

На правах рукописи



НОВИКОВ Геннадий Викторович

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ДЕФОРМАЦИИ, РАЗРУШЕНИЯ И  
ЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ ИОННЫХ КРИСТАЛЛОВ,  
ПОДВЕРГНУТЫХ  $\beta$ -ОБЛУЧЕНИЮ**

Специальность 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата физико-математических наук

Белгород – 2013

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина»

Научный руководитель: Заслуженный деятель науки РФ, доктор физико-математических наук, профессор  
**Федоров Виктор Александрович**

Официальные оппоненты: **Левин Даниил Михайлович**, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой физики ГОУ ВПО «Тульский государственный университет»

**Беленко Игорь Алексеевич**, кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией механических испытаний центра коллективного пользования научным оборудованием НИУ "БелГУ" «Диагностика структуры и свойств наноматериалов»

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН»

Ведущая организация:

Защита диссертации состоится «11» октября 2013 г. в 15:30 на заседании диссертационного совета Д.212.015.04 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет». Адрес: 308015, г. Белгород, ул. Победы, 85.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» по адресу: 308015, г. Белгород, ул. Победы, 85.

Автореферат разослан «3» сентября 2013 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета,  
к. ф.-м. н., доцент



В.А. Беленко

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность работы

Широкое использование природных и синтетических кристаллов в современном приборостроении определяется развитием физики конденсированных сред. Изучение зависимости физических свойств от атомной структуры вещества является предметом исследования на протяжении многих лет. В основном физические свойства зависят от природы элементов входящих в состав кристаллического материала, не менее значимую роль играет тип химической связи. В зависимости от химического состава кристалла варьируются те или иные его свойства. Ионные кристаллы являются классом веществ, характеризующимся высокой упорядоченностью атомов в решетке, основные их ценные свойства это высокая прозрачность, высокая диэлектрическая проницаемость. Однако, как известно даже сравнительно малая доля примесных атомов в ионных кристаллах способна изменить многие его свойства. Во многом это относится к кристаллам, используемым в качестве активных сред квантовых генераторов. В связи с этим актуальна разработка методик получения кристаллических материалов, обладающих заданными характеристиками. Изученность многих свойств данного класса материалов позволяет использовать их в качестве модельных объектов, кроме этого не прекращаются исследования их поведения в условиях воздействия радиации, электрических и магнитных полей.

На основе исследований свойств кристаллов обусловлено их использование в науке и технике. Такие физические явления как пьезоэффекты широко используются в оптоэлектронике, радиоэлектронике, гидро – и электроакустике, в технике преобразования энергии. Из ионных кристаллов – фтористый литий используются как тканэквиалент при изучении влияния радиационных излучений на человека. Кристаллы с наведенными радиацией центрами окраски используются в качестве конденсированных лазерных сред. На основе явления сцинтилляции, обнаруженного в ионных кристаллах построены многие счетчики регистрирующие ионизирующее излучение.

Исходя из вышеизложенного, исследование действия различных внешних факторов, в частности  $\beta$ -облучения на свойства ионных кристаллов является одной из актуальных задач физики конденсированного состояния и физического материаловедения.

**Цель работы** - установление закономерностей деформации, разрушения и люминесценции ионных кристаллов, подвергнутых воздействию низкоэнергетического интенсивного потока  $\beta$ -частиц.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

1. Разработать методику  $\beta$ -облучения и одновременной регистрации наведенного электрического потенциала, величины фотонного выхода, спектрального состава и типа люминесценции.

2. Установить влияние  $\beta$ -облучения на механические свойства поверхностных слоев ионных кристаллов и определить механизмы их деформации и разрушения.
3. Установить спектральные характеристики и виды люминесценции ионных кристаллов при воздействии  $\beta$ -излучения.
4. Определить процессы, протекающие в ионных кристаллах при  $\beta$ -облучении, ответственные за проявление люминесценции и предложить механизм импульсной люминесценции.
5. Установить морфологические особенности индентирования ионных кристаллов с металлом после  $\beta$ -облучения и закономерности их поверхностного электрического пробоя.

