

На правах рукописи



Жук Клавдия Владимировна

**ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ
ОТКЛИК ЛАЗЕРНО-СТРУКТУРИРОВАННОГО
ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО И
МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО α -Al₂O₃**

Специальность 2.2.6 - Оптические и оптико-электронные
приборы и комплексы

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Томск 2023

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники», (ТУСУР)

Научный руководитель: **Смирнов Серафим Всеволодович,**
доктор технических наук, профессор, профессор каф. Физической электроники, ТУСУР

Официальные оппоненты: **Градобоев Александр Васильевич,**
доктор технических наук, профессор, ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» (НИ ТПУ), г. Томск

Величко Александр Андреевич,
доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВО Новосибирский государственный технический университет (НГТУ), г. Новосибирск

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки **Институт физики им. Л.В. Киренского Сибирского отделения Российской академии наук (ИФ СО РАН),** г. Красноярск

Защита диссертации состоится 19 декабря 2023 г. в 11 часов 30 минут на заседании диссертационного совета 24.2.415.01, созданного на базе ФГБОУ ВО «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники» по адресу: 634050, г. Томск, пр. Ленина, 40, ауд. 201.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ТУСУРа и на сайте <https://postgraduate.tusur.ru/urls/i716ec4k>.

Автореферат разослан «___» октября 2023 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета 24.2.415.01
доктор физ.-мат. наук

 А.Е. Мандель

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

На сегодняшний день в мире наблюдается активное развитие ядерной энергетики и широкое внедрение источников ионизирующих излучений практически во все сферы человеческой деятельности, что наряду с несомненной практической пользой создает потенциальную угрозу радиационной опасности и, как следствие, вызывает необходимость обнаружения и измерения такого рода излучений в целях сохранения безопасности человека и окружающей среды [1]. Эта задача решается посредством дозиметрии, которая представляет собой совокупность методов измерения и/или расчета дозы ионизирующего излучения. Для обнаружения и регистрации ионизирующих излучений используются термолюминесцентные твердотельные дозиметры ультрафиолетового и ионизирующего излучения на основе анион-дефектных монокристаллов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, такие как ТЛД-500, которые находят широкое применение для индивидуальной дозиметрии персонала АЭС, медицинских учреждений и лабораторных исследований, а также для радиационного мониторинга окружающей среды, контроля загрязнений воды и т.д. Детекторы ТЛД-500 представляют собой полупрозрачные таблетки на основе оксида алюминия и предназначены для использования в качестве первичного преобразователя в приборах термолюминесцентной дозиметрии для измерения поглощенной (эквивалентной) дозы гамма- и рентгеновского излучения. Накопленная энергия при нагревании детектора освобождается в виде светового излучения, которое регистрируется электронным устройством [2].

В качестве чувствительного вещества детектора термолюминесцентных дозиметров (ТЛД) используются твердые полупроводниковые и диэлектрические материалы. Широко распространенным диэлектрическим материалом для изготовления ТЛД является оксид алюминия ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), который обладает достаточно удачным сочетанием физико-химических свойств, таких как высокая твердость и прочность, оптическая прозрачность от УФ до ИК диапазона, высокие значения химической стойкости к агрессивным средам, но, кроме того, данный материал имеет такие важные для изготовления ТЛД свойства, как высокая температура пика люминесценции, спектральный диапазон люминесценции

(400 – 500 нм) и возможность его многократного использования после восстановительного отжига.

Основным недостатком детекторов типа ТЛД-500 является их низкая чувствительность. И весьма актуальной на сегодняшний день является задача повышения выхода термолюминесценции дозиметра ввиду постоянного расширения сферы применения человечеством радиационных технологий и усиления контроля за радиационной ситуацией объектов и экологией окружающей среды. Интегральный выход термолюминесценции обусловлен высокой концентрацией кислородных вакансий и F-центров в структуре дозиметрического материала, которую можно получить с помощью электрофизических методов, таких как электронная обработка, ионная, плазменная и др. В данной работе с целью создания высокой концентрации кислородных вакансий и F-центров в структуре дозиметрических материалов на основе моно- и поликристаллического оксида алюминия ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) проводится лазерная обработка их поверхности, которая по сравнению с другими электрофизическими методами обработки обладает такими преимуществами, как высокая скорость обработки, большая глубина проникновения луча в материал, отсутствие необходимости создания специальной атмосферы, а также относительная дешевизна. Результатом лазерной обработки поверхности дозиметрических материалов является ее модификация, способствующая изменению структуры приповерхностного слоя и, как следствие, образованию дефектов, вызывающих изменение некоторых свойств материала, исследование которых вызывает большой интерес.

Степень разработанности темы. Вопросу исследования явления термолюминесценции ионных кристаллов посвящены работы Рэндалла Д.Т. и Уилкинса М.Х.Ф. [3,4].

Методы радиационных измерений с использованием твердотельных дозиметров ионизирующих излучений, и повышение их чувствительности рассмотрены в работах Никифорова С.В., Кортова В.С., Мильмана С.В., Алукер Н.Л. и других [5-7].

Процессы модификации поверхности кристаллических материалов электрофизическими методами, а также процессы дефектообразования при электронной, ионной и лазерной обработке, рассматриваются в работах Бункина Ф.В., Введеннова А.А. Смирнова С.В. и других [8-11].

В этих работах также было показано, что модификация поверхности твердотельных дозиметров может привести к существенному увеличению их термолюминесцентного отклика. Таким образом анализ литературных источников позволил определить актуальность диссертационной работы.

Объект исследования: термолюминесцентные дозиметрические материалы на основе моно- и поликристаллического оксида алюминия ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$).

Предмет исследования: физические явления, способствующие повышению термолюминесцентного отклика дозиметрических материалов на основе моно- и поликристаллического оксида алюминия ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) при обработке их поверхности лазерным излучением.

Целью данной диссертационной работы является разработка методов повышения термолюминесцентного отклика материалов на основе $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ путем лазерной обработки их поверхности и создание методов контроля процессов дефектообразования в них.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие **задачи**:

1. Разработка методов модификации и выбор режимов модификации поверхности образцов моно- и поликристаллического оксида алюминия с целью создания анионной дефектности.

2. Разработка макетов экспериментальных установок для исследования термо- и фотолюминесценции образцов моно- и поликристаллического оксида алюминия, модифицированных лазерным излучением.

