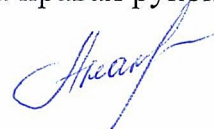


Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования «Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

На правах рукописи



АНАНЧЕНКО Дарья Владимировна

РАДИАЦИОННО-ИНДУЦИРОВАННЫЕ ДЕФЕКТЫ  
И ЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

1.3.8. Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Екатеринбург – 2024

Работа выполнена на кафедре физических методов и приборов контроля качества Физико-технологического института Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».

**Научные руководители:** доктор технических наук, профессор,  
**Кортов Всеволод Семенович**  
доктор физико-математических наук, доцент,  
**Никифоров Сергей Владимирович**

**Официальные оппоненты:**

**Полисадова Елена Федоровна**, доктор физико-математических наук, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», профессор Отделения материаловедения Инженерной школы новых производственных технологий;

**Дресвянский Владимир Петрович**, доктор физико-математических наук, доцент, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт лазерной физики Сибирского отделения Российской академии наук, г. Иркутск, заведующий Иркутским филиалом ФГБУН Институт лазерной физики Сибирского отделения Российской академии наук;

**Абашев Ринат Мансурович**, кандидат физико-математических наук, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, старший научный сотрудник лаборатории интеллектуальных технологий диагностики отдела неразрушающего контроля.

Защита состоится 27.09.2024 г. в 15:00 на заседании диссертационного совета УрФУ 1.3.02.06 по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, ауд. И-420 (Зал Ученого совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», <https://dissovet2.urfu.ru/mod/data/view.php?d=12&rid=6118>

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2024 г.

Ученый секретарь

диссертационного совета

Ищенко Алексей Владимирович

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность и степень разработанности темы исследования

Исследование радиационных дефектов в широкозонных диэлектриках является актуальной проблемой физики конденсированного состояния, поскольку данные дефекты способны влиять на функциональные (диэлектрические, оптические и люминесцентные) свойства материалов. Одним из широкозонных оксидных материалов, успешно применяемых в науке и технике, является монокристалл  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Благодаря отличным диэлектрическим свойствам монокристаллы  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  используются в качестве подложек интегральных микросхем, обладающих повышенной радиационной стойкостью и применяемых на АЭС и в космосе. Высокая чувствительность к излучению обуславливает широкое практическое применение термохимически окрашенных монокристаллов  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  в качестве люминесцентных детекторов ионизирующих излучений.

На настоящий момент имеется достаточное количество публикаций, посвященных исследованию радиационных дефектов в монокристаллах  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , облученных различными видами корпускулярных излучений, например, быстрыми электронами, протонами, нейтронами, ускоренными ионами. Анализ литературных данных показывает, что на сегодняшний день недостаточно изучены процессы дефектообразования в  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , облученном мощными импульсными ионными пучками (ИИП), которые находят широкое применение в промышленности при модификации поверхности материалов, получения уникальных соединений (в том числе метастабильных), напыления тонких пленок. Известно, что облучение ИИП сопровождается быстрым нагревом ( $>10^6$  К/с), плавлением и дальнейшим охлаждением поверхности материала, что вызывает ее структурные изменения. При этом можно ожидать появление новых радиационных дефектов, а также иных закономерностей их образования в материалах, облученных ИИП.

Исследование дефектов, наблюдаемых после облучения кристаллов  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  высокими дозами, также представляет важную задачу. Известно, что в термохимически окрашенных монокристаллах  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  с высокой концентрацией анионных вакансий высокодозное облучение ( $> 10$  Гр) может приводить к образованию агрегатных центров  $\text{F}_2$ -типа. В настоящее время агрегатные центры обнаруживались в  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  только оптическими и люминесцентными методами. Роль агрегатных центров в формировании парамагнитных свойств  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  ранее не изучалась. Известно, что электронный парамагнитный резонанс (ЭПР) является чрезвычайно чувствительным к наличию собственных и примесных дефектов в материалах, в том числе радиационно-индуцированных. Данным методом были идентифицированы радиационные дефекты в  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , облученном нейтронами. Вместе с тем недостаточно исследован ЭПР в облученных термохимически окрашенных кристаллах  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  с исходно высокой концентрацией одиночных дефектов F-типа. Использование ЭПР в сочетании с люминесцентными и оптическими методами исследования может дать новую информацию о природе радиационных дефектов в  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , в частности закономерностях образования агрегатных и комплексных дефектов под воздействием высокодозного облучения в термохимически окрашенных кристаллах.

Несмотря на многочисленные исследования, некоторые особенности процессов переноса заряда с участием центров F-типа в монокристаллах оксида алюминия окончательно не установлены. В частности нет однозначного мнения о возможности протекания процесса термической ионизации возбужденных состояний F-центров. Одним из свойств, предположительно связываемым с термической ионизацией F-центров, является изотермическое разгорание термолюминесценции (ТЛ). Указанный

эффект ранее был обнаружен в термохимически окрашенных монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  в пике ТЛ глубоких ловушек, опустошающихся при 630–750 К [1], но окончательно интерпретирован не был. Исследование разгорания ТЛ других глубоких ловушек, в частности, со спектральным разрешением, позволит получить новые доказательства существования термической ионизации F-центров в монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

### **Цели и задачи работы**

Цель настоящей работы – исследование закономерностей образования и отжига радиационно-индуцированных дефектов в облученных монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  и оценка роли данных дефектов в формировании парамагнитных и люминесцентных свойств исследуемых объектов.

В соответствии с целью исследования необходимо решить следующие **задачи**:

1. Экспериментально подтвердить образование парамагнитных радиационно-индуцированных дефектов в облученных термохимически окрашенных монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , установить взаимосвязь парамагнитных, оптических и люминесцентных свойств исследуемых объектов.
2. Изучить закономерности отжига радиационно-индуцированных парамагнитных дефектов в термохимически окрашенных монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , предложить возможные механизмы их разрушения.
3. Исследовать закономерности формирования и отжига дефектов, образуемых в стехиометрических монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  после облучения мощным импульсным пучком ионов  $\text{H}^+/\text{C}^+$  с энергией 300 кэВ.
4. Исследовать особенности разгорания ТЛ глубоких ловушек в термохимически окрашенных кристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Доказать связь эффекта разгорания ТЛ с наличием процесса термической ионизации возбужденных состояний F-центров.

### **Объекты исследований**

В качестве объектов исследования были выбраны два типа образцов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Первый представлял собой оптически прозрачные монокристаллы стехиометрического оксида алюминия, выращенные методом Киропулоса, второй – термохимически окрашенные монокристаллы  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  с высокой концентрацией анионных вакансий ( $\approx 10^{17} \text{ см}^{-3}$ ), выращенные в восстановительных условиях методом Степанова.

### **Методы и методология исследований**

Основными экспериментальными методами исследования радиационно-индуцированных дефектов являлись фотолюминесцентная (ФЛ), оптическая, ЭПР-спектроскопия, а также импульсная катодолюминесценция (ИКЛ) и термолюминесценция.

Исследование термической стабильности радиационных дефектов осуществляли при ступенчатом отжиге образцов на воздухе в режимах линейного нагрева и изотермической выдержки. Линейный нагрев использовался с целью установления связи между разрушением парамагнитных центров и опустошением ловушек, ответственных за ТЛ  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

Моделирование энергетических потерь и пробегов ионов в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  осуществлялось с использованием пакета программ TRIM, реализующего метод Монте-Карло. Также было проведено компьютерное моделирование процессов нагрева и плавления  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  под действием ИИП в специальной программе, составленной на языке «Фортран». Моделирование осуществлялось на основе решения одномерного уравнения теплопроводности для нестационарного температурного поля в пластине  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , вызванного воздействием излучения.

### Научная новизна

1. Впервые обнаружено, что облучение бета-источником  $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ , импульсным электронным пучком (130 кэВ), а также термооптическая обработка при температурах 573–773 К термохимически окрашенных кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  приводят к образованию в них парамагнитных центров идентичной природы с  $g = 2,008$ .

2. В облученных термохимически окрашенных монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  впервые обнаружена прямая корреляция интенсивности линии ЭПР с  $g = 2,008$  и полос оптического поглощения (ОП) и ФЛ агрегатных центров  $F_2$ -типа, а также обратная корреляция интенсивности указанной линии ЭПР с ФЛ и ОП одиночных центров F-типа.

3. В термохимически окрашенных монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  впервые исследована термическая стабильность радиационно-индуцированных парамагнитных центров с  $g = 2,008$ . Установлено, что отжиг данных дефектов происходит в интервале температур 773–973 К.

4. На основе комплексного исследования оптических и люминесцентных свойств впервые доказано, что облучение ИИП  $\text{C}^+/\text{H}^+$  (энергия 300 кэВ) приводит к образованию в монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  одиночных F- и  $F^+$ -центров, агрегатных центров  $F_2$ -типа, а также дефектов неустановленной природы, ответственных за полосу ФЛ при 2,85 эВ с максимумом возбуждения при 4,3 эВ.

5. Впервые установлено, что  $F^+$ -центры в монокристаллах оксида алюминия, облученных ИИП  $\text{C}^+/\text{H}^+$ , теряют стабильность при  $T = 723\text{--}1123$  К в результате их рекомбинации с подвижными межузельными атомами кислорода  $\text{O}_i$ .

6. На основе результатов измерений спектрально-разрешенной ТЛ доказана взаимосвязь эффекта разгорания ТЛ в пике при 573 К с термической ионизацией возбужденных состояний F-центров в термохимически окрашенном  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

### Теоретическая и практическая значимость

Результаты работы имеют фундаментальное значение с точки зрения установления связи образования парамагнитных радиационно-индуцированных центров, образуемых в термохимически окрашенном  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  после высокодозного облучения, с люминесценцией собственных дефектов в кристалле. Полученные данные о термической стабильности радиационных дефектов в облученных монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  могут использоваться для разработки физических принципов управления дефектной структурой и люминесцентными свойствами исследуемых кристаллов. Установленные в работе закономерности могут использоваться в люминесцентной и ЭПР-дозиметрии ионизирующих излучений. Данные о термической устойчивости и механизме отжига радиационных дефектов, образуемых в стехиометрических монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  под воздействием мощных ИИП с разной плотностью энергии, могут быть полезны при разработке радиационно-стойких диэлектрических материалов микроэлектроники.

### Положения, выносимые на защиту:

1. В термохимически окрашенных монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , облученных импульсным электронным пучком, бета-излучением, а также подвергнутых термооптической обработке, образуются парамагнитные дефекты идентичной природы с  $g = 2,008$ , в формировании которых участвуют центры  $F_2$ -типа.

2. Облучение стехиометрических монокристаллов оксида алюминия импульсным ионным пучком  $\text{C}^+/\text{H}^+$  (300 кэВ) приводит к генерации в них одиночных центров F-типа и агрегатных центров  $F_2$ -типа.

3. Радиационно-индуцированные дефекты F-типа, образуемые в стехиометрических монокристаллах  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> под воздействием импульсного ионного пучка C<sup>+</sup>/H<sup>+</sup> (300 кэВ), теряют стабильность при температурах 723–1123 К. Отжиг радиационно-индуцированных F<sup>+</sup>-центров в данном интервале температур происходит в результате их рекомбинации с подвижным межузельным атомом кислорода O<sub>i</sub>.

4. В термохимически окрашенных монокристаллах  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> разгорание ТЛ глубоких ловушек обусловлено процессом термической ионизации возбужденных состояний F-центров.

### **Степень достоверности**

Достоверность изложенных в работе основных результатов базируется на экспериментальных данных, полученных на аттестованных образцах с помощью апробированных методик. Воспроизводимость экспериментальных данных обеспечена многократностью измерений и подтверждается хорошей повторяемостью результатов. Достоверность выводов основана на всестороннем анализе выполненных ранее работ по теме исследования и подтверждена отсутствием противоречий с известными результатами, опубликованными в рецензируемых журналах.

