ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу
Абашева Рината Мансуровича
«Высокотемпературная термолюминесценция кристаллов анионодефицитного корунда и ее связь с собственными и примесными дефектами»,
представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук
по специальности 01.04.07–Физика конденсированного состояния

Актуальность темы. В настоящее время существует много областей науки и техники, где применяются источники ионизирующих излучений. Их используют в промышленности, в том числе оборонной, медицине, в различных приборах и измерителях и т.д. В ранних применениях источники ионизирующих излучений были низкодозными, однако с развитием атомной промышленности стали разрабатывать и применять все более мощные источники, включая импульсные с микро-, нано- и пикосекундной длительностью импульсов. Их использование повлекло за собой развитие высокодозной дозиметрии, а также совершенствование и разработку специальных детекторов. Анион-дефектный α-Al_2O_3 и высокочувствительные термолюминесцентные детекторы ТЛД-500 на их основе уже нашли широкое применение в индивидуальной дозиметрии ионизирующих излучений с диапазоном доз от долей микрогрея до десятка грей. Автором рецензируемой работы обнаружено, что если дозы превышают несколько десятков грей, то на кривых термолюминесценции можно наблюдать пики в области повышенных температур. Здесь уже начинают сказываться эффекты, мешающие считыванию дозиметрической информации. Поэтому необходимо понимать все процессы, протекающие в веществе при высокодозном облучении.

Целью диссертационной работы Абашева Рината Мансуровича является поиск в кристаллах α-Al_2O_3 связи между особенностями термолюминесценции в области 300-1000К и преобразованием простых и сложных центров собственного и примесного типа, вызванными высокодозным непрерывным и импульсным облучением.

Работа является актуальной и важной с научной и практической точек зрения.

Анализ содержания диссертации. Диссертация состоит из введения, четырех глав и заключения, библиографического списка используемой литературы из 181 наименования. Диссертация изложена на 185 страницах, включая 57 рисунков, 7 таблиц.

Во введении дается краткое обоснование выбора темы диссертации, ее актуальность, степень разработанности темы исследования, сформулирована цель, задачи исследований, изложены положения, выносимые на защиту. Отмечена научная новизна и практическая значимость, апробация результатов и личный вклад автора в работу.

В первой главе приводятся общие данные о α-Al_2O_3 и его применении, рассмотрены центры люминесценции в анион-дефектном α-Al_2O_3 и особенности их свечения. Особое

внимание уделено данным по термолюминесценции α-$Al_2O_{3-\delta}$ в интервале 300-1000 K. В данной главе достаточно полно приведены имеющиеся литературные данные, касательно тематики исследований, анализ которых снабжен выводами.

Вторая глава посвящена описанию объектов, аппаратуры, методов и методик исследований. В качестве объектов исследования выступали монокристаллические образцы анионодефицитного корунда. Приведено описание комплекса для исследования термолюминесценции и оптически стимулированной люминесценции, а также оборудования для измерения спектров оптического поглощения, фото-, рентгено- и катодолюминесценции. Подробно описаны методы и методики измерений, включая методику оценки равномерности распределения анионных вакансий в объеме исследуемых образцов и методику проведения пошагового отжига. В конце главы сформулированы выводы.

В третьей главе представлены результаты по исследованию высокотемпературной термолюминесценции и оптически стимулированной люминесценции при сильном облучении объектов исследования. Здесь показано, что после высокодозного рентгеновского или электронного облучения на кривых термовысвечивания регистрируется высокотемпературный пик при 830 K наряду с основным и хромовым пиками. В результате исследования обнаружено, что данный пик наблюдается в 40-60% случаев. Приведены дозовые зависимости при облучении анион-дефектного α-Al_2O_3 непрерывными и импульсными рентгеновскими и электронными излучениями. Обнаружено свечение с максимумом при 4,1 эВ в спектре ТЛ пика при 830 K. Все полученные результаты обосновываются, в конце главы приводятся основные выводы.

Четвертая глава посвящена комплексному изучению роли собственных и примесных дефектов в формировании высокотемпературной термолюминесценции α-$Al_2O_{3-\delta}$. Проведены исследования термолюминесценции для образцов с ТЛ-пиком при 830 K и без него в диапазоне 300-1000 K, изменений концентраций активных центров и их фотолюминесценции в зависимости от температуры пошагового отжига, а также изучение термостимулированных изменений ТЛ-спектров в основном пике при 450 K. В результате этих исследований были установлены закономерности с участием дефектов. В главе приводятся исследования по возможной корреляции ТЛ-выхода в пике при 830 K с содержанием и преобразованием дефектов собственной и примесной природы. Здесь же предложены физическая и математическая модели для описания рекомбинационных процессов с участием F-центров, которые апробированы для кинетик затухания люминесценции F-центров и изменений ее выхода при пошаговом отжиге сильно облученных образцов с ТЛ-пиком при 830 K и без него. В конце главы приводятся основные результаты и выводы.