3. Исследование структуры и оптических свойств образцов моно- и поликристаллического оксида алюминия, модифицированных лазерным излучением, с целью определения оптимальных режимов лазерной обработки.

4. Определение дозиметрических характеристик исследуемых образцов при воздействии ультрафиолетового и рентгеновского излучения.

Научная новизна работы заключается в следующем:

1. впервые показано, что лазерная обработка поверхности дозиметрического материала на основе оксида алюминия излучением CO_2 -лазера длиной волны 10,6 мкм приводит к частичной потере

кислорода и образованию анион-дефектной структуры в приповерхностном слое материала;

2. впервые показано, что модификация поверхности дозиметрического материала на основе оксида алюминия излучением CO_2 -лазера длиной волны 10,6 мкм является более эффективной для создания анионной дефектности в его структуре, чем модификация лазерным излучением длиной волны 1,06 мкм ввиду более высокой поглощающей способности оксида алюминия в диапазоне длин волн от 10 мкм;

3. разработан макет установки для исследования термолюминесцентного отклика образцов моно- и поликристаллического оксида алюминия в диапазоне длин волн 400 – 500 нм, диапазоне температур 300 – 500 К и скорости нагрева образцов 1 – 3 °С/с.

Практическая значимость результатов диссертационной работы подтверждается использованием их при выполнении научного проекта «Теоретические и экспериментальные исследования сверхширокополосных оптоэлектронных устройств волоконно-оптических систем передачи информации и радиофотоники на основе фотонных интегральных схем собственной разработки», выполняемого при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках соглашения № 1075-03-2020-237/1 от 05.03.2020, внутренний номер проекта FEWM-2020-0040.

Материалы диссертационной работы используются в учебном процессе кафедры Физической электроники Томского государственного университета систем управления и радиоэлектроники.

Методология и методы исследования. При проведении исследований были использованы теоретические методы исследования, такие как изучение, анализ нормативной, справочной и научной литературы; эмпирические методы исследования – эксперимент, заключающийся в модификации поверхности моно- и поликристаллического оксида алюминия; измерение, заключающееся в определении дозиметрических характеристик исследуемых образцов.

Положения, выносимые на защиту:

1. Обработка поверхности дозиметрических материалов на основе оксида алюминия излучением CO_2 лазера с длиной волны

10,6 мкм, мощностью 20 – 40 Вт, со скоростью сканирования 20 – 200 см/с и шагом сканирования 50 мкм приводит к частичной потере кислорода и образованию анион-дефектной структуры толщиной 50 – 100 мкм.

2. Разработанный макет экспериментальной установки, содержащей нагреватель на основе трубчатой галогеновой лампы позволяет получить скорости нагрева исследуемого образца дозиметрического материала от 1 до 3 °С/с с однородностью распределения температуры по поверхности образца с погрешностью ± 3 °С, а фотоприёмное устройство на основе ФЭУ-148 позволяет регистрировать его термолюминесцентный отклик в диапазоне длин волн 400 – 500 нм и диапазоне температур 300 – 500 К.

3. Модификация поверхности образцов дозиметрических материалов на основе оксида алюминия излучением CO₂ лазера с длиной волны излучения 10,6 мкм позволяет повысить эффективность термолюминесцентного отклика образцов из поликристаллического оксида алюминия в 3 раза и монокристаллического – в 25 раз.

Личный вклад автора диссертационной работы состоит в определении цели и направлений научных исследований, в подготовке экспериментального оборудования, проведении экспериментов, в обработке и анализе полученных данных. Формулировки основных положений и выводов проводились совместно с научным руководителем доктором технических наук, профессором С.В. Смирновым. Соавторы, принимавшие участие в отдельных направлениях исследований, указаны в списке основных публикаций по теме диссертационной работы.

Достоверность научных результатов подтверждается согласованностью с теоретическими и экспериментальными данными, опубликованными в научно-технической литературе, а также применением современных методов научных исследований, большим объемом экспериментальных данных, полученных с помощью современного оборудования.

Апробация результатов работы

Результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на международных и всероссийских конференциях, среди них: Международная научно-техническая конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Научная сессия ТУСУР», г. Томск, 2020 г., 2022 г.; XV Международная конференция

«Прикладная оптика – 2022», г. Санкт-Петербург, 2022 г.; XXX Всероссийская межвузовская научно-техническая конференции студентов и аспирантов «Микроэлектроника и информатика – 2023», г. Зеленоград, 2023 г.; 17-ая Международная научно-техническая конференция «Оптические методы исследования потоков 2023», г. Москва, 2023 г.

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 14 научных работ, в том числе 3 статьи в журналах, рекомендованных ВАК, 2 статьи в журналах, индексируемых Scopus (Q2), 8 статей в сборниках Всероссийских и Международных конференций, получено 1 свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка литературы из 107 наименований, и 3 приложений. Полный объем диссертации составляет 109 страниц, включая 31 рисунок и 10 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении рассматривается актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цель и задачи работы, а также представлены научные положения, выносимые на защиту. Определена научная новизна и практическая значимость полученных результатов, кратко изложены структура и содержание диссертационной работы.

В первой главе проводится литературный обзор по теме диссертационного исследования. Рассматриваются термолюминесцентные дозиметры ионизирующего излучения, термостимулированная люминесценция и фотолюминесценция, а также кинетика процессов в люминесцентных дозиметрах. Приводится описание электрофизических свойств дозиметрических материалов на основе оксида алюминия. Рассматриваются методы повышения дозовой чувствительности и термолюминесцентного отклика твердотельных дозиметров, такие как ионное легирование, электронно-лучевая обработка и лазерная обработка. Рассматриваются процессы лазерного дефектообразования в материалах на основе α - Al_2O_3 .

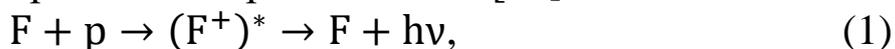
Вторая глава посвящена описанию объектов исследования и методов анализа и исследований. Представлено экспериментальное и диагностическое оборудование, а также методы исследования и

анализа структуры и свойств моно- и поликристаллического оксида алюминия.