### **Апробация работы**

Результаты настоящей работы представлялись на 10 Всероссийских и международных конференциях: Международная молодежная научная конференция "Физика. Технологии. Инновации" (г. Екатеринбург, 2016, 2017 гг.), Всероссийская школа-семинар по проблемам физики конденсированного состояния вещества СПФКС (г. Екатеринбург, 2017 г.), XV Международная конференция по люминесценции и лазерной физике (Иркутская обл., п. Аршан, июль 2016 г.), 18th International Conference on Solid State Dosimetry SSD 18 (Германия, г. Мюнхен, июль 2016 г.), Europhysical Conference on Defects in Insulating Materials EURODIM'18 (Польша, г. Быдгощ, июль 2018 г.), 6th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (Россия, г. Томск, сентябрь 2018 г.), 10th International Conference on Luminescent Detectors and Transformers of Ionized Radiation (LUMDETR-2018) (Прага, сентябрь 2018 г.), 20th International Conference on Radiation Effects in Insulators (REI-20) (Казахстан, г. Нур-Султан, август 2019 г.), 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (Россия, г. Томск, октябрь 2020 г.).

### **Личный вклад автора**

Выбор направления исследования, целей и задач научно-квалификационной работы, интерпретация полученных результатов и выводов осуществлялись автором совместно с научными руководителями Коротвым В.С. и Никифоровым С.В.

Автором работы было проведено облучение монокристаллов  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> импульсным электронным пучком,  $\beta$ -источником, а также термооптическая обработка образцов. Гамма-облучение образцов  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> проводилось в ФГУП «РФЯЦ-ВНИИТФ им. Академика Е.И. Забабахина» (г. Снежинск). Облучение импульсным ионным пучком C<sup>+</sup>/H<sup>+</sup> осуществлялось в Казанском физико-техническом институте КазНЦ РАН.

Автором самостоятельно проведены измерения спектров ОП, ФЛ, ИКЛ и ТЛ монокристаллов  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> после облучения различными видами излучения, а также ступенчатого отжига образцов. Автором самостоятельно осуществлялась обработка указанных спектров и анализ полученных экспериментальных результатов.

Спектральные измерения ТЛ проводились совместно с Институтом физики Тартуского университета (Эстония), анализ и обработка полученных спектров

осуществлялись автором работы. Расчет параметров кинетики отжига радиационно-индуцированных центров в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  осуществлялся при методической поддержке Кузовкова В.Н. и Попова А.И. (Институт физики твердого тела, Университет Латвии). Исследование парамагнитных свойств монокристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  осуществлялось автором совместно с к.ф.-м.н., доцентом Коневым С.Ф. (ФТИ, УрФУ), а также к.ф.-м.н., с.н.с. Зариповым Р.Б. (КФТИ ФИЦ КазНЦ РАН). Моделирование температурных полей в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , облученном ионным пучком  $\text{C}^+/\text{H}^+$ , проводилось автором совместно с к.ф.-м.н., с.н.с. Баталовым Р.И. и д.ф.-м.н., в.н.с. Баязитовым Р.М. (КФТИ ФИЦ КазНЦ РАН).

### **Публикация результатов работы**

Основные результаты исследований изложены в 18 научных публикациях, из них 8 статей, опубликованных в рецензируемых научных журналах, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ и входящих в международные наукометрические базы Scopus и Web of science, 10 тезисов докладов на международных и всероссийских конференциях.

### **Гранты и премии**

Автор работы удостоен стипендии Президента Российской Федерации в 2017/18 и 2018/19 годах, стипендии Правительства Российской Федерации в 2018/19 году, а также стипендии губернатора Свердловской области в 2017/18 году.

Автор был награжден дипломом за лучший доклад на XV Международной конференции по люминесценции и лазерной физике (Россия, п. Аршан, 2016 г.) и дипломом первой степени за лучший доклад на 18-й Международной конференции по радиационной физике и химии твердого тела в рамках бго Международного конгресса по энергетическим пучкам и радиационным дефектам (Россия, г. Томск, 2018 г.).

### **Структура и объем диссертации**

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения, списка сокращений и обозначений и списка литературы. Работа изложена на 157 страницах текста, содержит 8 таблиц, 73 рисунка. Список литературы включает 286 источников.

## **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

Во **введении** обоснована актуальность и проанализирована степень разработанности темы диссертационного исследования, сформулированы цель и задачи работы, отражена научная новизна, теоретическая и практическая значимость полученных результатов. Сформулированы положения, выносимые на защиту, приведены сведения об апробации результатов работы, личном вкладе автора, публикациях, структуре и объеме диссертации.

В **первой главе** кратко рассмотрены основные эффекты, возникающие в диэлектриках при облучении ионизирующим излучением, механизмы образования в них точечных радиационных дефектов, в частности под воздействием ионного облучения. Отмечается недостаточность литературных данных о процессах образования, природе и термической стабильности радиационно-индуцированных дефектов, образующихся в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  при облучении ИИП. Приводятся сведения о структуре, оптических и люминесцентных свойствах, а также термической стабильности дефектов в анионной и катионной подрешетке монокристаллического  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Отдельное внимание уделено способам формирования дефектов F- и F<sub>2</sub>- типа и методам их идентификации. Представлены результаты исследований радиационно-индуцированных дефектов

методом ЭПР в кристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Указывается на недостаточное количество публикаций об исследованиях парамагнитных свойств термохимически окрашенных кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  с высокой концентрацией кислородных вакансий. Рассмотрена роль центров свечения F-типа в процессах ТЛ в монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Подчеркивается противоречивость представлений о роли термической ионизации возбужденных состояний F-центров в формировании ТЛ свойств. Отмечена необходимость получения новых доказательств существования термической ионизации F-центров.

На основе проведенного обзора литературы сформулирована цель и основные задачи исследования.

Во **второй главе** приведено описание исследуемых образцов, источников излучения, используемых для создания в них радиационно-индуцированных дефектов. В работе исследовались:

- высокочистые (99,997%) стехиометрические оптически прозрачные двусторонне-полированные монокристаллы  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , выращенные методом Киропулоса (ОАО «Монокристалл»);
- термохимически окрашенные монокристаллы  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  с высокой концентрацией кислородных вакансий ( $\approx 10^{17} \text{ см}^{-3}$ ), выращенные методом Степанова в сильно восстановительных условиях.

Облучение термохимически окрашенных монокристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  для создания в них радиационных дефектов осуществлялось с помощью:

- источника  $\beta$ -излучения  $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$  (БИС-10), 0,57 мГр/мин.;
- импульсного ускорителя электронов РАДАН-ЭКСПЕРТ (средняя энергия электронов  $(130 \pm 1)$  кэВ, длительность импульса 2 нс, плотность тока  $60 \text{ А/см}^2$ , поглощенная доза от одного импульса 1,5 кГр);
- источника  $\gamma$ -излучения  $^{60}\text{Co}$ , 1,36 Гр/мин.

Известно, что одним из эффективных методов создания новых дефектов в кристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  с высокой концентрацией анионных вакансий является термооптическая обработка (ТОО) [2]. Поэтому данный метод был также использован для создания новых дефектов в термохимически окрашенных монокристаллах. Образцы облучали ультрафиолетовым (УФ) излучением от ксеноновой лампы мощностью 150 Вт при температурах 573–773 К.

Для создания радиационно-индуцированных дефектов в стехиометрических монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  использовали импульсный ионный пучок от ускорителя ионов ТЕМП, состоящий на  $\sim 80\%$  из ионов углерода ( $\text{C}^+$ ) и на  $\sim 20\%$  из ионов водорода ( $\text{H}^+$ ). Максимальная энергия ионов в импульсе составляла  $E_{\text{max}} = 300$  кэВ, длительность импульса  $\tau_p = 100$  нс. Плотность энергии ионного пучка варьировалась в диапазоне  $W = 0,5\text{--}2 \text{ Дж/см}^2$ .

Далее в главе приведены экспериментальные методики и описаны установки для исследования ОП, ФЛ, ИКЛ, ТЛ, ЭПР, а также методика исследования термической стабильности радиационно-индуцированных дефектов. Отдельно рассмотрены инструменты и расчетные методы, используемые для моделирования пробегов ионов и температурных полей в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  при облучении мощным ИИП  $\text{C}^+/\text{H}^+$ .

В **третьей главе** представлены результаты комплексного экспериментального исследования спектров ЭПР, ОП и люминесцентных свойств термохимически окрашенных анион-дефектных монокристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , подвергнутых воздействию гамма-, бета-излучения, облучению импульсным электронным пучком и ТОО.



Спектры ЭПР необлученных термохимически окрашенных кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  содержали узкие (ширина «от пика до пика»  $\Delta H_{pp} = 15\text{--}25$  Гс) анизотропные линии поглощения. Анализ измеренных угловых зависимостей ЭПР показал, они связаны с примесями ионов  $\text{Cr}^{3+}$ .

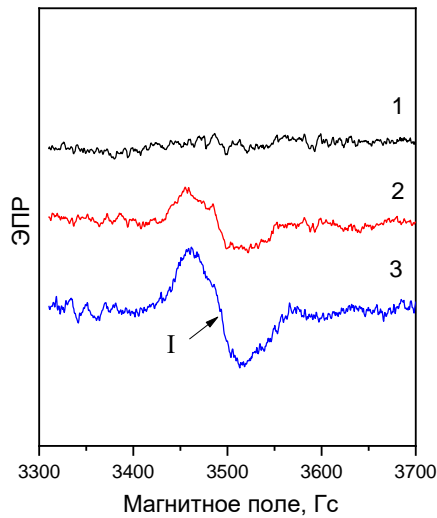


Рисунок 1 – ЭПР необлученного  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (1) и подвергнутого воздействию импульсным электронным пучком дозой 15 кГр (2) и 20 кГр (3)

кристаллографической осью  $C_3$  равен  $90^\circ$ ). Установлено, что положение ( $g = 2,008$ ) линии ЭПР (I) и ее форма полностью совпадают в образцах, облученных разными источниками. Данный результат указывает на то, что парамагнитные центры, образуемые в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  под воздействием бета-излучения, электронной бомбардировки и ТОО, имеют одинаковую природу.

Были проведены исследования радиационно-индуцированной линии ЭПР (I) с  $g = 2,008$  при различной ориентации кристалла. Результаты измерения угловых зависимостей ЭПР позволяют сделать вывод, что сигнал с  $g = 2,008$ , наблюдаемый в облученных кристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , является изотропным (его положение не зависит от ориентации кристалла во внешнем магнитном поле). Вместе с тем сигнал (I) характеризуется изменением формы, о чем свидетельствует зависимость его интегральной интенсивности от ориентации кристалла в магнитном поле. Указанная закономерность позволяет предположить, что сигнал с  $g = 2,008$  имеет сложную структуру и содержит несколько компонент.

Для определения природы радиационно-индуцированных парамагнитных дефектов параллельно с исследованием ЭПР были измерены ФЛ и ОП монокристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Для исследования оптических и люминесцентных свойств облученных кристаллов использовались те же источники и режимы излучения, при которых в спектрах ЭПР наблюдалась линия с  $g = 2,008$ .

Обнаружено, что облучение бета-источником  $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$  дозой более 10 Гр, импульсным электронным пучком и ТОО кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  при температурах 573 и 773 К приводят к образованию в них парамагнитных центров с  $g = 2,008$ . На рисунке 1 представлены спектры ЭПР кристаллов, облученных импульсным электронным пучком. Радиационно-индуцированная линия (I) с  $g$ -фактором 2,008 ( $\Delta H_{pp} = 50$  Гс) появлялась после облучения дозой 15 кГр. Увеличение дозы облучения до 20 кГр сопровождалось ростом интенсивности линии (I).

