



Ministry of Education and Science of the Russian Federation
Federal State Autonomous Educational Institution of Higher Education
"National Research Tomsk Polytechnic University" (TPU)
30, Lenin ave., Tomsk, 634050, Russia
Tel. (3822) 60 63 33, (3822) 70 17 79,
Fax (3822) 56 38 65, e-mail: tpu@tpu.ru, tpu.ru
ОКПО (National Classification of Enterprises and Organizations):
02069303,
Company Number: 1027000890168,
VAT / KPP (Code of Reason for Registration)
7018007264/701701001, BIC 046902001

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский
Томский политехнический университет» (ТПУ)
Ленина, пр., д. 30, г. Томск, 634050, Россия
тел.: (3822) 60 63 33, (3822) 70 17 79,
факс: (3822) 56 38 65, e-mail: tpu@tpu.ru, tpu.ru
ОКПО 02069303, ОГРН 1027000890168,
ИНН/КПП 7018007264/701701001, БИК 046902001

УТВЕРЖДАЮ:
Проректор по научной работе и инновациям
ФГАОУ ВО Национальный исследовательский
Томский политехнический университет

А.Н. Дьяченко

« 10 » 02 2016 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу Власова Максима Игоревича «Радиационно-оптические, люминесцентные и дозиметрические свойства анионодефицитного оксида алюминия в макро- и наноструктурированном состоянии», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

Защита состоится 04.03.2016 г.
на заседании совета Д 212.285.02

Актуальность темы

Кристаллы анион-дефектного корунда являются перспективным материалом для термолюминесцентной дозиметрии. Созданные на основе этого материала термолюминесцентные детекторы ионизирующих излучений ТЛД-500 в настоящее время по многим характеристикам занимают лидирующее положение в отечественной и зарубежной практике. Отличительной особенностью таких детекторов является то, что их чувствительность к ионизирующему излучению обусловлена, главным образом, не примесным составом, а собственными термически стабильными дефектами, типа F- и F⁺-центров. Исследования радиационно-оптических свойств анион-дефектного корунда выявили ряд особенностей термолюминесценции этого материала, не вытекающих из общепринятых для наиболее распространенных термолюминесцентных радиационно-чувствительных сред моделей, главными из которых являются зависимость высвечиваемой светосуммы от скорости нагрева, нелинейность дозовой характеристики, повышенная светочувствительность, падение средней энергии активации в пределах дозиметрического ТЛ пика при 450К. Важной особенностью данного материала оказалось то, что обнаружилась возможность опустошать уровни захвата носителей заряда, заполненные при облучении, с последующей люминесценцией, не только подведением тепловой энергии, но и избирательно, с помощью оптической стимуляции. Как оказалось, эти особенности люминесценции анион-дефектных кристаллов α-Al₂O₃ связаны с

присутствием в кристаллах глубоких ловушек, термическая глубина залегания которых существенно выше уровней захвата, ответственных за основной дозиметрический ТЛ пик. Например, состояния глубоких ловушек, природа которых однозначно не установлена, оказывают влияние на кинетику затухания сигнала оптически стимулированной люминесценции и на такие параметры ТЛ, как температурное положение пика, его интенсивность и форму. В частности, заполнение в ходе термооптической обработки глубокой ловушки, опустошаемой при 720 К, существенно увеличивает выход ТЛ в основном пике и приводит к появлению в нем интенсивного УФ свечения. Тем не менее, процессы ТЛ и особенно оптически стимулированной люминесценции в анион-дефектных кристаллах $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, подвергнутых термооптической обработке, изучены недостаточно и продолжение комплексных исследований в данном направлении представляется несомненно актуальным. Представляется перспективным также исследование люминесцентно-оптических свойств наноразмерного оксида алюминия и возможностей его применения в люминесцентной дозиметрии.

Исходя из изложенного, тема диссертационной работы Власова М.И., целью которой является установление роли анионного дефицита и сопутствующей ему и изменяемой термооптической обработкой дефектности в формировании люминесцентных свойств оксида алюминия в макро- и наноструктурированном состоянии, представляется **несомненно актуальной**.

Достоверность и новизна результатов.