#### **Научная новизна:**

1. Установлено, что воздействие низкоэнергетического интенсивного  $\beta$ -излучения приводит к формированию на поверхности ионных кристаллов тонких, нанометрового масштаба (60÷120 нм) слоев с высокой нанотвердостью, сопоставимой со значениями нанотвердости закаленных сталей.
2. Установлено, что в ионных кристаллах,  $\beta$ -облучение приводит к смене механизмов деформации и разрушения поверхности при локальном деформировании. Релаксация напряжений осуществляется преимущественно за счет формирования в зоне локального деформирования микросбросов.
3. Впервые показано, что  $\beta$ -облучение ионных кристаллов сопровождается импульсами люминесценции в видимой и близкой ультрафиолетовой областях.
4. Показано, что люминесценция ионных кристаллов при  $\beta$ -облучении является комбинацией катодолюминесценции, характеризующейся непрерывным свечением, электролюминесценции и рекомбинационной люминесценции импульсного типа, которая характеризуется высоким фотонным выходом.
5. Показано, что в ионных кристаллах с металлом, имплантированным при термоэлектрическом воздействии, при  $\beta$ -облучении изменяется специфика поверхностного электрического пробоя кристаллов. Каналы электрического пробоя образуют на поверхности кристаллов сетку по направлениям  $\langle 110 \rangle$ .

#### **Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Методика  $\beta$ -облучения ионных кристаллов с одновременной регистрацией электрического потенциала, величины фотонного выхода, спектрального состава и типа люминесценции.
2. Явление формирования на поверхности ионных кристаллов при  $\beta$ -облучении слоев с высокой нанотвердостью, сопоставимой с нанотвердостью закаленных сталей.
3. Закономерности и механизмы деформации и разрушения при индентировании поверхностей ионных кристаллов, подвергнутых  $\beta$ -облучению.

4. Явление импульсной люминесценции при  $\beta$ -облучении ионных кристаллов, сопровождающееся накоплением и сбросом потенциала.
5. Механизм импульсной люминесценции наблюдаемой в ионных кристаллах при  $\beta$ -облучении.
6. Закономерности локализации деформации и поверхностного электрического пробоя  $\beta$ -облученных ионных кристаллов с металлом, имплантированным при термоэлектрическом воздействии.

#### **Практическая значимость работы.**

Установленное явление формирования на поверхности ионных кристаллов, при  $\beta$ -облучении, тонких слоев с высокой твердостью может быть использовано для создания упрочняющих покрытий изделий оптики, изготавливаемых из ионных кристаллов и работающих в условиях абразивного износа.

Полученные при выполнении работы результаты могут быть использованы в учебном процессе при изучении курсов «Радиационное материаловедение», «Физические свойства кристаллов», а также могут послужить дополнением к развивающимся теориям прочности и пластичности материалов работающих в условиях радиационных нагрузок.

Наблюдаемую в ионных кристаллах импульсную люминесценцию можно использовать для индикации низкоэнергетических потоков  $\beta$ -частиц.

**Достоверность и обоснованность** полученных в диссертационной работе экспериментальных данных подтверждается их воспроизводимостью при стандартных условиях эксперимента, согласованностью с результатами других авторов. Все научные положения и выводы, сформулированные в диссертации, убедительно аргументированы собственными теоретическими рассуждениями, логикой научного анализа, тщательно проиллюстрированы значительным по объему экспериментальным материалом, не противоречат физическим теориям.

**Апробация работы.** Основные результаты работы были представлены и обсужданы на следующих научных конференциях и семинарах: XVIII, XIX Петербургские чтения по проблемам прочности (С-Петербург, 2008, 2010); XVII Международная конференция «Физика прочности и пластичности материалов» (Самара, 2009), Международный симпозиум «Перспективные материалы и технологии» (Витебск, 2009); III Международная конференция «Деформация и разрушение материалов» (Москва, 2009); I, II Московские чтения по проблемам прочности материалов (Москва, 2009, 2011); Международный семинар «Структурные основы модификации материалов методами нетрадиционных технологий» (Обнинск, 2009, 2011, 2013); XV, Международная конференция «Актуальные проблемы прочности» (Тольятти, 2009); VI Всероссийская молодежная научная конференция «Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений» (Тольятти, 2011); V, VI Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур» (Москва, 2010, 2012); VI