На рисунке 2 представлены нормированные спектры ЭПР кристаллов после воздействия излучением от бета-источника, электронного импульсного пучка и ТОО. Спектры измеряли при одинаковой ориентации кристаллов (угол  $\theta$  между направлением постоянного магнитного поля и

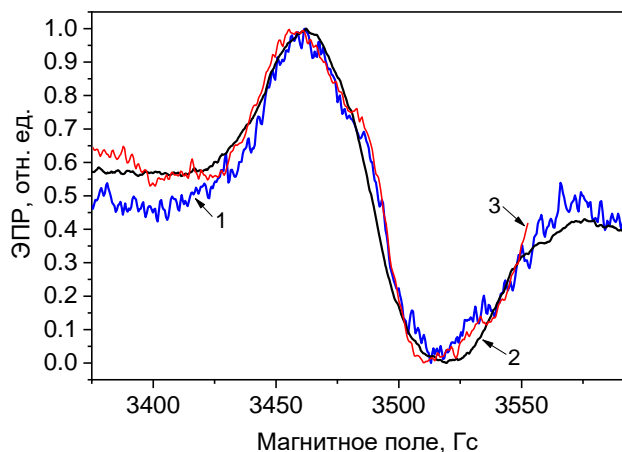


Рисунок 2 – Сравнение спектров ЭПР образцов, подвергнутых воздействию импульсного электронного пучка (1), бета-излучения (2) и ТОО (3)

Установлено, что облучение монокристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  бета-источником приводит к уменьшению ОП в полосах  $F^+$ -центров (5,4 и 4,8 эВ) и одновременному увеличению поглощения F-центров (6,0 эВ), что указывает на существование процессов взаимного преобразования данных центров. При облучении кристалла происходит захват  $F^+$ -центром электрона с превращением его в F-центр. Также обнаружен рост ОП при 3,7–4,5 эВ, который может свидетельствовать об образовании агрегатных центров  $F_2$ -типа под воздействием бета-облучения.

Для подтверждения существования процессов преобразования центров F-типа в облученных кристаллах были исследованы спектры возбуждения и свечения ФЛ. Кристаллы  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  облучались импульсным электронным пучком. Спектры ФЛ необлученных кристаллов содержат полосу свечения  $F^+$ -центров при 3,8 эВ, возбуждаемую светом с энергией фотонов 5,3 и 4,8 эВ, а также полосу ФЛ F-центров при 3,0 эВ, возбуждаемую при 5,8 эВ (Рисунок 3).

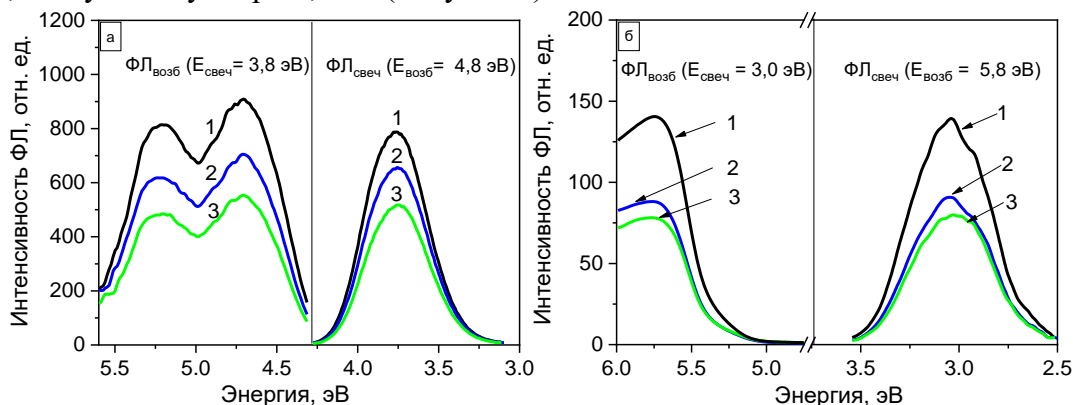


Рисунок 3 – Спектры возбуждения ( $\text{ФЛ}_{\text{возб}}$ ) и свечения ( $\text{ФЛ}_{\text{свеч}}$ ) ФЛ в полосах  $F^+$  (а) и F-центров (б) анион-дефектных монокристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ : исходный образец (1) и образец, облученный импульсным электронным пучком дозами 15 кГр (2) и 20 кГр (3)

Из рисунка 3 видно, что облучение анион-дефектного  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  импульсным электронным пучком приводит к падению интенсивности свечения ФЛ при 3,8 эВ, связанной с  $F^+$ -центрами. Данный результат указывает на уменьшение концентрации данных центров в процессе облучения, что согласуется с результатами, полученными методом ОП при облучении кристаллов бета-источником. Уменьшение концентрации  $F^+$ -центров при облучении импульсным электронным пучком нельзя объяснить одной лишь радиационно-стимулированной конверсией  $F^+$ -центров в F-центры, поскольку в спектрах возбуждения и свечения ФЛ облученных кристаллов не наблюдается рост полос, связанных с F-центрами, а наоборот регистрируется падение их интенсивности (Рисунок 3). Данные закономерности проявляются также и в спектрах возбуждения ФЛ. Уменьшение концентрации F и  $F^+$ -центров может свидетельствовать о протекании процессов агрегации и образовании более сложных дефектов ( $F_2$ -типа).

Для того чтобы достоверно обнаружить агрегатные центры  $F_2$ -типа в облученных кристаллах, были проведены дополнительные измерения ФЛ кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  до и после воздействия импульсным электронным пучком в области свечения агрегатных центров. Установлено, что облучение кристаллов электронным пучком дозой 15 кГр приводит к росту интенсивности полосы возбуждения (4,0 эВ) и свечения (2,5 эВ) ФЛ  $F_2$ -центров. Дальнейшее увеличение дозы облучения до 20 кГр вызывает падение ФЛ  $F_2$ -центров, что может свидетельствовать об их трансформации в  $F_2^+$  и  $F_2^{2+}$ -центры.

Дополнительным аргументом в пользу трансформации  $F_2$ -центров в  $F_2^{2+}$ -центры являются результаты измерения ИКЛ. В спектрах ИКЛ как исходных, так и облученных импульсным электронным пучком образцов присутствуют три полосы свечения при

3,0 эВ, 2,25 эВ и 1,78 эВ. Интенсивность узкой полосы ИКЛ при 1,78 эВ, соответствующей свечению R линии хрома (переход  ${}^2E \rightarrow {}^4A_2$ ), одинакова в необлученных и облученных кристаллах. Полоса ИКЛ при 3,0 эВ связана с излучательным переходом возбужденных F-центров в основное состояние. Поскольку F-центры в возбужденном состоянии, могут образоваться и при захвате  $F^+$ -центрами электронов, свечение при 3,0 эВ может указывать на наличие в кристаллах как одиночных F, так и  $F^+$ -центров. Облучение импульсным электронным пучком (20 кГр) приводит к уменьшению интенсивности свечения при 3,0 эВ. Следовательно, количество одиночных центров F-типа в кристаллах уменьшается после облучения, что согласуется с закономерностями, полученными ранее при измерении ФЛ (Рисунок 3). Вместе с тем облучение приводит к росту полосы люминесценции при 2,25 эВ, связанной со свечением агрегатных  $F_2^{2+}$ -центров.

На следующем этапе изучалось влияние ТОО на изменение концентрации центров  $F_2$ -типа, оцениваемое по данным ОП и ФЛ. Ранее при измерении ЭПР было обнаружено, что в результате ТОО в исследуемых кристаллах образуются парамагнитные центры с  $g = 2,008$ . На рисунке 4 представлены спектры ОП кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , подвергнутых ТОО УФ-светом при  $T = 573$  К. Видно, что такая обработка ведет к уменьшению полосы поглощения 6,0 эВ, связанной с F-центрами. В то же время наблюдается рост поглощения в полосах  $F^+$ -центров 5,4 и 4,8 эВ. Указанный эффект известен из литературных данных и объясняется  $F \rightarrow F^+$  преобразованием в результате ионизации F-центров при УФ-облучении, согласно реакции:



Помимо увеличения интенсивности полос поглощения  $F^+$ -центров, в спектрах ОП кристаллов, подвергнутых ТОО, наблюдается рост поглощения при 3,75–4,5 эВ (вставка к рисунку 4). Известно, что в указанной области находится максимум поглощения агрегатных  $F_2$ -центров (4,1 эВ) [3]. Как уже упоминалось, идентичная закономерность наблюдалась в кристаллах, облученных бета-источником. Таким образом, при ТОО также происходит процесс преобразования одиночных F-центров в их агрегаты.

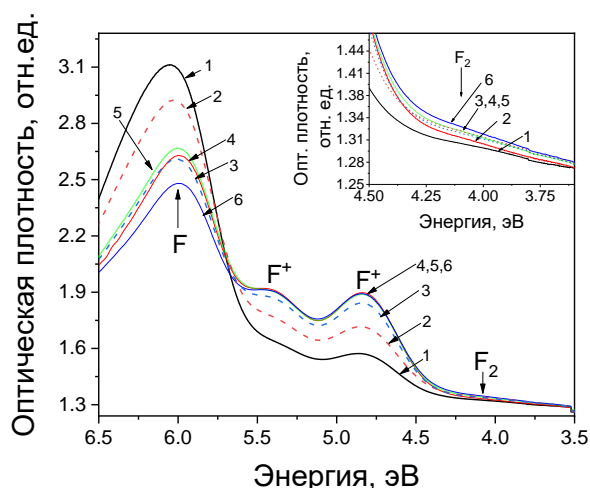


Рисунок 4 – Спектры ОП необлученных кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (1) и кристаллов, подвергнутых ТОО в течение 0,5 мин (2), 0,75 мин (3), 1 мин (4), 2 мин (5), 3 мин (6). На вставке: ОП в области 3,5–4,5 эВ.

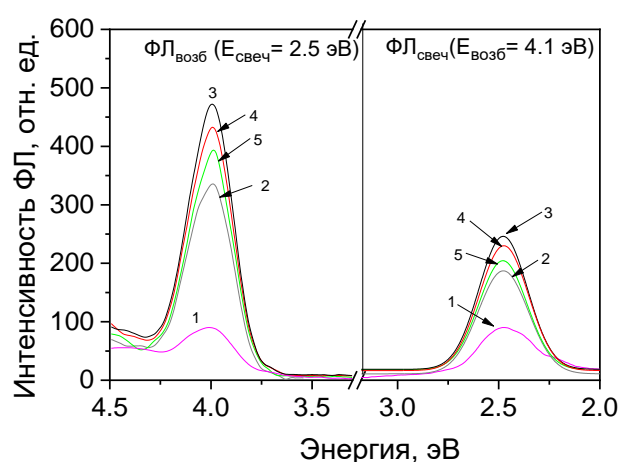


Рисунок 5 – Спектры возбуждения и свечения ФЛ в полосе  $F_2$ -центров исходных кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (1) и кристаллов, подвергнутых ТОО в течение 0,5 мин (2), 1 мин (3), 2 мин (4), 3 мин (5)

Аналогичные закономерности преобразования дефектных центров при ТОО наблюдаются при исследовании ФЛ. Были измерены спектры возбуждения и свечения

ФЛ исходных и подвергнутых термооптической обработке (0,5–3 мин) при 573 К кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . При увеличении времени облучения от 0,5 до 1 мин в спектрах ФЛ наблюдался рост полос возбуждения при 5,4 и 4,8 эВ, а также свечения ФЛ при 3,8 эВ. Указанные полосы связаны с  $F^+$ -центрами, а наблюдаемый рост интенсивности этих полос согласуется с результатами измерения оптического поглощения. При увеличении времени облучения от 1 минуты и более происходит насыщение интенсивности ФЛ  $F^+$ -центров, что может быть объяснено преобразованием данных центров в агрегатные дефекты  $F_2$ -типа. Помимо ФЛ  $F^+$ -центров, в необлученных кристаллах наблюдалась полоса ФЛ при 2,5 эВ (возбуждаемая при 4,1 эВ) которая, согласно [3] соответствует свечению  $F_2$ -центров (Рисунок 5). УФ-облучение при 573 К в течение 0,5 и 1 мин приводит к росту полосы ФЛ, связанной с агрегатными  $F_2$ -центрами. Дальнейшее увеличение длительности УФ-облучения до 2 и 3 минут сопровождается насыщением полос и даже небольшим уменьшением интенсивности свечения при 2,5 эВ и возбуждения при 4,1 эВ. Как и в случае импульсного облучения электронным пучком, уменьшение ФЛ  $F_2$ -центров может быть объяснено процессами взаимной трансформации агрегатных центров.