В качестве объектов исследования в работе использовались образцы монокристаллического (сапфир, АО «Монокристалл», г. Ставрополь) и поликристаллического (керамика ВК-100, АО «Поликор», г. Кинешма) оксида алюминия. Лазерная обработка исследуемых образцов осуществлялась с помощью установок ДиоМаркер-Д10 и CERTON 3020 ULTRA, обладающих возможностью сканирования, образцы подвергались облучению непрерывным лазерным излучением лазера на АИГ с длиной волны излучения 1,06 мкм и CO₂ лазера с длиной волны 10,6 мкм, с плотностью мощности 10⁶ – 10⁷ Вт/см². Для исследования оптических свойств экспериментальных образцов в работе использовались методы оптической и инфракрасной спектроскопии Фурье, фото- и термолюминесценции, рентгенофазового анализа, растровой электронной спектроскопии.

В третьей главе исследован процесс лазерной модификации поверхности дозиметрического материала и его влияние на оптические свойства поликристаллического и монокристаллического α -Al₂O₃.

Как известно, эффективность дозиметра определяется отношением величины энергии термолюминесценции к поглощенной энергии ультрафиолетового или ионизирующего излучения. Интегральный выход термолюминесценции в основном дозиметрическом пике α -Al₂O₃ при 330 К и полосе 410 – 420 нм обусловлен высокой концентрацией центров захвата свободных электронов и центров рекомбинации дырок в виде кислородных вакансий и различного рода F-центров по схеме [12]:



где (F⁺)^{*} – возбужденное состояние F-центра.

Вероятность освобождения электрона из ловушки в единицу времени определяется выражением

$$P = s \exp\left(-E_t/kT\right), \quad (2)$$

где E_t – энергетический уровень ловушки.

Величину s можно записать в виде

$$s = N_b v_t \sigma_t, \quad (3)$$

где N_b – плотность состояний в зоне, в которую переходят носители; v_t – тепловая скорость носителей; σ_t – сечение захвата носителей ловушкой.

Если n_t – концентрация захваченных ловушками электронов, то скорость ее изменения вследствие теплового возбуждения определяется как

$$\frac{dn_t}{dt} = -n_t P. \quad (4)$$

Если освобожденные электроны вновь не захватываются ловушками, то решение этого уравнения имеет вид:

$$n_t = n_{t_0} \exp(-t/\tau), \quad (5)$$

где n_{t_0} – начальная концентрация захваченных электронов. Если излучательное время жизни τ_r много меньше, чем время освобождения электронов τ , то интенсивность термолюминесценции может быть определена из уравнения [12]:

$$L(t, T) = (n_{t_0} \eta s) \exp(-t/\tau) \exp(-E_t/kT), \quad (6)$$

где η – вероятность того, что рекомбинация носителя заряда приведет к испусканию фотона. Как следует из приведенного выше уравнения (6), интенсивность термолюминесценции определяется, в основном, концентрацией и типом ловушек.

Анионную дефектность в оксиде алюминия можно достигнуть путем легирования или с помощью электрофизических методов, таких как электронная, ионная или лазерная обработка. В данной работе с целью создания анионной дефектности в структуре образцов сапфира и керамики (размером $20 \times 20 \times 0,5$ мм) проводилась лазерная обработка их поверхности, которая осуществлялась с помощью непрерывного излучения лазером на АИГ с длиной волны излучения 1,06 мкм и CO_2 лазером с длиной волны излучения 10,6 мкм. Параметры лазерной обработки представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Параметры лазерной обработки исследуемых образцов

Параметры обработки	
CO_2 лазер	лазер на АИГ
длина волны излучения 10,6 мкм	длина волны излучения 1,06 мкм
мощность 24 Вт	мощность 10 Вт
диаметр пятна сфокусированного луча 50 мкм	плотность мощности 10^6 - 10^7 Вт/см ²
скорость сканирования 200-2000 мм/с	скорость сканирования 5-20 см/с
шаг сканирования 50 мкм	шаг сканирования 20-30 мкм

Результатом лазерной обработки является образование волнистой структуры на поверхности образцов, которое происходит за счет расплавления их поверхностного слоя по полосе сканирования лазерным лучом (рис. 1). Глубина плавления поверхностного слоя составляет 50 – 100 мкм. В результате процесса плавления поверхностного слоя происходит процесс перекристаллизации, что приводит к частичной потере кислорода оксидом алюминия, это, в свою очередь, влечет за собой не только изменение элементного состава материала, но и перестройку структуры путем перехода α -фазы оксида алюминия в γ -фазу. В таблице 2 представлены результаты рентгенофазового анализа исследуемых образцов, проведенного с помощью дифрактометра Shimadzu XRD-7000.

Таблица 2 – Результаты рентгенофазового анализа исследуемых образцов до и после лазерной модификации

Образец	Фаза	Содержание %	Постоянная решетки, нм	Размер ОКР, нм
ВК-100 (исходный)	α -Al ₂ O ₃	100	5,14	127
Лазерно-структурированный слой 50 мкм	α -Al ₂ O ₃	15	5,14	60
	γ -Al ₂ O ₃	85	7,85	80
Сапфир (исходный)	α -Al ₂ O ₃	100	4,75	-
Лазерно-структурированный слой	α -Al ₂ O ₃	20	4,72	60
	γ -Al ₂ O ₃	80	7,8	80

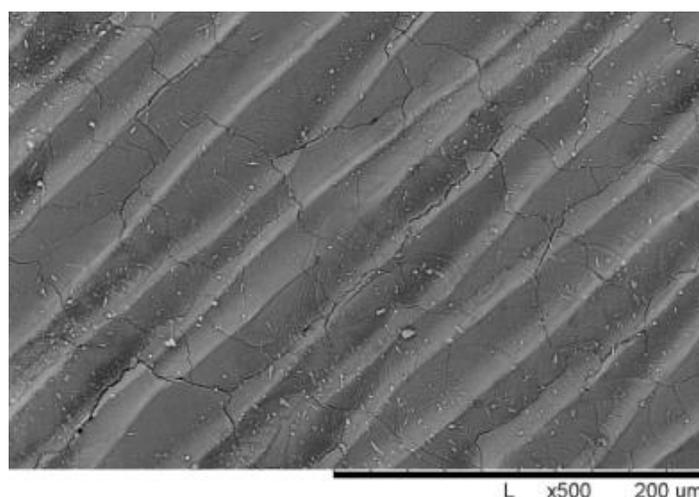


Рисунок 1 – Структура поверхности оксида алюминия после лазерной обработки

Нарушение стехиометрии в сторону недостатка кислорода вызывает увеличение концентрации анионных вакансий, а также изменение фазового состава лазерно-структурированного слоя.