Международная научная конференция «Прочность и разрушение материалов и конструкций» (Оренбург, 2010); XIV Национальная конференция по росту кристаллов (Москва, 2010); IV Международная конференция «Фазовые превращения и прочность кристаллов» (Черноголовка, 2010); XVII Всероссийская научная конференция студентов физиков и молодых ученых (Томск, 2011); 51-ая Международная конференция "Актуальные проблемы прочности" (Харьков, 2011), II Международная научная конференция «Инновационная деятельность предприятий по исследованию, обработке и получению современных материалов и сплавов» (Орск, 2012); II Международная конференция «Влияние высокоэнергетических воздействий на структуру и свойства конструкционных материалов» (Новокузнецк, 2013);

Работа поддержана Российским Фондом Фундаментальных Исследований, (грант №09-01-97514 р\_центр\_a), (грант № 09-01-00454-a), (грант №12 – 01 – 97519 р\_центр\_a) и госзадания 1.691.2011.

**Публикации.** Основное содержание работы изложено в 27 работах, опубликованных в российских и международных научных изданиях. Из них 11 статей опубликовано в журналах из списка, рекомендованного ВАК РФ. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

**Личный вклад.** В работах, написанных в соавторстве, автору принадлежит разработка методов исследования, отладка экспериментальных установок, проведение экспериментов, обработка полученных данных, а также участие в планировании экспериментов, обсуждении результатов и написании статей.

**Структура и объём работы.** Диссертация состоит из введения, трех глав, общих выводов и приложения, содержит 176 страниц текста, включая 55 рисунков, 15 таблиц, списка цитированной литературы, содержащего 222 наименования.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы научная новизна, практическая значимость, цели и задачи диссертационного исследования, представлены основные положения, выносимые на защиту.

**Первая глава** носит обзорный характер. В ней проведен анализ литературных данных по теме диссертационного исследования.

В первой главе описана структура и свойства ионных кристаллов. Рассмотрено и проанализировано влияние различного вида облучений на физические свойства кристаллов, определены области применения обработанных материалов. Особое внимание уделено влиянию  $\beta$ -облучения на ионные кристаллы, и иницилируемым воздействием дефектам структуры.

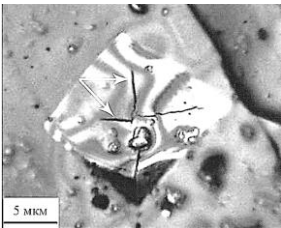
Представлены данные о превращениях, происходящих на поверхности кристаллов под действием облучения  $\beta$ -частицами.

В заключение обзора сформулированы выводы, обосновывающие актуальность диссертационного исследования. Поставлена цель и определены задачи.

**Вторая глава** посвящена исследованию деформации и разрушения облученных  $\beta$ -частицами ионных кристаллов, сопоставлению и сравнению полученных результатов с результатами для не облученных кристаллов.

В экспериментах использовали ионные кристаллы LiF и NaCl, для которых были аналитически оценены различные виды потерь энергии  $\beta$ -излучения, при взаимодействии его с кристаллической решеткой, – это ионизационные и радиационные потери в интервале энергий 40 - 90 кэВ. Кроме того, для этого же интервала энергий были рассчитаны, средняя глубина проникновения  $\beta$ -частиц и потери на тормозное излучение. Оценка данных характеристик проведена с целью определения глубины возбужденного слоя в кристалле, доли различных излучений при торможении  $\beta$ -частиц и количества энергии затраченного на создание и ионизацию дефектов.

В первой части работы проводились исследования механических свойств кристаллов LiF и NaCl, которые облучали в течение 1 часа со стороны поверхности (100). Кристаллы облучали в колонне электронного микроскопа, энергия частиц составляла 50 и 75 кэВ. Изменение механических свойств оценивали по данным микротвердости. Микротвердость измеряли на облученной поверхности и на поверхности (001). Исследования показали, что микротвердость облученной поверхности (100) возрастает по отношению к исходной в 1,2 раза для NaCl и в 2,4 раза