Таким образом, результаты измерения ОП, ФЛ и ИКЛ доказывают существование процессов преобразования одиночных F-центров в агрегатные центры  $F_2$ -типа в различных зарядовых состояниях при высокодозном бета-облучении, импульсном электронном облучении, а также ТОО. Ранее (Рисунок 2) в этих же кристаллах при аналогичных условиях облучения методом ЭПР было обнаружено образование парамагнитных центров с  $g = 2,008$ , что позволяет предположить связь их природы с агрегатными дефектами  $F_2$ -типа.

Далее в главе 3 представлены исследования термической стабильности парамагнитных центров, ответственных за радиационно-индуцированную линию (I) с  $g = 2,008$ . Исследования проводили при ступенчатом отжиге образцов на воздухе в режимах линейного нагрева и изотермической выдержки. Установлено, что изотермическая выдержка в течение 15 минут при температуре 773 К образцов, облученных бета-источником (150 Гр), приводит к уменьшению интенсивности линии поглощения ЭПР с  $g = 2,008$  более, чем вдвое (на 58 %), а при температуре 823 К — к ее полному исчезновению.

Спектры ЭПР образцов, облученных импульсным электронным пучком (20 кГр), исследовали при комнатной температуре после линейного нагрева со скоростью 2 К/с до температуры 500–973 К с шагом 100 К. Анализ результатов показывает, что интегральная интенсивность ЭПР постоянна до 523 К (Рисунок 6). Нагрев образца до 623–723 К приводит к уменьшению концентрации парамагнитных центров, а дальнейшее увеличение температуры до 773 К — к небольшому росту их концентрации. При температурах более 823 К концентрация дефектов уменьшается и падает до недетектируемого уровня при  $T = 973$  К, о чем свидетельствует исчезновение из спектра ЭПР линии (I)  $g = 2,008$ . Полученные данные о термической стабильности радиационно-индуцированных парамагнитных центров, ответственных за ЭПР линию (I), хорошо согласуются с известными данными о термической стабильности агрегатных центров  $F_2$ -типа в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , полученными оптическими методами. В работе [4] показано, что концентрация радиационно-индуцированных центров  $F_2$ -типа в облученных нейтронами кристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  меняется от температуры отжига немонотонно. Были обнаружены стадии роста концентрации агрегатных центров (500–700 К,  $F_2^{2+}$ -центры; 600–750 К,  $F_2^+$ -центры; 700–800 К,  $F_2$ -центры), за которыми следует уменьшение концентрации указанных центров в температурном интервале 800–1000 К. Исчезновение ЭПР линии (I) может быть связано с термическим разрушением данных центров.

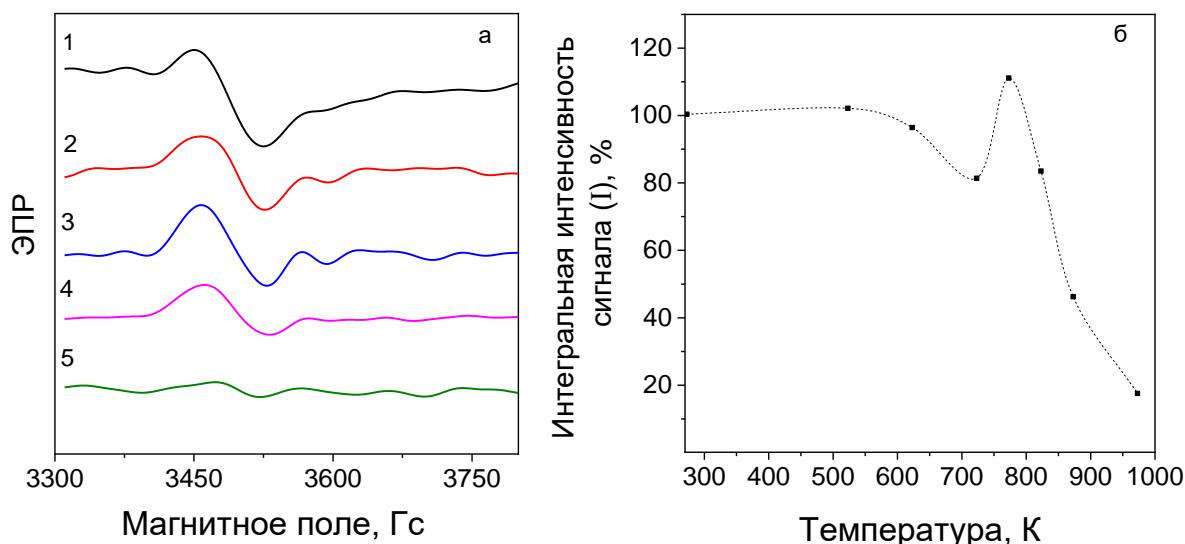


Рисунок 6 – (а) спектры ЭПР образца, облученного электронным пучком (доза 20 кГр) (1) и отожженного до 723 К (2); 773 К (3); 873 К (4); 973 К (5); (б) Зависимость интегральной интенсивности сигнала ( $I$ ) от температуры нагрева

Также в настоящей работе были обнаружены различия температурных зависимостей интегральной интенсивности ЭПР в образцах с разной структурой ТЛ кривых, что свидетельствует о наличии дополнительных процессов, способствующих уменьшению концентрации парамагнитных центров. Предполагается, что эти процессы могут быть связаны с изменением зарядового состояния парамагнитных дефектов при захвате носителей, опустошаемых из глубоких ловушек. Известно, что в анион-дефектных кристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  присутствуют электронные и дырочные ловушки, опустошающиеся при  $T = 630\text{--}750$  К и  $800\text{--}870$  К соответственно.

Исследование термической стабильности радиационно-индуцированной линии ( $I$ ) ЭПР сопровождалось параллельными измерениями спектров ФЛ. На рисунке 7 приведены спектры возбуждения и свечения ФЛ в полосах F и  $F^+$ -центров термохимически окрашенных монокристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Видно, что в спектрах ФЛ регистрируется увеличение интенсивности полос возбуждения и свечения ФЛ F-центров (Рисунок 7а) и  $F^+$ -центров (Рисунок 7б) с ростом температуры отжига до 873 К.

Рост возбуждения ФЛ и интенсивности свечения в полосах F- и  $F^+$ -центров при 723–873 К нельзя связать с опустошением глубоких ловушек и, как результат, с  $F \leftrightarrow F^+$  конверсией, поскольку наблюдается одновременное увеличение интенсивностей полос свечения и возбуждения указанных центров. Рост интенсивности в полосе возбуждения и свечения ФЛ центров F-типа свидетельствует о распаде агрегатных центров  $F_2$ -типа с образованием одиночных центров, что также подтверждается результатами измерения ФЛ. В спектрах ФЛ кристаллов, предварительно облученных бета-излучением (300 Гр), а затем отожженных при 823 К в течение 15 минут, наблюдается уменьшение интенсивности полос при 2,2 эВ и 2,4 эВ, связанных со свечением агрегатных  $F_2^{2+}$  и  $F_2$ -центров соответственно.

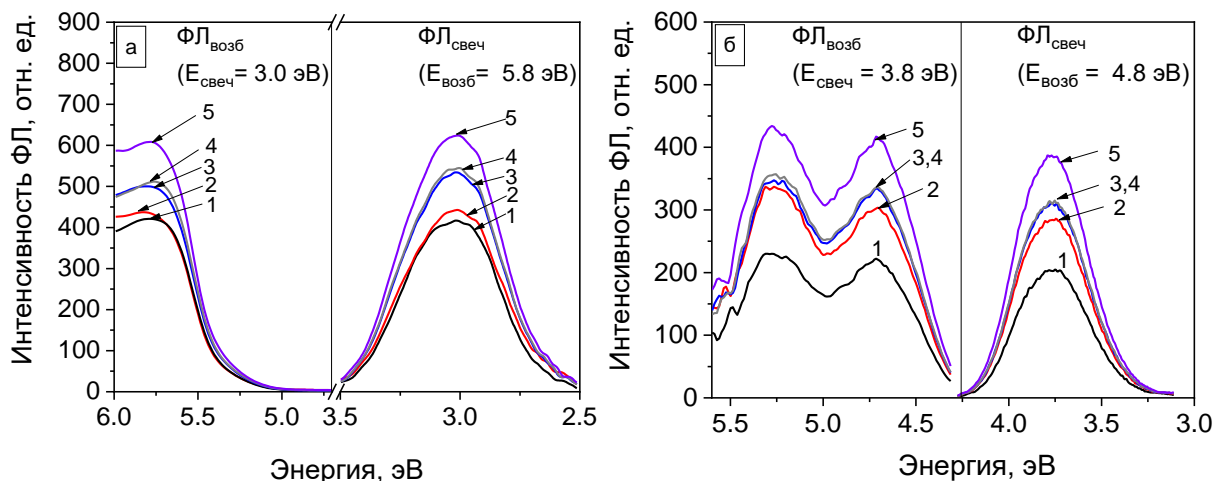


Рисунок 7 – Спектры возбуждения и свечения ФЛ в полосах F-центров (а) и F<sup>+</sup>-центров (б) монокристаллов  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, облученных импульсным электронным пучком (20 кГр) (1) и отожженных до температур 723 К (2); 773 К (3); 873 К (4); 873 К, выдержка 3 мин (5)

По результатам комплексного экспериментального исследования спектров ЭПР, ОП и люминесцентных свойств, представленным в главе 3, можно сделать следующие выводы. Высокодозное облучение бета-источником, импульсным электронным пучком и термооптическая обработка кристаллов  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с исходно высокой концентрацией кислородных вакансий приводит к появлению в спектре ЭПР линии (I) с  $g = 2,008$ . Установлено, что парамагнитные центры, связанные с данной линией, имеют идентичную природу независимо от вида облучения. Результаты параллельных с ЭПР исследований ОП и ФЛ показали, что появление линии (I) сопровождается ростом концентрации агрегатных центров F<sub>2</sub>-типа. Данный факт указывает на то, что центры F<sub>2</sub>-типа участвуют в формировании сигнала ЭПР с  $g = 2,008$ . Исследование термической стабильности обнаруженных парамагнитных центров также свидетельствует в пользу данного утверждения. Установлено, что исчезновение линии ЭПР (I) с  $g = 2,008$  наблюдается в температурном диапазоне 823–973 К, в котором происходят, по данным оптической и люминесцентной спектроскопии, процессы разрушения агрегатных центров F<sub>2</sub>-типа, сформированных в кристалле под воздействием высоких доз ионизирующего излучения. Полученные нами данные о термической стабильности парамагнитных центров с  $g = 2,008$  не позволяют отнести их к какому-либо ранее известному центру, идентифицированному в Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> методами ЭПР. Учитывая вышеприведенные рассуждения, можно сделать вывод о том, что в представленной диссертационной работе обнаружены новые, не идентифицированные ранее в  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, радиационно-индуцированные парамагнитные дефекты с  $g = 2,008$ , в формировании которых принимают участие агрегатные центры F<sub>2</sub>-типа.