Методика эксперимента описана во второй главе; последовательно рассмотрены вопросы, связанные с подготовкой монокристаллических образцов, разработкой защищенной патентом РФ на изобретение методики получения тонких наноструктурированных покрытий на основе оксида алюминия; описанием модифицированного с участием автора исследовательского комплекса, позволяющего проводить всесторонние исследования люминесцентных свойств облученных образцов в различных режимах термического и оптического возбуждения в интервалах температур 295÷1170 К, длин волн 200÷600 нм. Спектральный состав термо-, фото- и рентгенолюминесценции изучался с помощью спектрофлюориметра Cary Eclipse; изучение люминесценции тонких наноструктурированных покрытий с субнаносекундным временным разрешением проводилось с применением синхротронного излучения на канале SUPERLUMI (Гамбург, Германия); спектрально-кинетические характеристики импульсной катодолуминесценции изучались на установке в ТПУ (г.Томск). Для изучения структурных особенностей нанокристаллических покрытий на основе оксида алюминия использованы также рентгенофазовый анализ, электронная микроскопия, дифференциально сканирующая калориметрия и термогравиметрия. С использованием комплекса этих методик автором получен впечатляющий своим объемом массив новых данных о закономерностях изменения характеристик ТЛ и оптически стимулированной люминесценции под действием термооптической обработки в зависимости от длительности воздействия, мощностных режимов и спектрального состава оптического излучения. Представляет интерес также цикл исследований люминесцентных свойств тонких наноструктурированных покрытий, в ходе которого автору удалось получить образцы анион-дефектного наноструктурированного оксида алюминия, термолюминесцентный отклик которых оказался сравнимым с выходом

монокристаллических образцов. Представленные в работе результаты исследований хорошо продуманы, качественно и количественно проанализированы, сопоставлены, где это возможно, с результатами других авторов. По теме диссертации имеется 19 публикаций. Основное содержание диссертации изложено в 10 статьях в реферируемых российских и зарубежных периодических научных изданиях.

Новизна и достоверность результатов не вызывает сомнений.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации.

Диссертантом на защиту вынесено 4 защищаемых научных положения.

Первое защищаемое положение: «В монокристаллах $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, подвергнутых специальной термооптической обработке, фототрансфер носителей из глубокой ловушки происходит при оптической стимуляции излучением с энергией квантов более 2.5 эВ и локальными максимумами при 3.1 и 5.9 эВ одновременно на основную ловушку и на центры излучательной рекомбинации. В процессе такого фототрансфера устанавливается динамическое равновесие между степенями заполнения основной и глубокой ловушек, которое проявляется в виде медленного компонента на кривой ОСЛ».

Положение основано на результатах исследования термо- и оптически стимулированной люминесценции образцов с различной степенью заселения основной и глубокой ловушек, показывающих, в частности, возможность управления ходом кинетических кривых оптически стимулированной люминесценции термообработанных и облученных образцов температурой предварительного отжига. Положение следует считать справедливым, поскольку в нем фактически содержится констатация информации о выявленных автором закономерностях изменения люминесцентных характеристик кристаллов.

Второе защищаемое положение: «Термооптическая обработка при 670 К с применением УФ-излучения с $h\nu=3.8\text{-}4.6$ эВ создает в монокристаллах $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ дефекты, излучающие в области 3.8 эВ с $\tau = 300$ мс при 300 К. Наиболее вероятно они являются сложными, создаются преобразованием Al_i^+ -центров и отличаются от них пространственным взаиморасположением междуузельного иона алюминия и кислородной вакансии».

Идентификация структуры новых центров с указанными в защищаемом положении спектрально-кинетическими свойствами основана на выявленном автором существовании антикорреляции между выходом этих центров и центров со структурой в виде ионов алюминия, локализованных в октаэдрическом междуузлии вблизи анионной вакансии. Несмотря на некоторую неконкретность предложенной модели центров, второе защищаемое положение представляется также вполне справедливым.

Третье защищаемое положение: «Наибольшие ТЛ- и ОСЛ- выходы у тонких наноструктурированных покрытий на основе оксида алюминия, полученных испарением мишени импульсным электронным пучком в вакууме, достигаются тогда, когда в них имеется максимально возможная концентрация анионных вакансий, а в фазовом составе преобладает γ -фаза». Положение базируется на данных сравнительного рентгенофазового анализа, выявляющих в структуре дифрактограмм образцов тонких наноструктурированных покрытий с высоким ТЛ – откликом характерные для γ -фазы Al_2O_3 рефлексы. По

положению пик ТЛ тонких наноструктурированных покрытий близок к основному дозиметрическому пику детекторов ТЛД – 500; справедливость третьего защищаемого положения сомнений не вызывает.

Четвертое защищаемое положение: «В образцах тонких наноструктурированных покрытий на основе $Al_2O_{3-\delta}$, полученных испарением мишени импульсным электронным пучком, люминесцентные свойства, в том числе при термической и оптической стимуляции, определяются, как и в кристаллах $Al_2O_{3-\delta}$ излучательными переходами с участием центров F-типа». Справедливость данного научного положения вполне убедительно подтверждается данными дифференциально сканирующей калориметрии и термогравиметрии, выявляющими рост массы образцов при температурах выше 1400 К, сопровождающийся падением их ТЛ- и ОСЛ – активности.