Наиболее сильные изменения проявляются в УФ-диапазоне длин волн. На рисунке 2 представлены спектры диффузного отражения образцов алюмооксидной керамики ВК-100. Самая сильная полоса поглощения наблюдается при 260 нм, она обусловлена возбуждением F- и F⁺-центров, более слабые полосы в диапазоне от 350 до 650 нм обусловлены поглощением примесными ионами магния и железа. После лазерной обработки линия при 260 нм значительно уширяется, а ее интенсивность несколько уменьшается.

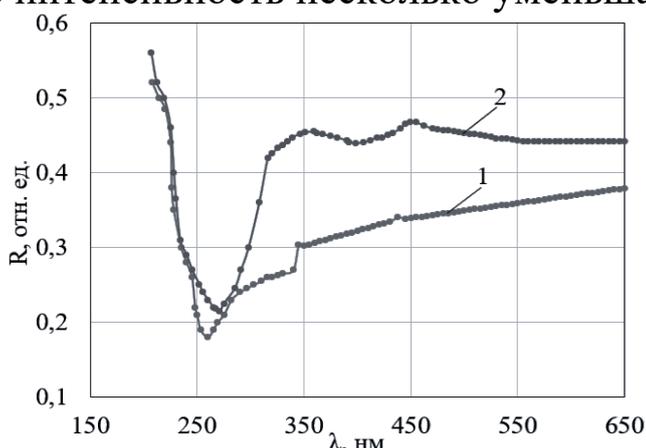


Рисунок 2 – Спектры диффузного отражения алюмооксидной керамики:
1 – до обработки,
2 – после обработки лазерным излучением длиной волны 1,06 мкм

На рисунке 3 представлены спектры катодолюминесценции исходного и обработанного лазерным излучением образцов алюмооксидной керамики. Возбуждение спектров катодолюминесценции осуществлялось с помощью ускорителя ГИН-600 со следующими параметрами: максимальная энергия 500 КэВ, длительность импульса 3 – 12 нс, плотность энергии порядка 0,1 Дж/см². Регистрация спектров катодолюминесценции проводилась с использованием монохроматора МДР-23 в диапазоне от 200 до 500 нм. Высокая интенсивность люминесценции свидетельствует о генерации в алюмооксидной керамике, в процессе лазерной обработки, повышенной концентрации F-центров и их производных.

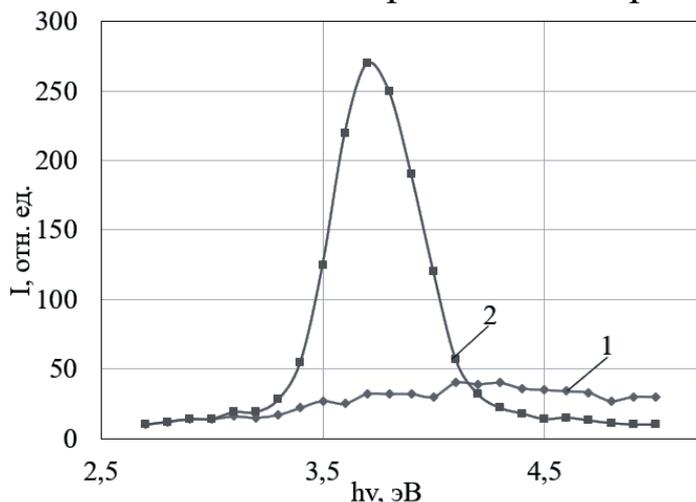


Рисунок 3 – Спектры катодолюминесценции алюмооксидной керамики:
1 – до обработки; 2 – после обработки лазерным излучением длиной волны 1,06 мкм

Результаты исследования оптических свойств исследуемых образцов моно- и поликристаллического оксида алюминия показывают, что лазерная модификация их поверхности приводит к эффективной генерации F-центров (ловушек) в структуре исследуемых образцов, которые и определяют вероятность и интенсивность термолюминесценции. Было установлено, что обработка излучением лазера на АИГ мощностью 10 Вт с длиной волны излучения 1,06 мкм с целью создания дефектов в структуре оксида алюминия является недостаточно эффективной. Это связано с тем, что материалы на основе оксида алюминия обладают более высокой поглощающей способностью в диапазоне от 10 мкм [10].

На рисунке 4 представлены спектры фотолюминесценции образцов сапфира (рис. 4, а) и керамики (рис. 4, б) до и после обработки лазерным излучением при возбуждении излучением светодиода с длиной волны 275 нм.

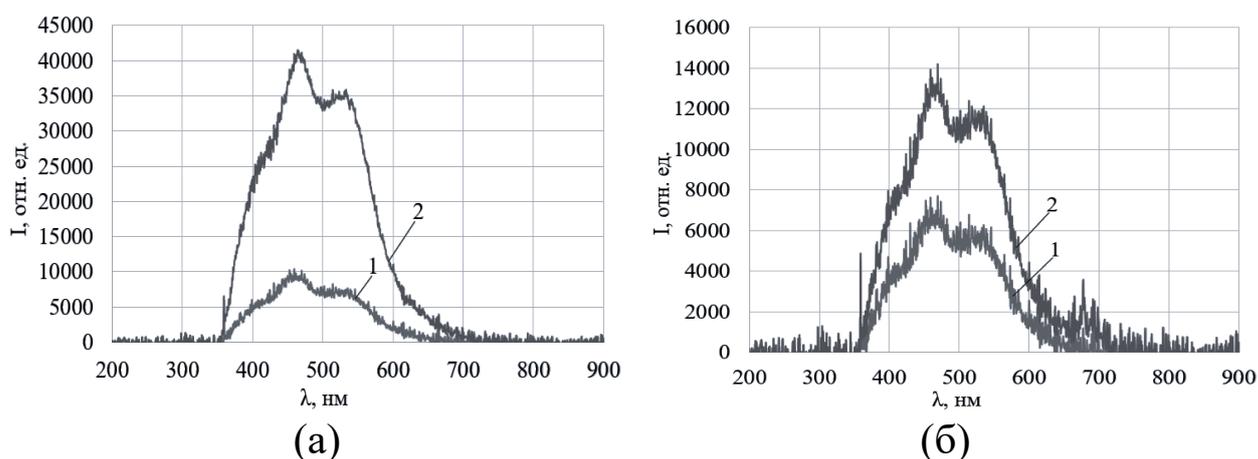


Рисунок 4 – Спектры фотолюминесценции образцов монокристаллического (а) и поликристаллического (б) оксида алюминия: 1 – до обработки; 2 – после обработки лазерным излучением

Полученные спектры фотолюминесценции доказывают генерацию активных дефектных центров в анионной подрешетке исследуемых образцов. Видно, что положение максимума спектра при 450 нм совпадает с полосой свечения F-центров. Полоса фотолюминесценции при 520-540 нм близка по своему положению к полосе свечения F₂-центров в монокристаллах. Другой возможной причиной появления этой полосы может быть присутствие примесных ионов магния (Mg²⁺) в поликристаллических образцах. Полоса вблизи 700 нм низкой интенсивности на спектрах фотолюминесценции поликристаллического оксида алюминия (рис. 4, б) обусловлена неконтролируемой примесью ионов Ti³⁺. Увеличение интенсивности и

площади под кривой фотолюминесценции подтверждают существенное увеличение концентрации F-центров после лазерной обработки.