В главе 3 также представлены результаты исследования других линий ЭПР, наблюдаемых в облученных термохимически окрашенных монокристаллах Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Обнаружено, что высокодозное бета- и гамма-излучение (более 200 Гр) приводит к появлению в ЭПР спектре комплексного сигнала, состоящего из линии поглощения (I) с  $g = 2,008$  и широкой ( $\Delta H_{pp} = 500$  Гс) линии (II) с  $g = 2,11$ . Исследованы угловые и дозовые зависимости ЭПР комплексного сигнала, а также его термическая стабильность. Линия (II) с  $g = 2,11$  стабильна до температуры 1200 К и полностью исчезает после отжига монокристаллов при 1300–1423 К. Согласно литературным данным, большая ширина линии (II), а также значение g-фактора, близкое к 2, может указывать на ее связь с кластерами ионов железа в зарядовых состояниях Fe<sup>3+</sup> и Fe<sup>n+</sup>.



В спектрах ЭПР образцов, подвергнутых ТОО при 573 К, наряду с линией (I) с  $g = 2,008$ , присутствует дополнительная линия поглощения (III) с  $g = 1,955$ . Обнаружено, что интенсивность линии поглощения (III) варьируется от образца к образцу и может быть связана с изолированным ионом  $\text{Cr}^{3+}$  в измененном локальном окружении. Изучаемые в настоящей работе кристаллы содержат высокую концентрацию дефектов в анионной подрешетке, которые могут изменять локальное окружение ионов  $\text{Cr}^{3+}$ .

**Четвертая глава** посвящена исследованию радиационно-индуцированных дефектов, образующихся в стехиометрических монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  при воздействии мощного импульсного пучка ионов  $\text{C}^+/\text{H}^+$  (300 кэВ) с плотностью энергии от 0,4 до 2,0 Дж/см<sup>2</sup>.

С помощью программы TRIM были проведены расчеты неупругих ( $S_e$ ) и упругих ( $S_n$ ) потерь энергии ионов  $\text{C}^+$  и  $\text{H}^+$  при прохождении через кристалл  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Значения неупругих потерь энергии в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , согласно расчетам, составляют 82 кэВ/мкм и 144 кэВ/мкм для ионов  $\text{C}^+$  и  $\text{H}^+$  соответственно. Эти значения значительно меньше порогового значения (20 МэВ/мкм), при котором происходит образование треков в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , следовательно, эффект образования треков при облучении ИИП не имеет места в исследуемых нами образцах. Также были рассчитаны средние пробеги ионов, которые составляют 0,44 мкм для ионов  $\text{C}^+$  и 1,71 мкм для ионов  $\text{H}^+$ .

Проведена оценка теплового воздействия мощного ИИП на исследуемые кристаллы путем решения одномерного уравнения для нестационарного температурного поля в пластине из  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Согласно расчетам, температура поверхности монокристалла  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  достигает точки плавления ( $T_{\text{пл}} = 2050^\circ\text{C}$ ) при  $W = 0,6$  Дж/см<sup>2</sup>, а точки испарения ( $T_{\text{исп}} = 3000^\circ\text{C}$ ) – при  $W \sim 1,0$  Дж/см<sup>2</sup>. Максимальная глубина расплава при плотности энергии ионного пучка 1,5 Дж/см<sup>2</sup> достигает 0,8 мкм. Таким образом, поверхность кристалла, облучаемая ИИП, подвергается воздействию высоких температур, что приводит к ее плавлению и испарению.

Методом рентгенодифракционного анализа была исследована кристаллическая структура образцов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  до и после облучения ИИП  $\text{C}^+/\text{H}^+$ . Дифрактограмма как необлученного кристалла, так и облученного ионным пучком  $\text{C}^+/\text{H}^+$  с плотностью энергии 1,25 Дж/см<sup>2</sup>, содержит два рефлекса при  $41,7^\circ$  и  $90,7^\circ$ , соответствующих кристаллическим плоскостям (006) и (0012). Облучение кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  ИИП не приводит к уширению рефлексов. Следовательно, облучение исследуемых кристаллов ИИП с плотностью энергии 1,25 Дж/см<sup>2</sup>, хотя и вызывает плавление поверхности образцов, не приводит к заметному изменению их кристаллической структуры, сформировавшейся при последующей рекристаллизации. Вместе с тем, на дифрактограмме облученных кристаллов возникают дополнительные малоинтенсивные рефлексы при  $39,7^\circ$  и  $85,4^\circ$ . Согласно литературным данным, появление дополнительных рефлексов, смещенных в сторону меньших углов  $2\Theta$  относительно основных, может быть связано с образованием в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  кристаллографических плоскостей с увеличенным межплоскостным расстоянием. Такие плоскости формируются атомами кристалла, смещенными вдоль траектории движения ионов.

Идентификация радиационно-индуцированных центров в облученных ИИП кристаллах осуществлялась оптическими и люминесцентными методами. На рисунке 8 приведены спектры ОП необлученных стехиометрических кристаллов и образцов, подвергнутых облучению ИИП с разной плотностью энергии. В облученных ионами кристаллах (плотность энергии пучка  $W = 0,5\text{--}1,5$  Дж/см<sup>2</sup>, рисунок 8, кривые 2–5) появляется полоса поглощения F-центров при 6,0 эВ, что свидетельствует об интенсивной генерации данных центров в монокристаллах под действием ИИП. При этом с увеличением плотности энергии ионного пучка наблюдается рост ОП F-центров. Образцы  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  располагали также вне зоны действия ионного пучка, но в области

воздействия тормозного рентгеновского излучения. Спектр ОП кристаллов, облученных тормозным рентгеновским излучением (Рисунок 8, кривая 6), практически не отличается от спектра необлученного образца (Рисунок 8, кривая 1). Данный результат подтверждает заключение о том, что кислородные вакансии в исследуемых образцах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  генерируются по ударному механизму в результате ионного облучения. На вставке рисунка 8 представлено радиационно-индуцированное оптическое поглощение (РИОП) монокристалла  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , облученного импульсным ионным пучком, рассчитанное путем вычитания из кривой оптического поглощения образца, облученного пучком ионов с  $W = 1,1 \text{ Дж/см}^2$ , кривой оптического поглощения необлученного образца. Разложение РИОП на компоненты с использованием функции Гаусса показало, что облучение импульсным ионным пучком вызывает генерацию  $F^+$ -центров (полосы ОП при 5,4 и 4,8 эВ) и агрегатных  $F_2$  (4,1 эВ),  $F_2^+$  (3,5 эВ) и  $F_2^{2+}$ -центров (2,7 эВ). В спектрах РИОП также наблюдается хвост от полосы поглощения при  $\sim 6,3 \text{ эВ}$ . На настоящий момент в литературе нет единого мнения о природе полосы поглощения при  $\sim 6,3 \text{ эВ}$ , предполагается ее принадлежность к F- или  $F^+$ -центру.

Присутствие высокой концентрации центров F-типа в облученных ионами кристаллах было подтверждено также методом ИКЛ. С ростом плотности энергии ионного пучка наблюдалось увеличение интенсивности полосы ИКЛ при 3,0 эВ, связанной с люминесценцией F-центров.

Исследованы спектры возбуждения и свечения ФЛ образцов, облученных ИИП. В облученных кристаллах регистрируются полосы ФЛ F-центров при 3,0 эВ (возбуждение при 5,8 эВ) (Рисунок 9). Установлено, что интенсивность возбуждения и свечения ФЛ F-центров растет с увеличением плотности энергии и максимальна при  $W = 1,5 \text{ Дж/см}^2$ . Данные результаты согласуются с полученными ранее результатами измерения ОП и ИКЛ и подтверждают закономерность роста концентрации F-центров с увеличением плотности энергии ионного пучка.

В облученных образцах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  была также зарегистрирована ФЛ при 3,8 эВ (Рисунок 10). Спектр возбуждения указанной полосы свечения содержит два максимума при 5,2 и 4,7 эВ. Полученные значения в целом согласуются с данными о ФЛ  $F^+$ -центров, представленных в [3], незначительный коротковолновый сдвиг ( $\sim 0,1\text{--}0,2 \text{ эВ}$ ) полос возбуждения может быть обусловлен высокой дефектностью и разупорядоченностью люминесцирующего слоя, образованного ионным облучением. Наиболее интенсивная полоса ФЛ  $F^+$ -центров (3,8 эВ) наблюдается в монокристаллах, облученных импульсным ионным пучком с  $W = 1,1 \text{ Дж/см}^2$  (Рисунок 10, кривая 4). При увеличении плотности энергии до  $1,25 \text{ Дж/см}^2$  интенсивность ФЛ  $F^+$ -центров существенно падает. Наблюдаемое уменьшение интенсивности ФЛ может свидетельствовать об образовании более сложных центров, содержащих кислородные вакансии, в частности агрегатных центров  $F_2$ -типа. В пользу предположения об образовании агрегатных центров в

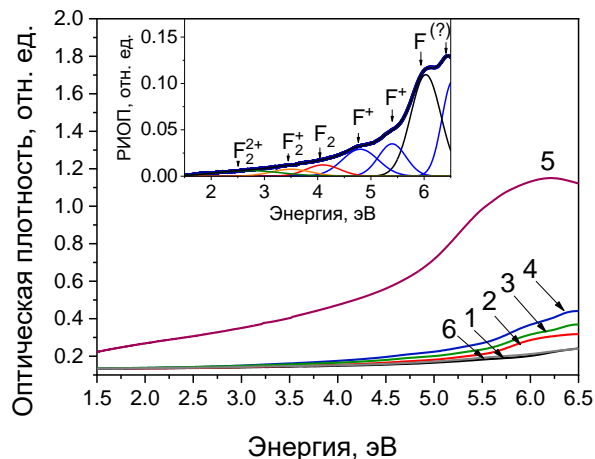


Рисунок 8 – Спектры ОП необлученных стехиометрических кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (1) и образцов, подвергнутых облучению ИИП с  $W = 0,5 \text{ Дж/см}^2$  (2),  $0,8 \text{ Дж/см}^2$  (3),  $1,1 \text{ Дж/см}^2$  (4),  $1,5 \text{ Дж/см}^2$  (5). 6 – Спектр образца  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , облученного рентгеновским излучением. На вставке: разложение РИОП кристалла, облученного ИИП с  $W = 1,1 \text{ Дж/см}^2$ , на Гауссианы



кристаллах, облученных ИИП, свидетельствуют полосы поглощения агрегатных  $F_2$  (4,1 эВ),  $F_2^+$  (3,5 эВ) и  $F_2^{2+}$ -центров (2,7 эВ), наблюдаемые в спектрах ОП (Рисунок 8).

