

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

кандидата физико-математических наук,
старшего научного сотрудника лаборатории интеллектуальных технологий
диагностики отдела неразрушающего контроля ИФМ УрО РАН
Абашева Рината Мансуровича
на диссертацию Ананченко Дарьи Владимировны
«Радиационно-индуцированные дефекты и люминесценция монокристаллов
оксида алюминия», представленную на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук по специальности
1.3.8. Физика конденсированного состояния

1. Актуальность темы диссертации

Ряд уникальных физико-химических свойств корунда ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) – высокая твердость и температура плавления, химическая и радиационная стойкость – обуславливает его широкое применение во многих областях науки и техники. Особую ценность имеет его высокая радиационная стойкость. Благодаря стабильности своих механических и электрических свойств в широком диапазоне значений флюенсов быстрых частиц, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ широко используется в ядерной энергетике, а также в качестве материала для подложек радиационно-стойких микросхем. Поэтому изучение процессов радиационного дефектообразования в этом материале является важной проблемой. Другой причиной повышенного интереса к точечным дефектам в этом материале является их определяющая роль в формировании люминесцентных свойств $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Центры окраски, образованные в процессе выращивания, термохимического окрашивания или облучения корпускулярными видами излучений, используются для создания элементов квантовой электроники, элементов лазерных устройств и силовой оптики, накопительных люминесцентных детекторов ионизирующих излучений.

В настоящее время далеко продвинулось понимание физической природы дефектов и их роли в формировании люминесцентных свойств $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Тем не менее, в настоящее время недостаточно изучены процессы дефектообразования в кристаллах корунда стехиометрического состава при воздействии импульсных ионных пучков, которые широко используются при модификации поверхности материалов. Кроме того, существует необходимость в дополнительном рассмотрении явлений, наблюдаемых в термохимически окрашенных кристаллах $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ при термооптической обработке и облучении большими дозами ионизирующих излучений с подпороговыми энергиями. Ранее было установлено, что подобные процессы сопровождаются не только прямой и обратной конверсиями F- и F⁺-центров, но и созданием и преобразованием сложных центров. Поэтому дальнейшие исследования

люминесцентных, оптических и ЭПР- свойств стехиометрических и термохимически окрашенных кристаллов α - Al_2O_3 с различными точечными дефектами, созданными термооптической обработкой, электронным и импульсным ионным излучениями представляют интерес как с научной, так и практической точек зрения.

Целью настоящей работы является исследование закономерностей образования и отжига радиационно-индуцированных дефектов в облученных монокристаллах корунда стехиометрического и нестехиометрического составов и оценка их роли в формировании парамагнитных и люминесцентных свойств исследуемых объектов. В этом плане представленная к защите диссертация является актуальной.

2. Научная новизна диссертационной работы, ее практическая и теоретическая значимость

Наиболее значимыми пунктами научной новизны являются следующие:

1. Экспериментально установлено, что при воздействии бета-частиц $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ -источника, импульсного электронного излучения с подпороговой энергий, а также при термооптической обработке в термохимически окрашенных кристаллах α - Al_2O_3 создаются парамагнитные центры с $g = 2,008$, которые при температурах ниже 773 К являются термически стабильными.

2. На основе комплексных исследований оптических, люминесцентных и ЭПР-свойств термохимически окрашенных кристаллов α - Al_2O_3 обнаружена обратная и прямая корреляции между интенсивностью ЭПР-линии центра с $g = 2,008$ и величиной полос оптического поглощения и фотолюминесценции центров F- и F₂-типа, соответственно.

3. Показано, что импульсный ионный пучок с максимальной энергией 300 кэВ может создавать в решетке α - Al_2O_3 радиационные дефекты F- и F₂-типа; с использованием феноменологической теории диффузионно-контролируемой кинетики отжига одиночных электронных центров в облученных оксидах проведен анализ температурной заводи отжига F⁺-центров.

Теоретическая и практическая значимость заключается в том, что полученные закономерности образования и отжига радиационно-индуцированных дефектов могут быть использованы для направленной модификации оптических и люминесцентных свойств корунда, при разработке радиационно-стойких диэлектрических материалов, а также в люминесцентной и ЭПР-дозиметрии ионизирующих излучений. Более того, результаты работы расширяют представления о механизмах дефектообразования в стехиометрических и термохимически окрашенных кристаллах корунда.