Новизна полученных результатов.

Изучен механизм возникновения высокотемпературной термолюминесценции, инициированной высокодозным облучением кристаллов анионодефицитного корунда.

Степень обоснованности и достоверности научных положений, выводов и рекомендаций.

На защиту автор выносит 4 защищаемых положения.

Первое защищаемое положение. «ТЛ-выход в основном пике при 450 К у образцов α-$Al_2O_{3-\delta}$ и детекторов ТЛД-500 пропорционален средней концентрации анионных вакансий, определяемой усреднением суммарных концентраций F^+- и F-центров.»

Данное положение обосновывается во второй главе диссертационной работы, в которой приводится методика оценки равномерности распределения анионных вакансий, включающая измерение оптического поглощения в полосах F^+- и F-центров, определение их суммарной концентрации в точке измерения и построение соответствующих диаграмм. Полученные данные обосновываются на базе экспериментальных результатов.

Второе защищаемое положение. «С ростом дозы облучения кристаллов α-$Al_2O_{3-\delta}$ идет последовательное заполнение ловушек, обуславливающих пики ТЛ при 450, 580 и 830 К, а вид дозовых зависимостей для ТЛ-выходов в указанных пиках и их насыщение связаны с время-импульсными и мощностными параметрами излучений.»

Второе положение основывается на результатах, изложенных в третьей главе диссертационной работы. Абашевым Р.М. подробно исследованы и продемонстрированы дозовые зависимости при облучении кристаллов α-$Al_2O_{3-\delta}$ непрерывными и импульсными рентгеновскими и электронными излучениями в диапазоне доз 0,3-10^7 Гр. Достоверность результатов подтверждается отсутствием противоречий с известными представлениями.

Третье защищаемое положение. «ТЛ-выход в пике при 830 К антибатен содержанию примеси титана в образцах α-$Al_2O_{3-\delta}$, в его спектре свечения имеется одна широкая УФ-полоса с $h\nu_{em}$=4.1 эВ и H=0.86 эВ, спектр опустошения обуславливающей его ловушки содержит УФ-полосу с $h\nu_m$=5.2 эВ и H=1.6 эВ, излучения из которой не инициируют трансфер носителей заряда на другие более мелкие ловушки, включая основную, однако ее наличие существенно усложняет кинетики ОСЛ.»

Данное защищаемое положение базируется на данных третьей и четвертой глав настоящей работы. Проведенные исследования не противоречат общепринятым и известным представлениям.

Четвертое защищаемое положение. «Характер изменений при пошаговом отжиге концентраций простых (F-, F^+) и сложных центров (Al_i^+, F_2^+ и др.), их ФЛ-выходов, спектров ТЛ в области основного пика при 450 К и приобретенной ТЛ-чувствительности связан с особенностями кривых термовысвечивания у α-$Al_2O_{3-\delta}$, а в диапазоне 800-1000 К – с отсутствием или наличием ТЛ-пика при 830 К, ход термостимулированных процессов определяется не только опустошением электронных и дырочных ловушек с

сопутствующими $F^+ \rightarrow F$- и $F \rightarrow F^+$-видами конверсии, но и созданием и преобразованием сложных центров.»

Четвертое защищаемое положение обосновывается в четвертой главе на базе комплексных исследований высокотемпературной термолюминесценции объектов исследования с участием собственных и примесных дефектов.

На протяжении всей диссертации автор использует известные научные методы обоснования полученных результатов. Достоверность полученных экспериментальных данных, научных положений и выводов обеспечиваются корректностью постановки цели работы, решаемых задач, их физической обоснованностью, хорошим уровнем экспериментальных исследований с применением современных методов. Кроме того достоверность обеспечивается непротиворечивостью полученных результатов существующим представлениям по исследованию материалов на основе корунда.

Практическая значимость работы. На основе полученных результатов запатентован способ измерения высоких и сверхвысоких доз, накопленных в термолюминесцентных детекторах на основе α-$Al_2O_{3-\delta}$, в том числе при облучении в условиях повышенных температур окружающей среды. Предложена и запатентована конструкция фотоэлектрического модуля космического базирования с покрытием из α-$Al_2O_{3-\delta}$, позволяющего преобразовывать в электрическую энергию не только солнечную, но и энергию ионизирующих излучений. Изучение ОСЛ в сильно облученном α-$Al_2O_{3-\delta}$ без ТЛ-пика при 830 K показало, что сокращается и упрощается процедура обнуления накопленной дозиметрической информации. На основе этого получен патент на полезную модель – устройство для измерения аварийных доз облучения. Таким образом, результаты работы несут большую практическую ценность.

По работе сделаны следующие замечания.