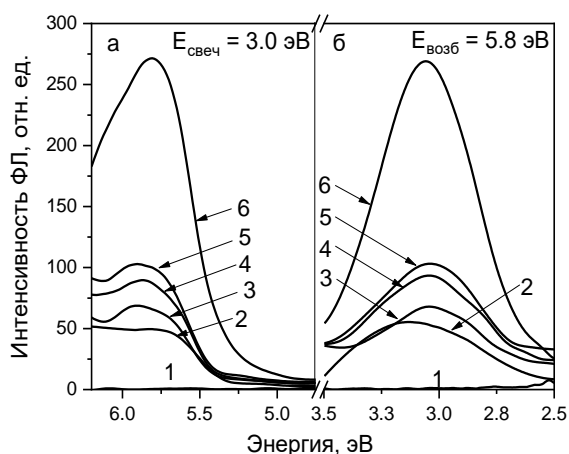


Рисунок 9 – Спектры возбуждения (а) и свечения (б) ФЛ F-центров: необлученные стехиометрические образцы  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (1) и кристаллы, подвергнутые облучению ИИП с плотностью энергии  $W = 0,4 \text{ Дж/см}^2$  (2),  $0,5 \text{ Дж/см}^2$  (3),  $0,8 \text{ Дж/см}^2$  (4),  $1,1 \text{ Дж/см}^2$  (5) и  $1,5 \text{ Дж/см}^2$  (6)

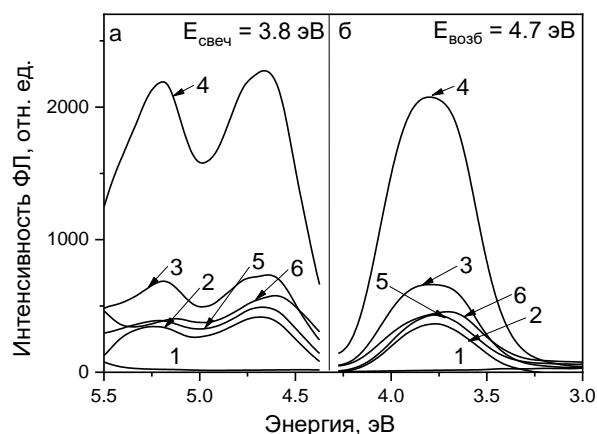


Рисунок 10 – Спектры возбуждения (а) и свечения (б) ФЛ  $F^+$ -центров: необлученные образцы  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (1) и кристаллы, подвергнутые облучению ИИП с плотностью энергии  $W = 0,5 \text{ Дж/см}^2$  (2),  $0,8 \text{ Дж/см}^2$  (3),  $1,1 \text{ Дж/см}^2$  (4),  $1,25 \text{ Дж/см}^2$  (5),  $1,5 \text{ Дж/см}^2$  (6)

Чтобы подтвердить процессы формирования агрегатных центров  $F_2$ -типа в кристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , облученных ИИП, были измерены спектры свечения ФЛ при возбуждении светом с длиной волны 4,05 эВ (полоса возбуждения  $F_2$ -центров). Полученные результаты измерения ФЛ подтверждают образование агрегатных  $F_2$ -центров в стехиометрическом  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  под воздействием ИИП  $S^+/H^+$ . В спектрах свечения ФЛ облученных кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  появляется полоса при 2,5 эВ. Интенсивность ФЛ при 2,5 эВ немонотонно зависит от плотности энергии ионного пучка и принимает максимальное значение при  $W = 1,1 \text{ Дж/см}^2$ .

В спектре ФЛ облученных ИИП монокристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  обнаружено также появление новой полосы свечения неизвестной природы при 2,85 эВ с максимумом возбуждения при 4,3 эВ. Ее интенсивность максимальна для плотности энергии  $W = 0,5 \text{ Дж/см}^2$  и уменьшается с ростом  $W$  ионного пучка.

Произведена оценка термической стабильности радиационно-индуцированных дефектов, связанных с кислородными вакансиями и образуемых в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  под воздействием ИИП. Для этого были проведены измерения ФЛ в полосах свечения и возбуждения F,  $F^+$ ,  $F_2$  центров в монокристаллах, предварительно облученных ИИП с плотностью энергии  $1,1 \text{ Дж/см}^2$  и последовательно отоженных на воздухе при температурах от 723 до 1123 К в течение 10 минут. На рисунке 11 приведены закономерности изменения интенсивностей полос свечения ФЛ радиационно-индуцированных F,  $F^+$ ,  $F_2$ -центров, а также центров неизвестной природы с  $E_{\text{свеч}} = 2,85 \text{ эВ}$  ( $E_{\text{возб}} = 4,3 \text{ эВ}$ ) от температуры отжига. Интенсивность полосы свечения ФЛ  $F^+$ -центров (3,8 эВ) монотонно падает с увеличением температуры в диапазоне от 723 до 1123 К. Интенсивность полосы свечения ФЛ F-центров (3,0 эВ) падает после отжига образцов при 723 К, затем наблюдается небольшой интервал роста интенсивности при температурах от 723 до 823 К, который сменяется дальнейшим падением ФЛ при увеличении температуры до 1123 К. Небольшое увеличение интенсивности свечения F-центров в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  при 723–823 К может быть связано с

опустошением в указанном диапазоне глубокой электронной ловушки. Электроны, освобожденные из ловушки, способствуют преобразованию  $F^+$ -центров в F-центры согласно реакции:  $F^+ + e \rightarrow F$ . Еще одной причиной роста ФЛ F-центров при  $T = 723$ –

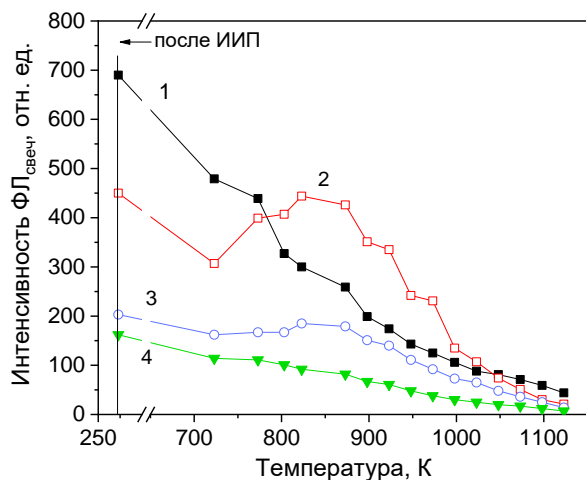


Рисунок 11 – Зависимость интенсивности свечения ФЛ от температуры отжига облученных монокристаллов  $\alpha$ - $Al_2O_3$  в полосах: (1) 3,8 эВ ( $F^+$ -центры), (2) 3,0 эВ (F-центры), (3) 2,5 эВ ( $F_2$ -центры), (4) 2,85 эВ (центры неустановленной природы)

823 К может являться распад агрегатных центров  $F_2$ -типа с образованием одиночных F-центров.

Интенсивность полосы свечения ФЛ агрегатных  $F_2$ -центров (2,5 эВ) падает с увеличением температуры отжига в интервале температур 723–1123 К, небольшое отклонение от монотонности наблюдается в области 800–900 К. Интенсивность ФЛ обнаруженного нами центра неизвестной природы, характеризующегося полосой возбуждения 4,3 эВ и свечения при 2,85 эВ, уменьшается в диапазоне температур отжига (723–1123 К), аналогичном полосам ФЛ  $F_2$ -центров (Рисунок 11). Идентичность поведения полос ФЛ неидентифицированных центров и агрегатных  $F_2$ -центров при изменении температуры позволяет высказать

предположение об участии агрегатных центров в формировании люминесценции при 2,85 эВ. Ранее свечение ФЛ при 2,8 эВ, возбуждаемое при 4,3 эВ, было обнаружено в  $\alpha$ - $Al_2O_3$  после ТОО и связывалось с  $F_2^{2+}$ -центрами [2]. Опираясь на данные работы [2] и результаты рисунка 11, можно сделать вывод о том, что ФЛ при 2,85 эВ вероятно связана с агрегатными  $F_2^{2+}$ -центрами или более сложными вакансионно-примесными комплексами.

Был проведен теоретический анализ кинетики отжига радиационно-индуцированных  $F^+$ -центров в ионно-облученном  $\alpha$ - $Al_2O_3$  на основе феноменологической теории диффузионно-контролируемой кинетики отжига одиночных электронных центров в облученных оксидах [5]. Данная теория предполагает, что при облучении в оксидах образуются дефекты Френкеля (в случае  $Al_2O_3$  это центры F-типа и межзельный кислород  $O_i$  в равных концентрациях). Отжиг радиационно-индуцированных центров F-типа при температурах  $\approx 500$ –800 К, согласно теории, возникает по причине их рекомбинации с подвижным межзельным кислородом. Центры F-типа при этом остаются неподвижными до температур 1200 К.

Для проверки пригодности рассматриваемой модели для описания термической стабильности радиационно-индуцированных дефектов в кристаллах  $\alpha$ - $Al_2O_3$ , облученных ИИП, была выбрана кривая кинетики отжига  $F^+$ -центров, имеющая монотонный вид. Аппроксимация экспериментальной зависимости ФЛ  $F^+$ -центров от температуры отжига (кривая 1, рисунок 11) осуществлялась по формуле (2) методом наименьших квадратов.

$$\frac{1}{C(T)} = 1 + 4\pi X \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E_a}{k_B T}\right) dT, \quad (2)$$

где  $C(T)$  – относительная концентрация дефектов,  $E_a$  – энергия активации,  $k_B$  – постоянная Больцмана,  $T$  – температура, коэффициент  $X = n_0 \cdot R \cdot D_0 / \beta$ , где  $n_0$  – начальная концентрация дефектов,  $R$  – радиус рекомбинации комплементарных

дефектов, приблизительно равный постоянной решетки,  $D_0$  – предэкспоненциальный множитель,  $\beta$  – скорость нагрева.

При этом в формуле (2) вместо величины  $S(T)$  использовалась нормированная интенсивность ФЛ. В результате аппроксимации были получены параметры кинетики отжига (значения энергии активации  $E_a$  и коэффициента  $X$ ), при которых теоретическая кривая наилучшим образом описывает экспериментальные данные.

Результаты аппроксимации представлены на рисунке 12. Рассчитанные при аппроксимации значения энергии активации  $E_a$  и коэффициента  $X$  равны 0,47 эВ и  $7 \cdot 10^{-1} \text{ K}^{-1}$ . Полученные значения кинетических параметров согласуются с результатами других работ, в которых анализ осуществлялся на основе данных ОП [5]. Полученное в результате аппроксимации значение энергии активации  $E_a = 0,47$  эВ полностью совпадает с энергией миграции межузельного кислорода  $O_i$ , рассчитанной для кристаллов оксида алюминия, облученных нейтронами ( $E_a = 0,47$  эВ) [5]. Определенная нами величина коэффициента  $X = 7 \cdot 10^{-1} \text{ K}^{-1}$  также близка к его значению, известному для нейтронно-облученного  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  ( $2,3 \cdot 10^{-1} \text{ K}^{-1}$ ). На основе полученных результатов можно сделать вывод о том, что отжиг радиационно-индуцированных  $F^+$ -центров, формируемых в исследуемых нами кристаллах оксида алюминия при воздействии ИИП  $S^+/H^+$ , происходит благодаря диффузии межузельных ионов кислорода  $O_i$ . Близость параметров кинетики отжига, рассчитанных в данной диссертационной работе, с параметрами, известными для нейтронно-облученных образцов, указывают на идентичность механизмов отжига радиационных  $F^+$ -центров, формируемых при облучении ИИП и нейтронами.

Экспериментальные кривые кинетики отжига  $F$ ,  $F_2$  и неидентифицированных центров по данным ФЛ (Рисунок 11) характеризуются немонотонностью, что говорит о наличии дополнительных процессов, влияющих на термическую стабильность указанных центров, не связанных с миграцией межузельного кислорода. Поэтому их термическая стабильность не анализировались в рамках феноменологической теории диффузионно-контролируемой кинетики отжига электронных центров.