3. Общая характеристика работы

Диссертация состоит из введения, пяти глав и заключения, списка сокращений и обозначений, а также библиографического списка используемой литературы из 286 наименования. Диссертация изложена на 185 страниц, включая 73 рисунка, 8 таблиц.

Во **введении** дана общая характеристика работы: обоснована актуальность темы диссертации, определены цель и задачи исследований, изложены научная новизна, теоретическая и практическая значимость полученных результатов, сформулированы защищаемые положения, приведены сведения о достоверности и апробации результатов, основных публикациях, объеме и структуре работы.

В **первой главе** приведен литературный обзор, в котором проанализированы процессы, происходящие в твердом теле при взаимодействии с ионизирующим излучением, а также механизмы образования точечных дефектов в широкозонных диэлектрических кристаллах. Отдельное внимание уделено дефектообразованию при ионном облучении. Приведены сведения о структуре, оптических и люминесцентных свойствах простых (F-типа) и сложных (Al_i^+ - и F_2^- - типа) центров в $\alpha-Al_2O_3$, об условиях их образования и термической стабильности. Представлены ЭПР-свойства радиационно-индуцированных дефектов в $\alpha-Al_2O_3$. Кроме того, рассмотрена роль центров F-типа в формировании ТЛ- свойств термохимически окрашенных кристаллов $\alpha-Al_2O_3$. Обзор является достаточно полным и дающим представление о состоянии дел в заявленной области. В конце главы сформулированы задачи исследования.

Во **второй главе** приведены характеристики объектов исследования и описаны методики их аттестации. Изложены также подходы, используемые для создания и/или преобразования простых и сложных центров в стехиометрических и термохимически окрашенных кристаллах корунда. Кратко описаны примененные в работе установки для измерения рентгеновской дифракции, спектров ЭПР, оптического поглощения, фото- и катодолюминесценции, а также экспериментальные комплексы для регистрации интегральной и спектрально-разрешенной ТЛ. Подробно представлены методы расчета пробегов ионов и температурных полей в $\alpha-Al_2O_3$ при импульсном ионном облучении.

В **третьей главе** представлены результаты комплексного исследования люминесцентных, оптических и ЭПР- свойств термохимически окрашенных кристаллов $\alpha-Al_2O_3$, подвергнутых высокодозному облучению, а также термооптической обработке. В ней показано, что в термохимически окрашенных кристаллах $\alpha-Al_2O_3$, облученных бета-частицами от $^{90}Sr/^{90}Y$ -источника и импульсным электронным излучением соответственно в

диапазоне доз 0,01-0,20 и 15-20 кГр, а также подвергнутых термооптической обработке при температуре 573 и 773 К, регистрируются парамагнитные центры с $g = 2,008$. Автором утверждается, что при указанных способах генерируется один и тот же тип парамагнитных центров, который термически стабилен вплоть до 773 К, а интенсивность его ЭПР-сигнала имеет взаимосвязь с величиной полос оптического поглощения и фотолюминесценции центров F- и F₂-типа. Кроме того, обнаружено, что облучение термохимически окрашенных кристаллов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ гамма-квантами и бета-частицами соответственно от ^{90}Co - и $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ -источников дозой более 200 Гр, а также их термооптическая обработка при 553 К приводит к появлению дополнительных ЭПР-линий с $g = 2,11$ и $g = 1,955$. В главе 3 также проанализирована природа регистрируемых ЭПР-сигналов.

В четвертой главе приведены результаты изучения радиационного дефектообразования в кристаллах $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ при воздействии мощных импульсных пучков ионов углерода и водорода с максимальной энергией 300 кэВ, длительностью импульса 100 нс и плотностью энергии от 0,4 до 2,0 Дж/см². По данным этих исследований были установлены закономерности эффективности генерации радиационных дефектов F- и F₂- типа в $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ в зависимости от подводимой плотности энергии ионного пучка. Кроме того, изучена термическая стабильность рассматриваемых дефектов. С использованием феноменологической теории диффузионного-контролируемой кинетики отжига одиночных электронных центров утверждается, что отжиг F⁺-центров происходит в результате их рекомбинации с подвижными междоузельными атомами кислорода. В главе также приводятся исследования ТЛ-свойств $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ облученных импульсным пучком ионов.