В четвертой главе приводятся результаты разработки и описание макета установки для исследования термолюминесценции, а также экспериментальные результаты режимов нагрева и распределения температуры в исследуемых образцах.

Для детального исследования процесса термолюминесценции экспериментальных образцов требуется создание специальной установки с решением следующих основных задач:

- обеспечение высокой скорости нагрева исследуемого образца (~ 1 °C/c);
- обеспечение равномерного распределения тепла при нагреве исследуемого образца;
- скоростную регистрацию сигнала термолюминесценции в диапазоне длин волн от 200 до 600 нм.

Для исследования термолюминесценции образцов моно- и поликристаллического оксида алюминия нами был разработан и собран макет установки, схема которого представлена на рисунке 5.

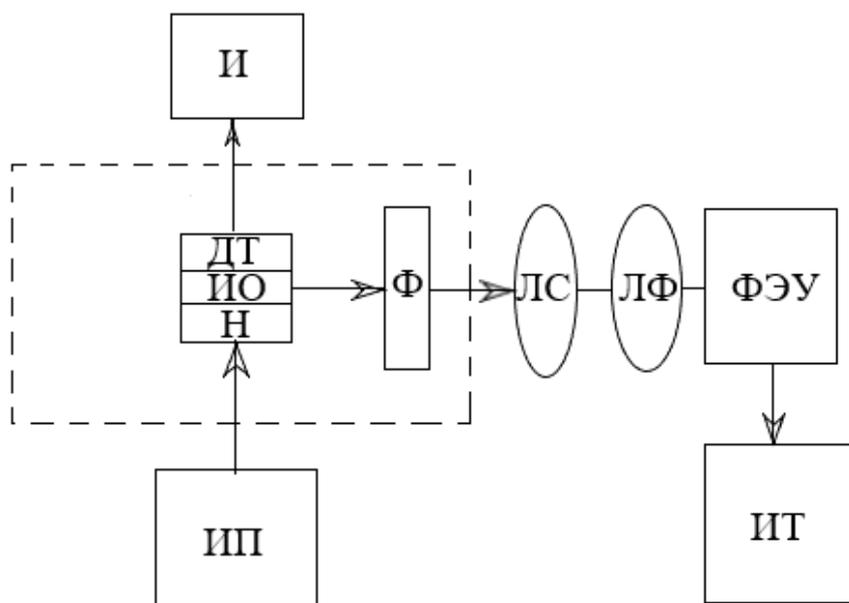


Рисунок 5 – Схема разработанного макета установки для исследования термолюминесценции образцов моно- и поликристаллического оксида алюминия:

- И – измеритель температуры; ДТ – датчик температуры;
- ИО – исследуемый образец; Н – нагреватель; ИП – источник питания;
- Ф – фильтр; ЛС – линза собирающая; ЛФ – линза фокусирующая;
- ФЭУ – фотоэлектронный умножитель; ИТ – измеритель тока

Процесс исследования термолюминесцентного отклика образцов оксида алюминия с помощью разработанного макета установки осуществлялся следующим образом: изначально исследуемый образец подвергался засветке ультрафиолетовым или рентгеновским излучением. Для УФ-засветки использовались ртутная лампа низкого давления с выделением полосы ее излучения 237 нм при потоке излучения не менее $0,02 \text{ Вт/см}^2$ и светоизлучающий диод с длиной волны излучения 275 нм и мощностью излучения 1 Вт. Засветка исследуемого образца рентгеновским излучением проводилась с использованием трубки RTM 780H при напряжении 100 кВ и дозе 1 Грей. После засветки УФ или рентгеновским излучением исследуемый образец (ИО) размещается и фиксируется на поверхности нагревателя (Н) с помощью прижимного механизма, к поверхности исследуемого образца подключается датчик температуры (ДТ) (термопара) и измеритель температуры (И) для контроля процесса нагрева образца. После включения источника питания (ИП) температура нагревателя и расположенного на нем исследуемого образца начинает повышаться, при этом скорость нагрева может регулироваться изменением напряжения на источнике питания. В результате нагрева исследуемого образца энергия, накопленная им в процессе его засветки рентгеновским или УФ-излучением, высвобождается в виде светового излучения, которое проходит через фильтр (Ф), собирающую (СЛ) и фокусирующую (ФЛ) линзы и регистрируется с помощью фотоэлектронного умножителя ФЭУ-148, а зарегистрированный ФЭУ сигнал передается на измеритель тока (ИТ) – наноамперметр. Таким образом, регистрируя показания измерителей тока и температуры, получают температурные зависимости термолюминесценции.

Разработанный макет установки содержит нагреватель на основе трубчатой галогеновой лампы, который позволяет получить скорости нагрева исследуемого образца от $1 \text{ }^\circ\text{C/с}$ до $3 \text{ }^\circ\text{C/с}$ (рис. 6).