Проведены исследования ТЛ монокристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , облученных ИИП  $S^+/H^+$  с разной плотностью энергии. Установлено, что увеличение плотности энергии ИИП от 0,4 до 2 Дж/см<sup>2</sup> приводит к уменьшению интенсивности ТЛ. Данный эффект может быть связан как с частичным отжигом ловушек, ответственных за ТЛ, в процессе нагрева и плавления кристалла при облучении ИИП, так и с процессами агрегации одиночных центров F-типа. Произведено разложение кривых ТЛ кристаллов, облученных импульсным ионным пучком, на элементарные пики, описываемые кинетикой ТЛ общего порядка. Полученные значения кинетических параметров показали, что ТЛ кристаллов, облученных ионным пучком с разной плотностью энергии, обусловлена одними и теми же ловушками носителей заряда.

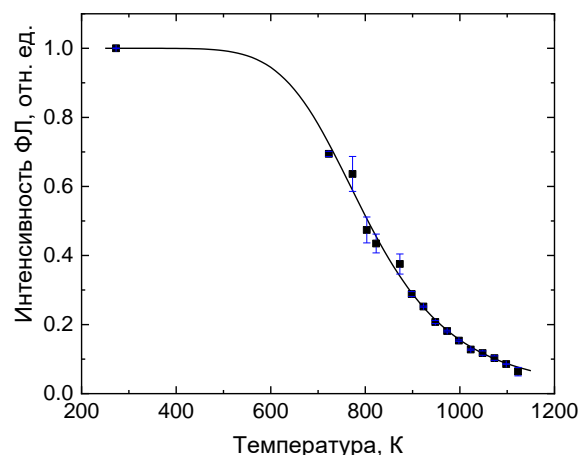


Рисунок 12 – Кинетика отжига  $F^+$ -центров по данным ФЛ в полосе 3,8 эВ в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , облученном импульсным ионным пучком ( $W = 1,1 \text{ Дж/см}^2$ ): символы – экспериментальные данные, линия – аппроксимация по формуле (2)

**Пятая глава** посвящена получению новых экспериментальных доказательств существования процесса термической ионизации возбужденных состояний F-центров путем исследования эффекта разгорания ТЛ.

Эффект разгорания ТЛ в термохимически окрашенных кристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  ранее изучался лишь в пике ТЛ при 630–750 К, соответствующем глубокой ловушке DT2 [1]. Авторы предполагали, что разгорание связано с термической ионизацией возбужденного состояния ( $^3P$ ) F-центров. Известно, что кривая ТЛ данных кристаллов содержит, кроме высокотемпературного пика при 630–750 К ловушки DT2, также пики ТЛ, связанные с опустошением глубоких ловушек при температурах 500–600 К (DT1) и 800–870 К (DT3), затухание ТЛ которых было исследовано в настоящей диссертационной работе.

Исследованы кривые затухания ТЛ глубоких ловушек, опустошаемых при температурах 500–600 К (DT1) в термохимически окрашенных монокристаллах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , облученных импульсным электронным пучком и УФ-излучением от ксеноновой лампы при комнатной температуре (Рисунок 13). Обнаружено, что эффект разгорания ТЛ в образце, облученном импульсным электронным пучком (Рисунок 13а), менее выражен в сравнении с образцом, облученным УФ-светом (Рисунок 13б). Интенсивность разгорания ТЛ после УФ-облучения максимальна при температуре изотермической выдержки 513 К, время разгорания при данной температуре составляет около 18 с.

Различие в интенсивности разгорания ТЛ после облучения импульсным электронным пучком и УФ-светом можно объяснить, если принять во внимание данные о природе пика ТЛ при 573 К. Известно, что указанный пик связан с изменением зарядового состояния ионов хрома в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , и содержит в себе как электронную, так и дырочную компоненты. В случае облучения электронным пучком за счет образования электронно-дырочных пар при межзонных переходах заполняются и электронные, и дырочные ловушки. При облучении УФ-излучением заполняются только электронные ловушки за счет ионизации F-центров. УФ облучение приводит к переходу F-центров из основного состояния  $^1S$  в возбужденное  $^1P$ . Поскольку возбужденное  $^1P$  состояние F-центров находится вблизи дна зоны проводимости, происходит их ионизация с образованием  $F^+$ -центров и свободных электронов. Такие электроны могут захватываться глубокими ловушками.

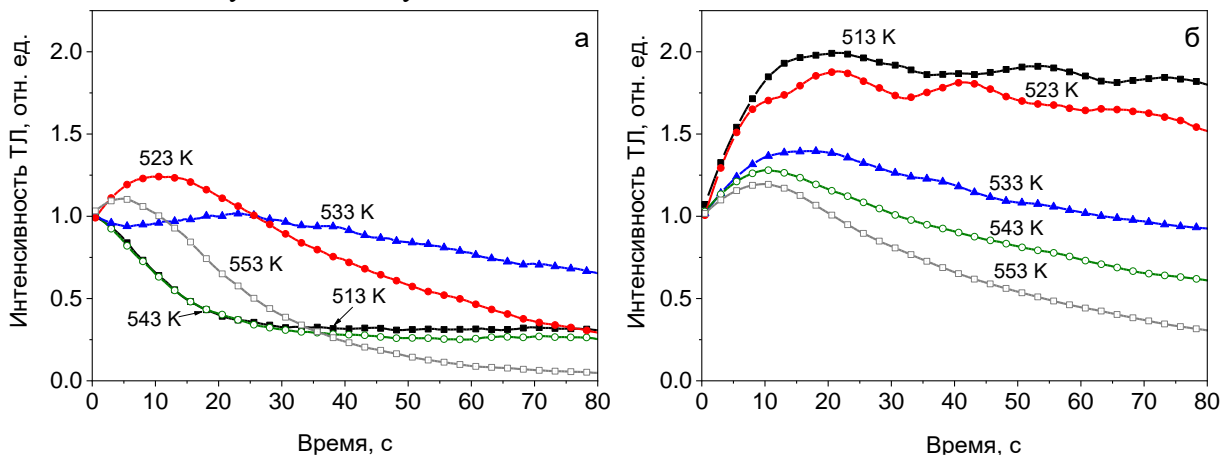
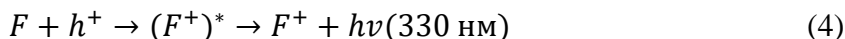


Рисунок 13 – Кривые изотермического затухания ТЛ для пика при 573 К глубоких ловушек DT1 при различных температурах для монокристаллов, облученных импульсным электронным пучком (15 кГр) (а) и УФ (б). Скорость нагрева 2 К/с.

При опустошении электронных ловушек в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  основными центрами свечения ТЛ являются F-центры, с термической ионизацией которых предположительно связан эффект разгорания ТЛ, а при опустошении дырочных ловушек —  $F^+$ -центры:





Эффект разгорания ТЛ после УФ облучения наблюдается более выражено, чем после возбуждения электронным пучком, поскольку ТЛ электронных ловушек в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  возникает в основном за счет свечения F-центров, с особенностями релаксации которых связан эффект разгорания. В монокристаллах, облученных электронным пучком, результирующая кривая затухания является суперпозицией разгорания ТЛ электронной ловушки и затухания ТЛ дырочной ловушки (Рисунок 13а). Именно поэтому при облучении электронным пучком эффект разгорания ТЛ менее выражен.

Далее в главе 5 приведены результаты исследования затухания ТЛ в пике при 800–870 К (DT3) в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  после облучения импульсным электронным пучком. Установлено, что в пике ТЛ, соответствующем глубокой ловушке DT3, эффект разгорания ТЛ не наблюдается. Известно, что при 800–870 К происходит опустошение дырочной ловушки, ТЛ которой не связана со свечением F-центров. Таким образом, отсутствие эффекта разгорания ТЛ в пике при 800–870 К является подтверждением связи эффекта разгорания ТЛ с термической ионизацией возбужденного состояния F-центров.

С целью получения прямых доказательств связи разгорания ТЛ глубоких ловушек в  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  с термической ионизацией возбужденных состояний F-центров было исследовано изотермическое затухание ТЛ при 560–580 К (DT1) в отдельных спектральных полосах. Установлено, что спектр ТЛ содержит полосы свечения F-центров (2,91 эВ),  $F_2^{2+}$  - центров (2,25 эВ) и примесных ионов  $\text{Cr}^{3+}$  (1,78 эВ) (Рисунок 14). Заметное разгорание ТЛ в пике 500–600 К, наблюдаемое в полосе свечения F-центров, а также отсутствие этого эффекта в полосах люминесценции  $F_2^{2+}$  центров и ионов хрома (Рисунок 15) является прямым доказательством связи эффекта разгорания с термической ионизацией возбужденных состояний F-центров.

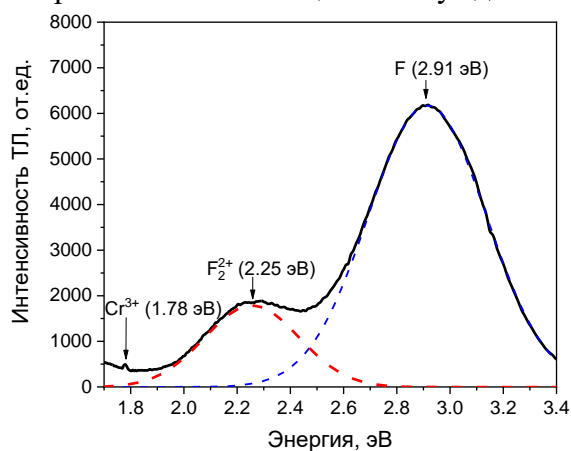


Рисунок 14 – Спектр ТЛ пика при 560–580 К (скорость нагрева 0,5 К/с) после УФ-облучения

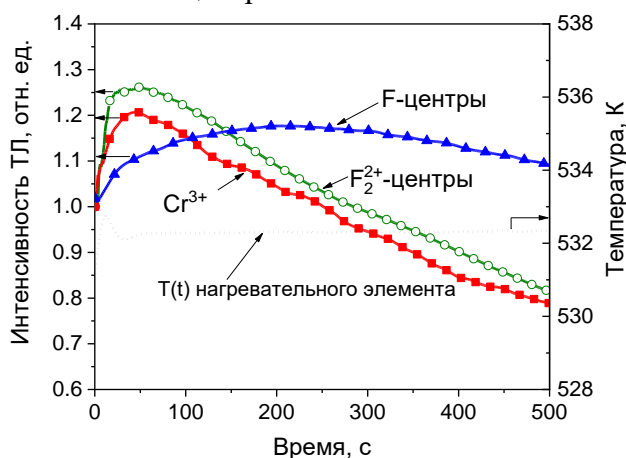


Рисунок 15 – Кривые изотермического затухания ТЛ пика DT1 (573 К) в полосах свечения F-центров,  $F_2^{2+}$ -центров и ионов  $\text{Cr}^{3+}$  после УФ-облучения

Предложена зонная схема энергетических уровней модели изотермического разгорания ТЛ с учетом термической ионизации F-центров, объясняющая рассмотренные выше экспериментальные результаты, полученные для пиков при 573 К и 800–870 К (Рисунок 16). Схема включает F-центр и  $F^+$ -центр, глубокую электронную (DET) и дырочную ловушку (DHT), обуславливающие пик ТЛ при 573 К (DT1), а также дырочную ловушку, опустошение которой приводит к появлению пика ТЛ при 800–870 К (DT3).  $F^+$ -центр изображен на схеме без учета возбужденных состояний, поскольку они не участвуют в процессах разгорания ТЛ. Переход  $P_F$  иллюстрирует процесс термической ионизации возбужденного триплетного состояния ( $^3P$ ) F-центра.