Сформулированные в диссертации научные положения, выводы и рекомендации представляются, таким образом, достаточно надежными и вполне обоснованными.

Научная и практическая значимость работы также не вызывает сомнения. С академической точки зрения, полученные в работе результаты расширяют существующие представления о физике процессов с участием созданных в $Al_2O_{3-\delta}$ ионизирующей радиацией дефектов, протекающих при одновременном действии высокой температуры и оптического излучения видимого и ближнего УФ-диапазона. Важными представляются также результаты исследований особенностей люминесцентных явлений в анион-дефектных образцах оксида алюминия в наноструктурированном состоянии. Практическая значимость результатов работы подтверждается выдачей автору двух патентов на изобретения 1) на способ термолучевой обработки вещества ТЛ-ОСЛ детектора ионизирующих излучений на основе оксида алюминия, позволяющий значительно повысить ТЛ и ОСЛ выходы; 2) на способ получения тонкослойного, основанного на эффектах термически и/или оптически стимулированной люминесценции детектора заряженных частиц ядерных излучений на основе оксида алюминия.

По содержанию работы имеются следующие вопросы и замечания:

1. Измерения мощности излучения для оптических систем на основе ламп ДРТ-240 и ДДС-30 проводились с помощью измерителя средней мощности и энергии лазерного излучения ИМО-2Н. Использование этого прибора требует проведения тщательной калибровки, описание которой в работе отсутствует, поскольку абсолютные измерения с помощью ИМО-2Н могут проводиться только для пучка лучей с угловой расходимостью не более 1° .
2. Кривые затухания оптически стимулированной люминесценции описаны экспоненциальной зависимостью от времени. Методика и примеры графического разложения кривых на экспоненциальные составляющие не приводятся. В то же время, ни одна из представленных в полулогарифмических координатах кривых на рисунках 3.4, 3.7÷3.10 не демонстрирует явно возможности такого описания.
3. В диссертации не приводятся описания методик допирования тонких наноструктурированных покрытий 1% Fe и определения содержания железа (в каких долях, - массовых или молярных?).

Высказанные замечания не затрагивают защищаемых автором положений и не снижают в целом высокой оценки диссертационной работы.

Общая оценка работы

Работа состоит из введения, пяти глав, заключения и списка цитируемой литературы; изложена на 182 страницах машинописного текста и содержит 12 таблиц, 69 рисунков и библиографический список из 137 наименований. В конце каждой главы сделаны выводы. Диссертационная работа Власова Максима Игоревича посвящена исследованию влияния дефектности на люминесцентные свойства анион-дефектного оксида алюминия в макро- и наноструктурированном состоянии. Результаты исследования отличаются новизной и достоверностью, они надежно апробированы публикациями в ведущих рецензируемых отечественных и зарубежных журналах.

Тема исследования диссертационной работы Власова М.И. «Радиационно-оптические, люминесцентные и дозиметрические свойства анионодефицитного оксида алюминия в макро- и наноструктурированном состоянии» полностью соответствует специальности 01.04.07 - физика конденсированного состояния, так как основой диссертации является экспериментальное исследование термически- и оптически стимулированных процессов в радиационно-облученных кристаллах анион-дефектного корунда и полученных на его основе наноструктурированных покрытий.

Оценивая работу в целом, следует отметить высокий научно-методический уровень ее выполнения, большое число важных новых результатов, высокую практическую значимость.

Результаты работы изложены в диссертации полно и хорошо иллюстрированы графическими материалами. В ней ясно сформулированы цели исследования и достигнутые результаты. Автореферат в достаточной мере отражает содержание диссертации.

Диссертационная работа «Радиационно-оптические, люминесцентные и дозиметрические свойства анионодефицитного оксида алюминия в макро- и наноструктурированном состоянии» полностью удовлетворяет требованиям ВАК РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Власов Максим Игоревич заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук.

Диссертационная работа Власова М.И. и отзыв о ней обсуждены на научном семинаре кафедры лазерной и световой техники ФГАОУ ВО Национальный исследовательский Томский политехнический университет, протокол № 219 от 08.02.2016г.

Председатель семинара,
д.ф.-м.н., профессор кафедры
лазерной и световой техники

Лисицын
Виктор Михайлович

Секретарь семинара,
к.ф.-м.н., доцент кафедры
лазерной и световой техники

Полисадова
Елена Федоровна

Заведующий кафедрой
лазерной и световой техники

Яковлев
Алексей Николаевич