В пятой главе рассмотрен эффект изотермического разгорания/затухания термолюминесценции в ТЛ-пиках при 573 и 800-870 К, наблюдаемый в термохимически окрашенных кристаллах $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. На основе полученных данных предложена зонная схема энергетических уровней, позволяющая представить модель изотермического разгорания ТЛ с учетом термической ионизации возбужденного триплетного состояния F-центров.

В заключении приведены основные результаты работы и обозначены перспективы дальнейшей разработки темы.

4. Основные замечания и вопросы по работе

1. В разделе 3.2.2 на рисунке 3.12 приводятся спектры оптического поглощения термохимически окрашенных кристаллов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ до и после облучения бета-частицами $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ -источника дозой 150 Гр. Автор, анализируя полученные данные, делает вывод, что в процессе облучения уменьшение концентрации F⁺-центров вызвано не только F⁺ → F- конверсией, но и в

результате процесса их агрегатизации. Однако из рис. 3.12 следует, что в процессе облучения наблюдается резкое увеличение концентрации F-центров и несоразмерно малое падение концентрации F⁺-центров. Не противоречат ли полученные результаты с предложенным механизмом образования агрегатных центров?

2. В таблице 4.2 приведены результаты разложения спектра оптического поглощения образцов, облученных импульсным ионным пучком. В ней приведены полуширины полос поглощения F⁺-центров и F₂-центров в разных зарядовых состояниях. Они составляют не менее 0.7 эВ. Полученные значения полуширин существенно выше аналогичных, которые ранее были определены для нейтронно- и электронно- облученных кристаллов корунда и составляют при T=300 К для F⁺-центра и полос с максимумами 4.86 и 5.41 эВ соответственно 0.28 и 0.32 эВ, а центров F₂-типа менее 0.25 эВ. Проводилось ли сравнение полученных данных с результатами измерений ширин полос в спектрах возбуждения люминесценции F⁺-центров и F₂-центров в разных зарядовых состояниях?

3. Известно, что температура разрушения радиационных дефектов, созданных в α-Al₂O₃ при его облучении нейтронным излучением, повышается с ростом флюенса частиц. Выполнялся ли подобный анализ для радиационных дефектов F- и F₂-типа, создаваемых в α-Al₂O₃ при облучении импульсным ионным пучком? Насколько правомерно сравнение, приведенное в пункте 4.5, о близости рассчитанных в работе параметров кинетики отжига F⁺-центров, индуцированными импульсным ионным пучком, с литературными, полученными для нейтронно-облученных образцов?

4. Пятая глава по сравнению с 3 и 4 выглядит лаконично. В ней достаточно коротко обсуждается модель термической ионизации F-центр из его возбужденного триплетного состояния. Возможно, в ней следовало дополнительно провести, например, экспериментальные исследования термостимулированной экзоэлектронной эмиссии или более подробно рассчитать модель термической ионизация возбужденных состояний F-центров и сравнить с полученными экспериментальными данными.

Высказанные замечания не влияют на общую положительную характеристику работы.

Автореферат. Основное содержание диссертации и выводы полностью отражены в автореферате.

Соответствие работы научной специальности. Диссертация Ананченко Д.В. «Радиационно-индуцированные дефекты и люминесценция монокристаллов оксида алюминия» соответствует паспорту научной специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния по физико-

математической отрасли наук и требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней в УрФУ, предъявляемым к кандидатским диссертациям. Представляемая работа является завершенным квалификационным научным исследованием, выполненным на актуальную тему, обладает научной новизной и практической значимостью, а ее автор Ананченко Дарья Владимировна заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. Физика конденсированного состояния.

Официальный оппонент:

Старший научный сотрудник
лаборатории интеллектуальных
технологий диагностики Института
физики металлов УрО РАН, кандидат
физико-математических наук (01.04.07
– физика конденсированного
состояния)

Абашев
Ринат Мансурович

Подпись Абашева Р.М. удостоверяю:
Ученый секретарь
Института физики металлов УрО РАН,
кандидат физико-математических наук



Арапова
Ирина Юрьевна

620108, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, д. 18
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук.

Тел.: +7 (343) 378-35-34

E-mail: abashevrn@imp.uran.ru

18 сентября 2024 г.