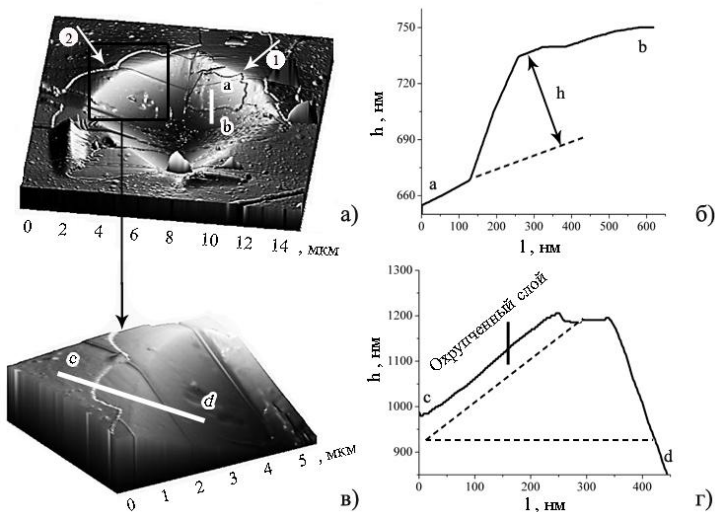


**Рис. 1.** Полосы интерференции на поверхности отпечатка в кристалле NaCl. Стрелками показаны трещины.

для LiF. Глубина слоя с увеличенными значениями микротвердости достигает 100 мкм в LiF, а в NaCl ~ 160 мкм, что согласуется с расчётными данными. Далее исследовали особенности формирования отпечатка при микроиндентировании облученных кристаллов. Обнаружено, что на поверхности, в зоне отпечатка пирамиды Виккерса, формируется периодический волновой рельеф в отличие от необлученного кристалла, где возникает навал. Образование рельефа на поверхности облученных кристаллов подтверждает атомно-силовая микроскопия. Дальнейшие исследования показали,

что при облучении на поверхности ионных кристаллов образуется тонкий поверхностный слой, который может отслаиваться от основного кристалла при индентировании, образуя воздушный зазор, из-за чего наблюдается интерференционная картина (Рис. 1).

Тонкие приповерхностные слои имеют иные механические свойства, в частности, повышенную хрупкость. Так в кристаллах LiF, отмечено образование сколов тонких слоев вокруг отпечатка (Рис. 2 а,в).



**Рис. 2.** АС микрокопия в зоне отпечатка индентора на кристалле LiF. а) общий вид отпечатка, стрелкой 1 показана часть охрупченного слоя, оставшегося на поверхности отпечатка; б) профилограмма отслоившегося участка вдоль линии а–б; в) скол поверхностного слоя, отмеченного на а) стрелкой 2; г) профилограмма скола поверхностного слоя по линии с–d.

Как правило, хрупкое разрушение этих слоев происходит не по плоскостям спайности (рис. 2в), это позволяет предположить, что они находятся в аморфизированном состоянии. Аморфизация происходит за счет образования смещенных атомов, количество которых может достигать 10 % от всех поверхностных атомов. Толщина образованных аморфизированных слоев зависит от энергии бета-излучения и времени воздействия и колеблется в среднем от 70 до 120 нм (Рис. 2 б,в).

**Таблица 1.** Изменение нанотвердости на облученной поверхности LiF.

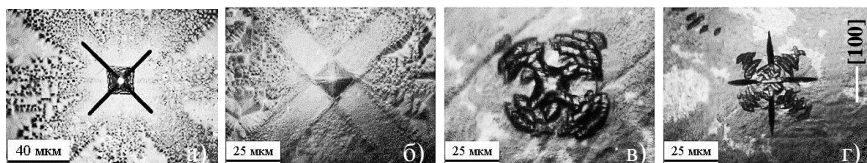
Время облучения, мин.	Без облучения	60 минут
Нанотвердость (Н), ГПа	3,8÷4,1	17,9÷18

Была измерена нанотвердость поверхностных слоев для кристаллов LiF. В таблице 1 представлены ее средние значения, которые показывают, что в тонком поверхностном слое нанотвердость увеличивается более чем в 4 раза после 60 минут облучения по отношению к необлученному кристаллу. В облученном кристалле существенно возрастает упругая составляющая деформации. Нанотвердость поверхностного слоя после 60 минут облучения достигает значений сопоставимых с нанотвердостью закаленной шарикоподшипниковой стали (ШХ-15; Н= 13÷15 ГПа).

