что в детекторах излучений на основе наноструктурной керамики  $Al_2O_3$  основной ТЛ-пик при 475 К может использоваться для измерения более высоких доз бета-излучений (до 10 Gy), чем в монокристаллах. Наличие линейного участка дозовой зависимости интенсивности ТЛ в пике при 670 К до 1 kGy и высокая радиационная стойкость наноразмерных образцов позволяют рекомендовать наноструктурную керамику на основе оксида алюминия для высокодозной ТЛ-дозиметрии.

Авторы выражают благодарность Ю.А. Котову, В.В. Иванову и А.С. Кайгородову за помощь в подготовке образцов в Институте электрофизики УрО РАН.

#### Список литературы

- [1] F. Banhart. Rep. Prog. Phys. **62**, 1181 (1999).
- [2] V.V. Uzsaki. Appl. Phys. Lett. **90**, 161908 (2007).
- [3] N. Salah, P.D. Sahare, A.A. Rupasov. J. Luminescence **124**, 357 (2007).
- [4] S.P. Lochab, A. Pandey, P.D. Sahare, R.S. Chauhan, N. Salah, R. Ranjan. Phys. Status Solidi A **204**, 2416 (2007).
- [5] N. Salah, Z.H. Khan, S.S. Habib. Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B **269**, 401 (2011).
- [6] M.W. Blair, L.G. Jacobsohn, S.C. Tornga, O. Ugurlu, B.L. Bennett, E.G. Yukihara, R.E. Muenchausen. J. Luminescence **130**, 825 (2010).
- [7] W.M. de Azevedo, G.B. de Oliveira, E.F. da Silva Jr., H.J. Khoury, E.F. Oliveira de Jesus. Radiat. Prot. Dosim. **119**, 201 (2006).
- [8] V. Kortov, S. Nikiforov, A. Vokhmintsev, E. Gorelova. Proc. 4th Int. Workshop on Individual Monitoring of Ionizing Radiation. Oarai, Japan, (2008). P. 31.
- [9] M.S. Akselrod, V.S. Kortov, D.J. Kravetsky, V.I. Gotlib. Radiat. Prot. Dosim. **32**, 15 (1990).
- [10] M.S. Akselrod, A.C. Lucas, J.C. Polf, S.W.S. McKeever. Radiat. Meas. **29**, 391 (1998).
- [11] В.С. Кортов, А.Е. Ермаков, А.Ф. Зацепин, М.А. Уймин, С.В. Никифоров, А.А. Мысик, В.С. Гавико. ФТТ **50**, 916 (2008).
- [12] Yu.A. Kotov. J. Nanoparticle Res. **5**, 539 (2003).
- [13] V. Ivanov, S. Paranim, A. Nozdryn. Key Eng. Mater. **132–136**, 400 (1997).
- [14] В.Б. Брагин, В.В. Иванов, О.Ф. Иванова, С.Ю. Ивин, А.С. Кайгородов, С.И. Киряков, Ю.А. Котов, А.И. Медведев, А.М. Мурзакаев, П.Ф. Нешков, В.С. Постников, В.Р. Хрустов, А.К. Штольц. Перспективные материалы **6**, 48 (2004).
- [15] V.S. Kortov, T.S. Bessonova, M.S. Akselrod, I.I. Milman. Phys. Status Solidi A **87**, 629 (1985).
- [16] И.И. Мильман, С.В. Никифоров, В.С. Кортов, А.К. Кильметов. Дефектоскопия **11**, 64 (1996).
- [17] R. Chen, S.W.S. McKeever. Theory of Thermoluminescence and Related Phenomena. World Scientific, Singapore (1997). 560 p.
- [18] G. Kitis, J.W.N. Tuyn. J. Phys. D: Appl. Phys. **31**, 2065 (1998).
- [19] В.С. Кортов, И.И. Мильман, С.В. Никифоров, В.Е. Пеленев. ФТТ **45**, 1202 (2003).
- [20] I.A. Weinstein, V.E. Pelenev, V.S. Kortov. Rad. Prot. Dosim. **100**, 159 (2002).
- [21] И.И. Мильман, В.С. Кортов, С.В. Никифоров, ФТТ **40**, 229 (1998).
- [22] M.S. Akselrod, N. Agersnap Larsen, V.H. Whitley, S.W.S. McKeever. J. Appl. Phys. **84**, 3364 (1998).
- [23] S.V. Nikiforov, I.I. Milman, V.S. Kortov. Radiat. Meas. **33**, 547 (2001).