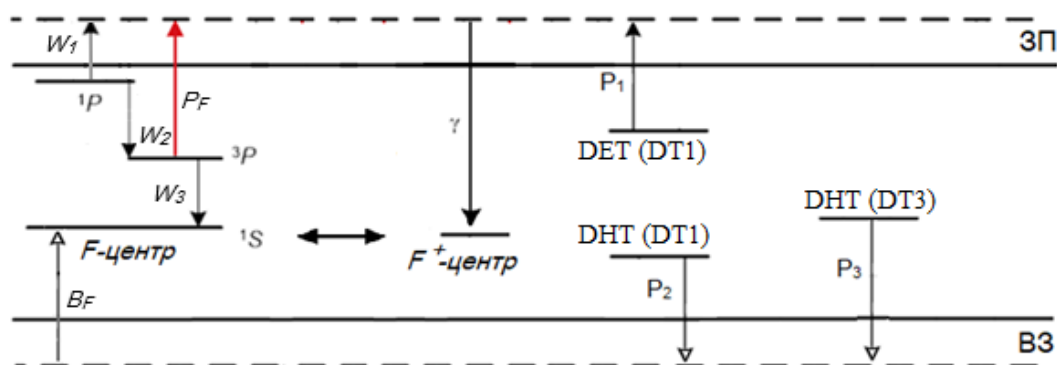


Рисунок 16 – Зонная схема энергетических уровней модели изотермического разгорания ТЛ с учетом термической ионизации F-центров

Измерение разгорания ТЛ включает в себя две стадии: линейного нагрева до определенной температуры и изотермической выдержки в течение заданного времени при этой температуре. При опустошении глубоких ловушек, ответственных за ТЛ пик при 573 К, на стадии линейного нагрева происходит одновременное опустошение электронной и дырочной ловушек, что на схеме соответствует переходам  $P_1$  и  $P_2$  соответственно. Освобожденные из DET электроны (переход  $P_1$ ) захватываются  $F^+$ -центрами (переход  $\gamma$ ) с образованием F-центров в возбужденном состоянии ( $1P$ ). Нагрев также вызывает термическую ионизацию (переход  $P_F$ ) возбужденного состояния ( $3P$ ) F-центра с образованием  $F^+$ -центров:



Термическая ионизация приводит к значительному притоку электронов в зону проводимости на стадии завершения линейного нагрева и начала изотермической выдержки. Такой избыток электронов, которые в последствии могут быть захвачены  $F^+$ -центрами с последующей люминесценцией в полосе F-центров, и является причиной разгорания ТЛ [1]. В свою очередь дырки, освобожденные из DT1 (переход  $P_2$ ), захватываются F-центрами (переход  $B_F$ ), вызывая конверсию в F-центров в  $F^+$ -центры, и не вносят вклад в разгорание ТЛ в пике при 573 К.

При формировании пика ТЛ при 800–870 К происходит освобождение дырок из ловушек DT3 (переход  $P_3$ ), которые захватываются F-центрами (переход  $B_F$ ), вызывая их конверсию в  $F^+$ -центры, с дальнейшей люминесценцией в полосе 3,8 эВ. Таким образом ТЛ ловушки при 800–870 К не связана со свечением F-центров, поэтому разгорание ТЛ в данной ловушке не наблюдается.

**В заключении** сформулированы основные результаты диссертационной работы.

1. Исследованы парамагнитные свойства термохимически окрашенных кристаллов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , подвергнутых высокодозному облучению бета-, гамма-источником, импульсным электронным пучком (130 кэВ) и термооптической обработке при 573–773 К. Методом ЭПР установлено, что при вышеуказанных типах воздействия в исследуемых образцах происходит образование парамагнитных центров с  $g = 2,008$ . Доказана идентичность природы данных центров, формируемых при различных типах облучения.

2. С ростом дозы облучения происходит увеличение концентрации парамагнитных центров с  $g = 2,008$ , которое сопровождается возрастанием интенсивности полос ОП, ФЛ и ИКЛ, связанных с агрегатными центрами  $F_2$ -типа.

3. Установлено, что радиационно-индуцированные центры с  $g = 2,008$  отжигаются в интервале температур 773–973 К. Уменьшение интегральной интенсивности линии ЭПР с  $g = 2,008$  в указанном температурном диапазоне



сопровождается ростом ФЛ одиночных F- и F<sup>+</sup>-центров, а также падением ФЛ агрегатных центров F<sub>2</sub>-типа. Исчезновение ЭПР линии поглощения с g = 2,008 после отжига при 973 К может быть связано с разрушением агрегатного дефекта F<sub>2</sub>-типа и с конверсией зарядового состояния парамагнитного центра в результате высвобождения носителей заряда из глубоких ловушек при T=773–973 К.

4. Облучение ИИП С<sup>+</sup>/Н<sup>+</sup> с энергией 300 кэВ приводит к образованию в монокристаллах α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> одиночных F- и F<sup>+</sup>-центров, а также агрегатных центров F<sub>2</sub>-типа.

5. В спектре ФЛ облученных ИИП монокристаллов α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> обнаружено появление полосы свечения при 2,85 эВ неуставленной природы с максимумом возбуждения при 4,3 эВ. Ее происхождение может быть связано с образованием агрегатных F<sub>2</sub><sup>2+</sup>-центров либо более сложных вакансионно-примесных комплексов.

6. Установлено, что термическая стабильность радиационно-индуцированных дефектов F-типа, формируемых в стехиометрических α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> под воздействием импульсного ионного пучка, сравнима с термической стабильностью тех же дефектов в нейтронно-облученных кристаллах. При этом отжиг F<sup>+</sup>-центров происходит в результате их рекомбинации с подвижными межузельными атомами кислорода O<sub>i</sub>.

7. Обнаружено, что в термохимически окрашенном α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> разгорание ТЛ в пике при 573 К наблюдается в полосе свечения F-центров и отсутствует в полосах люминесценции F<sub>2</sub><sup>2+</sup>-центров и ионов хрома. Данный результат доказывает, что эффект разгорания ТЛ связан с термической ионизацией возбужденных состояний F-центров.

8. Изотермическое разгорание ТЛ в пике при 573 К наблюдается в монокристаллах, облученных УФ-излучением, и практически отсутствует в монокристаллах, облученных электронным пучком. Это происходит по причине того, что в облученных УФ монокристаллах преимущественно заполняются электронные глубокие ловушки, а в случае импульсного облучения электронным пучком – как электронные, так и дырочные.

**Перспективным с точки зрения дальнейшей разработки темы** является моделирование экспериментальных спектров ЭПР. Это позволит выделить отдельные компоненты линии ЭПР с g = 2,008, что в свою очередь будет способствовать выяснению её природы. Также для уточнения природы радиационно-индуцированного дефекта с g = 2,008 необходимы измерения ЭПР α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при одновременной оптической стимуляции. Известно, что облучение α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> светом с определенной длиной волны способно вызывать взаимные преобразования центров F<sub>2</sub>-типа. Исследование ЭПР с временным разрешением позволит обнаружить конверсию и уточнить связь парамагнитного центра с g = 2,008 с определенным дефектом F<sub>2</sub>-типа.

## СПИСОК ОСНОВНЫХ ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

**Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ:**

1. Kortov V.S. EPR and photoluminescence study of irradiated anion-defective alumina single crystals / Kortov V.S., **Ananchenko D. V.**, Konev S.F., Pustovarov V.A. // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2017. – V. 407. – P.191–196. – 0,44 п.л./0,11 п.л. (Scopus, Web of Science).
2. Kortov V.S. Effect of annealing on EPR of irradiated anion-defective alumina single crystal / Kortov V.S., **Ananchenko D. V.**, Konev S.F. // AIP Conference Proceedings. – 2017. – V. 1886. – № 1. – P.020027. – 0,25 п.л./0,08 п.л. (Scopus, Web of Science).
3. **Ananchenko D. V.** Luminescence of sapphire single crystals irradiated with high-power ion beams / Ananchenko D. V., Nikiforov S. V., Ramazanova G.R., Batalov R.I., Bayazitov

- R.M., Novikov H.A. // *Journal of Physics: Conference Series*. – 2018. – V. 1115 – № 5. – P.052027. – 0,38 п.л./0,06 п.л. (Scopus, Web of Science).
4. **Ananchenko D. V.** ESR and luminescent properties of anion-deficient  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> single crystals after high-dose irradiation by a pulsed electron beam / Ananchenko D. V., Nikiforov S. V., Konev S.F., Ramazanov G.R. // *Optical Materials*. – 2019. – V. 90. – P.118–122. – 0,31 п.л./0,08 п.л. (Scopus, Web of Science).
  5. **Ananchenko D. V.** ESR of anion-deficient alumina single crystal after UV irradiation / Ananchenko D. V., Ramazanov G.R., Nikiforov S. V., Konev S.F. // *AIP Conference Proceedings*. – 2019. – V. 2174 – № 1. – P.020245. – 0,38 п.л./0,1 п.л. (Scopus, Web of Science).
  6. Nikiforov S. V. Validation of the model of TSL isothermal decay in dosimetric  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> crystals / Nikiforov S. V., Lushchik A., Nagirnyi V., Romet I., Ponomareva A.I., **Ananchenko D. V.**, Moiseykin E. V. // *Radiation Measurements*. – 2019. – V. 122. – P.29–33. – 0,25 п.л./0,04 п.л. (Scopus, Web of Science).
  7. **Ananchenko D. V.** Radiation-induced defects in sapphire single crystals irradiated by a pulsed ion beam / Ananchenko D. V., Nikiforov S. V., Kuzovkov V.N., Popov A.I., Ramazanov G.R., Batalov R.I., Bayazitov R.M., Novikov H.A. // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. – 2020. – V. 466 – P.1–7. – 0,5 п.л./0,06 п.л. (Scopus, Web of Science).
  8. **Ананченко Д.В.** Люминесценция дефектов F-типа и их термическая стабильность в сапфире, облученном импульсными ионными пучками / Ананченко Д.В., Никифоров С.В., Рамазанова Г.Р., Баталов Р.И., Баязитов Р.М., Новиков Г.А. // *Оптика и спектроскопия*. – 2020. – Т. 128 – № 2. – С.211-217. – 0,44 п.л./0,07 п.л.  
**Ananchenko, D. V.**, Nikiforov, S. V., Ramazanov, G. R., Batalov, R. I., Bayazitov, R. M., Novikov, H. A. Luminescence of F-type defects and their thermal stability in sapphire irradiated by pulsed ion beams // *Optics and Spectroscopy*. – 2020. – V. 128. – P. 207-213. – 0,44 п.л./0,07 п.л. (Scopus, Web of Science).

Кроме того, имеются 10 публикаций в сборниках трудов и тезисов докладов международных и всероссийских конференций.

#### ЦИТИРУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Nikiforov S. V. Isothermal build-up of deep trap thermoluminescence of anion-defective alumina crystals / Nikiforov S. V., Kortov V.S., Oduyeva L.O., Merezchnikov A.S., Ponomareva A.I., Moiseykin E. V. // *Radiation Measurements*. – 2017. – V. 106 – P.519–524.
2. Соловьев С. В. Термо-фотоиндуцированное преобразование центров люминесценции в анион-дефектных кристаллах  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / Соловьев, С. В., Мильман, И. И., Сюрдо // *Физика твердого тела*. – 2012. – Т. 54. – №. 4. – С. 683-690.
3. Evans B.D. Optical properties of lattice defects in  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> / Evans B.D., Pogatshnik G.J., Chen Y. // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. – 1994. – V. 91 – № 1–4. – P.258–262.
4. Shablonin E. Thermal annealing and transformation of dimer F centers in neutron-irradiated Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> single crystals / Shablonin E., Popov A.I., Prieditis G., Vasil'chenko E., Lushchik A. // *Journal of Nuclear Materials*. – 2021. – V. 543 – P.152600.
5. Popov A.I. Comparison of the F-type center thermal annealing in heavy-ion and neutron irradiated Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> single crystals / Popov A.I., Lushchik A., Shablonin E., Vasil'chenko E., Kotomin E.A., Moskina A.M., Kuzovkov V.N. // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. – 2018. – V. 433. – P.93–97.