1. В п. 1.3.1 главы 1 приводится топограмма зависимости интенсивности термолюминесценции от температуры и энергии квантов кристалла α-$Al_2O_{3-\delta}$ из литературных данных (рисунок 1.1). В тексте идет обсуждение и идентификация спектров, в том числе для полосы свечения при 1,8 эВ, хотя топограмма по шкале энергий начинается с 2,0 эВ.
2. На с. 43 главы 2 приводятся топограммы распределения концентрации анионных вакансий у четырех образцов α-$Al_2O_{3-\delta}$ с разными ТЛ-выходами в основном пике (рисунок 2.1). Здесь же приводится таблица 2.1 с результатами вычисления параметров, численно характеризующих распределение. В тексте диссертации написано, что «из таблицы 2.1 и рисунка 2.1 видно, что в рассматриваемой выборке анионные вакансии наиболее равномерно распределены в объеме образца №2 со средним ТЛ-выходом в основном пике». Однако из рисунка 2.1 четко видно, что

анионные вакансии наиболее равномерно распределены у 4-го образца с высоким ТЛ-выходом.

3. В п. 2.3.2 главы 2 приводится методика проведения пошагового отжига образцов. Автором был изготовлен нагревательный модуль, позволяющий реализовывать линейный нагрев и выполнена проверка его градуировки по температуре, о чем упоминалось в пункте «Личный вклад автора». В данном пункте приводится распределение температурного поля на поверхности образца и зависимости показаний нагревательного модуля и температуры образца от времени в ходе линейного нагрева. На мой взгляд, в данном пункте не хватает графика, отражающего именно проведение калибровки нагревательного модуля, о которой упоминает автор.
4. В главе 3 на рисунке 3.6 приводятся дозовые зависимости светосумм в пике ТЛ при 450 K и 580 K у образца α-$Al_2O_{3-\delta}$, облученного импульсным рентгеновским и электронным излучением. Автор, анализируя данные зависимости, говорит о двух линейных участках и о наступлении насыщения при дозах ~ 10^3 Гр. Однако, по крайней мере, для двух выбранных мощностей доз у соответствующих дозовых зависимостей образцов участки насыщения не видны (рис. 3.6б, кривые 1 и 2).
5. В главе 4 на рисунке 4.19 приводится зависимость ТЛ-выхода в пике при 830 K от концентрации примеси титана. Автор, анализируя полученные данные, говорит о тушащей роли примеси титана в формировании высокотемпературного ТЛ-пика. В таблице 4.1 приводятся результаты рентгенофлуоресцентного элементного анализа, из которого видно, что концентрация примеси хрома мала, а концентрация примеси титана еще меньше. Какова же природа тушения в данных образцах?
6. Общие замечание по всей диссертационной работе. Во-первых, в диссертации список литературы располагается на 18 страницах и имеет 181 наименование. Похвально, что автор изучил литературу по тематике исследования, но все-таки иногда достаточно указать ссылку на одну работу, а не как, например, делает автор «в части работ ([66] и ссылки на нее [40,67,68])»; Во-вторых, автор забыл указать некоторые данные, например, на с. 37 не указана ссылка на работу, на рис. 4.22 не указана 6 зависимость. В-третьих, одним символом δ указаны разные величины – дефицит кислорода и интервал регистрации. В-четвертых, в подписях к некоторым рисункам указана одна температура, а в тексте приводится другая, например, на рис. 3.9 указана температура 700 K, а в тексте речь идет о 720 K или на рис. 3.19 указана температура 450 K, а в тексте указана температура 460 K. В-пятых, на некоторых рисунках встречаются подписи к осям на английском языке (например, рис. 1.3, 1.4, 3.21).

Высказанные замечания не влияют на общую положительную характеристику работы. Диссертационная работа Абашева Рината Мансуровича актуальна, отличается новизной, содержит фундаментальные и практически значимые результаты, детальный анализ экспериментальных данных и вносит вклад в радиационную физику детекторных

материалов. В целом работа выполнена на высоком научном и профессиональном уровне, результаты апробированы на 7 конференциях и опубликованы в 10 статьях в рецензируемых журналах согласно перечню ВАК РФ.

Автореферат соответствует содержанию диссертации.

Диссертация соответствует п.п. 4-7 паспорта специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Считаю, что диссертационная работа Абашева Рината Мансуровича «Высокотемпературная термолюминесценция кристаллов анионодефицитного корунда и ее связь с собственными и примесными дефектами», представленная на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния, соответствует всем требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Абашев Ринат Мансурович заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Старший научный сотрудник
лаборатории квантовой электроники
Института электрофизики УрО РАН, Спирина А.В.
к.ф.-м.н., 01.04.07 –
физика конденсированного состояния

Подпись Спириной А.В. удостоверяю:
Ученый секретарь
Института электрофизики УрО РАН, Кокорина Е.Е.
к.ф.-м.н.

15 ноября 2018 г.

Спирина Альфия Виликовна
620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 106
E-mail: rasuleva@iep.uran.ru
Полное название организации: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук
раб. тел.: +7(343)267-87-79