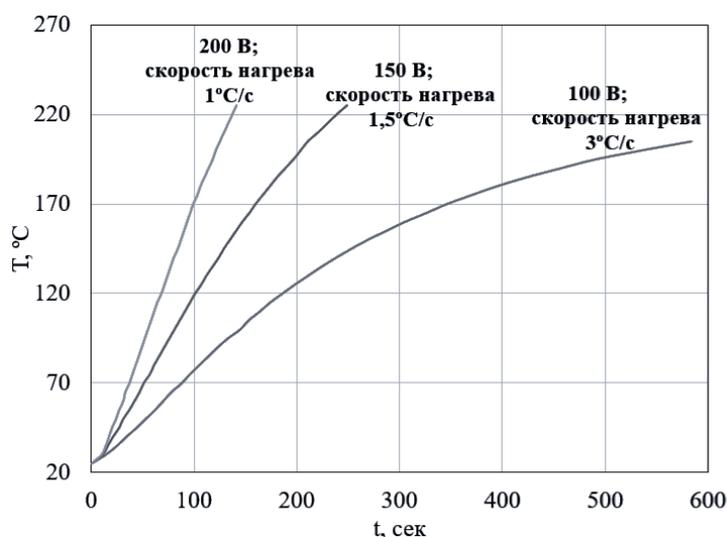


Рисунок 6 – Графики скорости нагрева исследуемого образца, обеспечиваемой нагревателем на основе трубчатой галогеновой лампы

На рисунке 7 представлены термограммы нагревателя на основе трубчатой галогеновой лампы, используемого в разработанном макете установки, и исследуемого образца, расположенного на нем, полученные при температуре 200 °С, которые демонстрируют равномерность распределения температуры по поверхности образца.

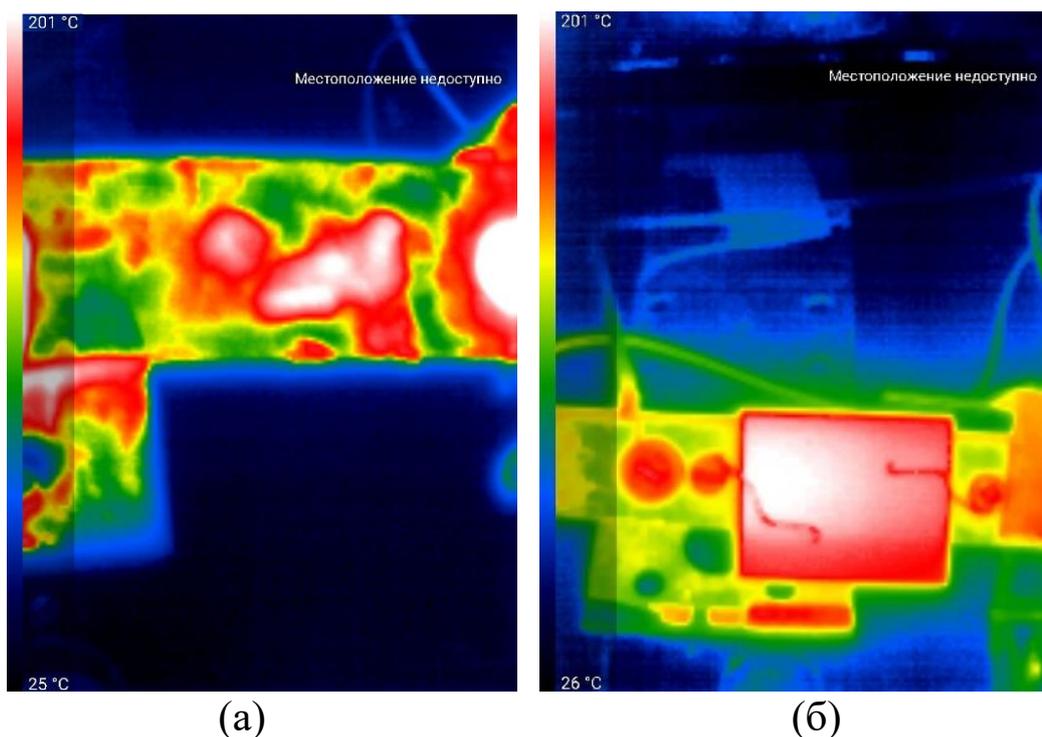


Рисунок 7 – Термограммы нагревательного элемента установки (а) и исследуемого образца, расположенного на нем (б)

С использованием разработанной установки было проведено исследование термолюминесценции образцов моно- и поликристаллического оксида алюминия.

На рисунке 8, а представлены полученные экспериментальные зависимости интенсивности термолюминесценции от температуры образцов керамики ВК-100, как исходного, так и лазерно-структурированных при скорости сканирования 50 и 100 см/с. Выявлено, что интенсивность дозиметрического пика зависит от режима сканирования лазерным лучом и при скорости сканирования 50 см/с достигает максимума, который в 3 раза превышает интенсивность термолюминесценции исходного образца. Из графиков следует, что как в исходном, так и в структурированных образцах наблюдается основной дозиметрический пик при температурах 440-450 К, а также пик при 350 К, обусловленный мелкими ловушками, который может быть связан с примесными ионами магния. Энергия активации термолюминесценции керамики составила 0,8-0,9 эВ.

На рисунке 8, б представлены температурные зависимости термолюминесценции образцов сапфира. Следует отметить, что монокристаллические образцы имеют пик термолюминесценции на порядок выше, чем поликристаллические, что может быть вызвано тем, что у поликристаллических образцов присутствуют собственные центры поглощения термолюминесценции, способствующие ее тушению. Энергия активации термолюминесценции монокристаллических образцов составила 1,1 – 1,2 эВ.

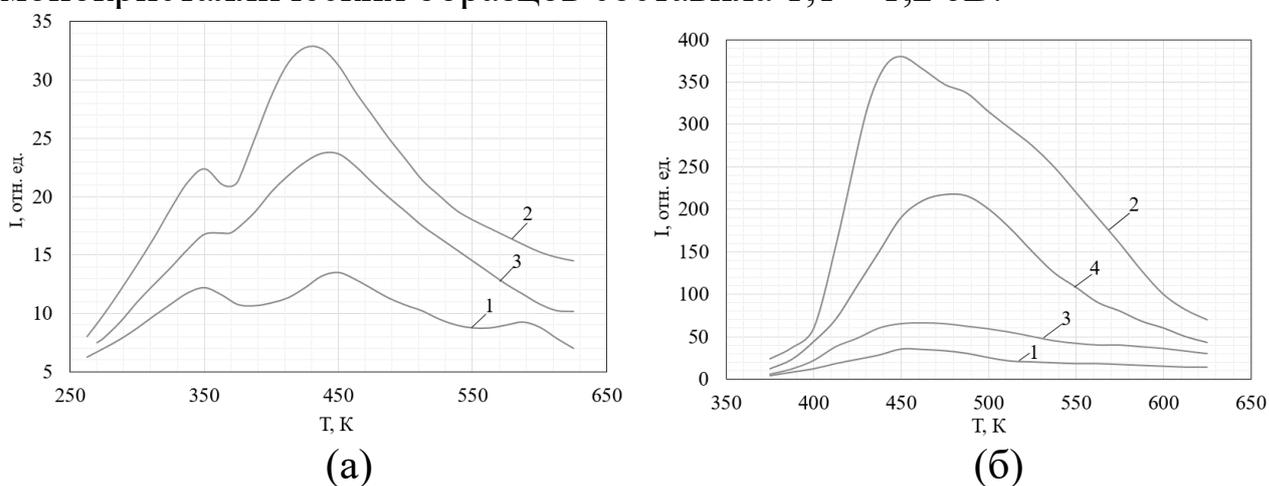


Рисунок 8 – Температурные зависимости интенсивности термолюминесценции образцов керамики ВК-100 (а) и монокристаллического сапфира (б) при дозе УФ-облучения 10 Гр и мощности сканирующего лазера 24 Вт:

- 1 – исходный образец; (а) – лазерно-структурированные образцы керамики ВК-100 при скорости сканирования 50 (2) и 100 (3) см/с;
- (б) – лазерно-структурированные образцы монокристаллического сапфира при скорости сканирования 20 (2), 200 (3) и 60 (4) см/с

Основываясь на полученных результатах исследований была проведена оценка дозовой чувствительности исследуемых образцов. На рисунке 9 представлена зависимость поглощенной дозы от времени экспозиции для образца сапфира и керамики, а на рисунке 10 представлены графики зависимости пиков термолюминесценции от поглощенной дозы для образцов поликристаллического и монокристаллического оксида алюминия.

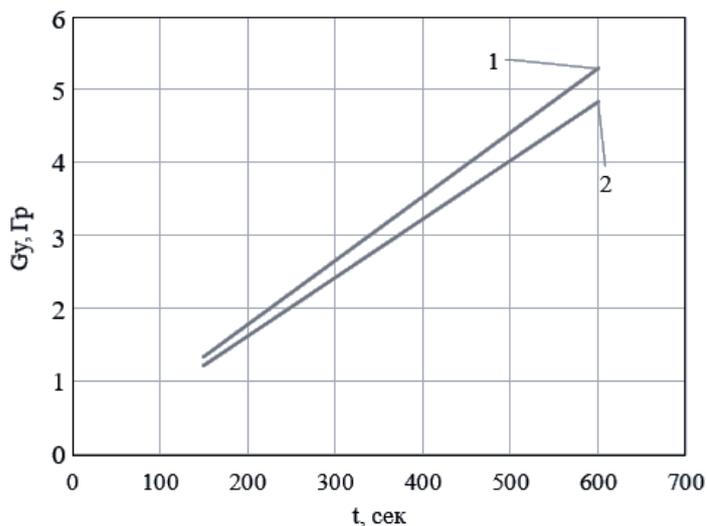


Рисунок 9 – Графики зависимости поглощенной дозы от времени экспозиции образцов поликристаллического (1) и монокристаллического (2) оксида алюминия

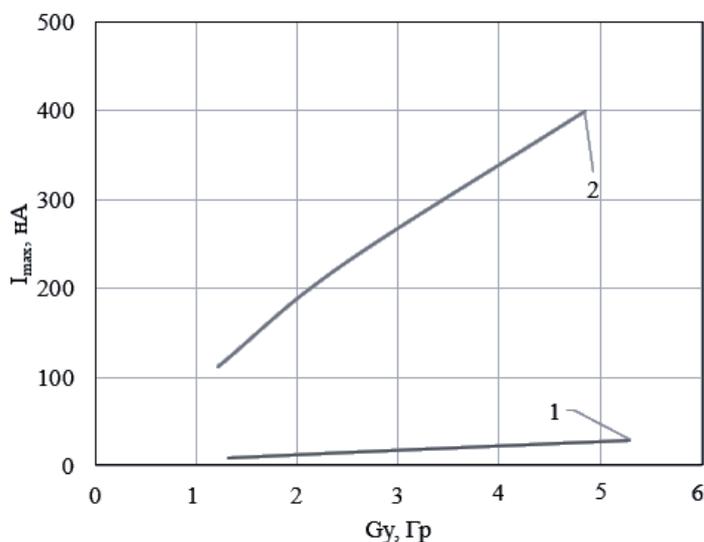


Рисунок 10 – Графики зависимости пиков термолюминесценции от поглощенной дозы для образцов поликристаллического (1) и монокристаллического (2) оксида алюминия

Для исследуемых образцов наблюдается линейная зависимость величины пиков термолюминесценции от поглощенной дозы УФ излучения ртутной лампы в диапазоне 1 – 5 Гр.

В **заключении** диссертации сформулированы достигнутые результаты и основные выводы по работе:

- на основе анализа литературы установлено, что для повышения термолюминесцентного отклика дозиметрического материала требуется создание избыточной концентрации кислородных вакансий

и F-центров в его структуре, которое может быть достигнуто путем обработки его поверхности мощным лазерным ИК-излучением;

- изготовлен макет установки для регистрации фотолюминесценции исследуемых образцов в диапазоне длин волн 300 – 700 нм. Полученные спектры фотолюминесценции доказывают наличие активных дефектных центров в анионной подрешетке исследуемых материалов, возникающих при лазерной обработке;

- разработан макет экспериментальной установки, позволяющей регистрировать термолюминесцентный отклик образцов моно- и поликристаллического оксида алюминия в диапазоне длин волн 400 – 500 нм, диапазоне температур 300 – 500 К и скорости нагрева образцов 1 – 3 °С/с;

- разработан метод лазерной обработки поверхности моно- и поликристаллического оксида алюминия излучением мощного ИК-лазера длиной волны 10,6 мкм и показано, что происходящая при этом модификация поверхности является более эффективной для создания анионной дефектности в его структуре, чем при обработке поверхности лазерным излучением с длиной волны 1,06 мкм;

- исследовано влияние режимов лазерной обработки на термолюминесцентный отклик образцов моно- и поликристаллического оксида алюминия и выбраны режимы, обеспечивающие максимальное повышение эффективности термолюминесцентного отклика образцов из поликристаллического оксида алюминия более чем в 3 раза и монокристаллического – не менее, чем в 25 раз;

- проведены индивидуальные испытания экспериментальных образцов поликристаллического дозиметрического материала в ООО «Л.М.Э. «Биоток», при засветке рентгеновским излучением при напряжении 100 кВ с экспозиционной дозой 1 Грей, которые показали, что модификация поверхности образцов лазерным излучением приводит к увеличению их термолюминесцентного отклика в 2 раза;

- разработанный метод модификации может быть рекомендован к использованию в производстве термолюминесцентных детекторов ТЛД-500.

СПИСОК ОСНОВНЫХ ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Публикации в журналах из перечня ВАК

1. **Жук К.В.**, Смирнов С.В. Эффективность термолюминесцентного отклика лазерно-структурированного поликристаллического и монокристаллического α -Al₂O₃ // Оптический журнал. 2023. Т. 90. № 7. С. 94-100.
2. Смирнов С.В., **Жук К.В.**, Саврук Е.В. Катодо- и термолюминесценция лазерно-наноструктурированной α -Al₂O₃ керамики // Прикладная физика. 2022. № 4. С. 49-53.
3. **Короткова (Жук) К.В.**, Романова М.А., Смирнов С.В. Температурная и временная стабильность колориметрических параметров полупроводниковых источников света // Доклады ТУСУРа. 2017. № 1. С. 38-41.

Научные статьи, опубликованные в рецензируемых научных изданиях, индексируемых в наукометрической базе данных «Scopus»

1. **Korotkova (Zhuk) K.**, Bainov D., Smirnov S., Yunusov I., Zhidik Y. Electrical Conductivity and Optical Properties of Nanoscale Titanium Films on Sapphire for Localized Plasmon Resonance-Based Sensors // Coatings 2020, 10, 1165, P. 1-7.
2. Zhidik Y., Ivanova A., Smirnov S., **Zhuk K.**, Yunusov I., Troyan P. Nanoscale ITO Films for Plasmon Resonance-Based Optical Sensors // Coatings, 2022, 12, P. 1-11.

Публикации в трудах Международных и Всероссийских конференций

1. **Жук К.В.**, Смирнов С.В. Дозиметры ультрафиолетового и рентгеновского излучения на основе лазерно-текстурированного сапфира // Тезисы докладов XXX Всероссийской межвузовской научно-технической конференции студентов и аспирантов «Микроэлектроника и информатика – 2023», 2023. С. 122.
2. **Жук К.В.**, Смирнов С.В. Спектры фото- и термолюминесценции сапфира после лазерной обработки // Сборник трудов 17-й Международной научно-технической конференции «Оптические методы исследования потоков – 2023», 2023. С. 364-367.

3. **Жук К.В.,** Смирнов С.В. Лазерно-структурированные термолюминесцентные дозиметры на основе поликристаллического и монокристаллического $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ // Материалы докладов XV Международной конференции «Прикладная оптика – 2022», 2022. С. 23.

4. **Жук К.В.,** Смирнов С.В. Исследование спектров фотоиндуцированного отражения кристаллов КТР // Сборник избранных статей Научной сессии ТУСУР. 2022. С. 161-164.

5. **Короткова (Жук) К.В.,** Смирнов С.В. Поверхностный плазмонный резонанс в наноразмерных пленках титана на сапфировых подложках // Материалы докладов Международной научно-практической конференции «Электронные средства и системы управления». 2020.С. 169-170.

6. **Короткова (Жук) К.В.,** Мельник К.П. Фотоиндуцированное поглощение в кристаллах КТР // Сборник избранных статей Научной сессии ТУСУР. 2020. С. 218-220.

7. **Короткова (Жук) К.В.,** Смирнов С.В. Плазмонный резонанс в «тепловых зеркалах» на основе тонкопленочной системы Ti-Au // Материалы докладов Международной научно-практической конференции «Электронные средства и системы управления». 2019. С. 86-87.

8. **Короткова (Жук) К.В.** Электрические и фотометрические характеристики полупроводниковых источников света с вертикальной и планарной конструкцией кристалла // Сборник избранных статей Научной сессии ТУСУР. 2019. № 1, С. 86-87.

Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ

1. Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № RU 2023610422. Программа для расчета энергии активации термолюминесценции дозиметрических материалов / **К.В. Жук,** С.В. Смирнов, Ю.С. Жидик, А.А. Иванова – Заявка № 2022683872. Дата поступления 08.12.2022 г. Зарегистрировано в Реестре программ для ЭВМ 11.01.2023 г.

Цитируемая литература

1. Бекман И.Н. Атомная и ядерная физика: радиоактивность и ионизирующие излучения. М.: Юрайт, 2018. 398 с.

2. Luminescent high-dose detectors on the basis of crystalline and nanostructured materials / V.S. Kortov [et al.] // Известия вузов. Физика. 2012. Т. 55. № 11/3. С. 82-86.
3. Randall J.T., Wilkins M.H.F Phosphorescence and electron traps: I. The study of trap distributions // Proc. R. Soc. London A. 1945. V. 184. P. 366-389.
4. Кюри Д. Люминесценция кристаллов // Изд-во Иностранной литературы, Москва, 1961. 199 с.
5. Никифоров С.В., Кортков В.С. Радиационно-индуцированные процессы в широкозонных нестехиометрических оксидных диэлектриках, М.: Техносфера, 2017. 272 с.
6. Кортков В.С., Мильман С.В., Никифоров С.В. Твердотельная дозиметрия // Изв. Томского политехнического университета. 2000. Т. 303. Вып. 2. С. 35–45.
7. Алукер Н.Л., Артамонов А.С., Гимадова Т.И., Зверев А.С. Термолюминесцентные дозиметры на основе керамики из оксида и нитрида алюминия // Приборы и техника эксперимента. 2021. № 6. С. 75-83.
8. Бункин Ф.В., Кириченко Н.А., Лукьянчук Б.С. Лазерная термохимия// Известия АН СССР, сер. Физ. 1982. Т. 46. № 6. С.1150-1169.
9. Веденов А.А., Гладуш Г.Т. Физические процессы при лазерной обработке материалов, М.: Энергоатомиздат, 1985. 208 с.
10. Смирнов С.В., Шандаров С.М., Каранский В.В. Принудительное лазерное наноструктурирование поверхности алюмооксидной керамики // Успехи прикладной физики. 2021. Т. 9. № 3. С. 224-234.
11. Perevalov T.V., Shaposhnikov A.V., Gritsenko V.A. Electronic structure of bulk and defect α - and γ - Al_2O_3 // Microelectronic Engineering. 2009. V. 86. P. 1915-1917.
12. Механизм люминесценции F-центров в анион-дефектных монокристаллах оксида алюминия / В.С. Кортков [и др.] // Физика твердого тела. 2003. Т. 45. Вып. 7. С. 1202-1208.