Исследованы процессы деформации и разрушения облученных кристаллов при локальном деформировании. Использовали две ориентации индентора – пирамиды Викерса относительно плоскостей кристалла:



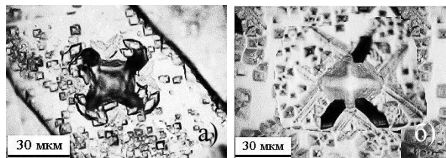
$d\{110\}$ , и  $d\{100\}$  ( $d$ - диагональ отпечатка). Химическим травлением выявлены морфологические особенности деформации и разрушения кристаллов. В необлученных кристаллах при индентировании формируется характерный для ШГК дислокационный “крест”, в лучах которого, при ориентации индентора  $d\{110\}$ , одновременно развиваются микротрещины (Рис. 3а). При ориентации индентора  $d\{100\}$  микротрещины не зарождаются (Рис. 3б). Морфологические характеристики деформации и разрушения облученных кристаллов носят принципиально иной характер. При ориентации индентора  $d\{110\}$  микротрещины не зарождаются. В облученных кристаллах формируется аномальный деформационный “крест” (Рис. 3в). Не выявляется явно плоскость, в которой развивается деформация. Следы выхода сдвигов на поверхность имеет дугообразный вид.



**Рис. 3.** Индентирование кристаллов LiF; необлученного– а)  $d\{110\}$ , б)  $d\{100\}$ , облученного– в)  $d\{110\}$ , г)  $d\{100\}$ .

При смене ориентации индентора  $d\{100\}$  зарождение трещин происходит под ребром индентора, по плоскостям, практически совпадающими с плоскостями спайности  $\{100\}$  (рис. 3г).

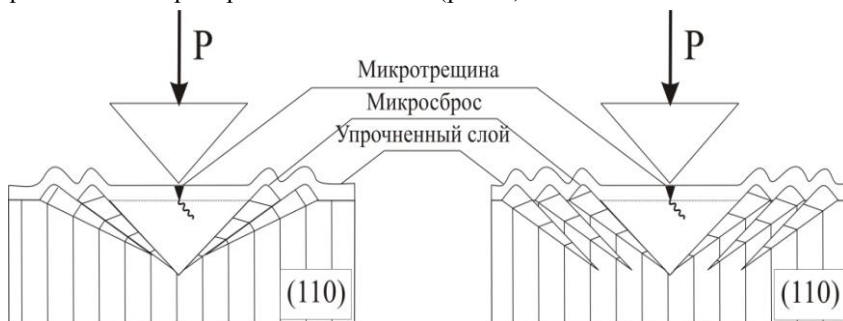
Описанные картины деформации и разрушения наблюдаются в кристаллах, на поверхностях которых сформированы тонкие охрупченные слои (не более 60 нм). В случае деформирования толстых охрупченных слоев ( $\sim 110\div 120$  нм) картины деформации и разрушения иные.



**Рис. 4.** Индентирование облученного кристалла LiF– а)  $d\{110\}$ , б)  $d\{100\}$ .

При ориентации индентора  $d\{110\}$  система трещин развита достаточно слабо и локализована лишь в тонком поверхностном слое (Рис. 4а). Плоскости, в которых развиваются трещины, практически не отклоняются от плоскостей  $\{110\}$ , и зарождаются также под ребром индентора. При повторных травлениях фигуры травления, связанные с трещинами, становятся плоскодонными, что говорит о небольшой глубине их залегания, ограниченной толщиной слоя. В случае ориентации индентора  $d\{100\}$  трещины зарождаются в плоскостях с большими кристаллографическими индексами (Рис. 4б). Из приведенных картин травления видно, что меняются механизмы деформации и разрушения. Это связано с тем, что в облученных

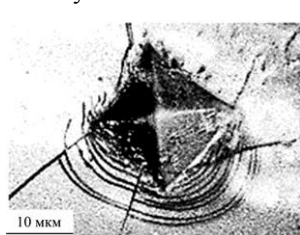
кристаллах образуются не только радиационные дефекты, которые блокируют пластическое течение по плоскостям скольжения  $\{110\}$ , но и упрочненные поверхностные слои, препятствующие выходу дислокаций на поверхность. Релаксация механических напряжений, в этом случае, осуществляется за счет образования микросбросов, и за счет силового вскрытия трещин преимущественно под ребром индентора. Схема образования микросбросов показана на (рис. 5).



**Рис. 5.** Схемы образования микросбросов при индентировании.

В следующей части главы проведены исследования механических характеристик ионных кристаллов с имплантированным металлом [2] после воздействия  $\beta$ -излучения. Образцы испытывали на сжатие на жесткой испытательной машине Instron. Регистрировали значения максимальной деформации, предела прочности и коэффициента упрочнения.

Облучение кристаллов с имплантированным металлом показывает увеличение коэффициента упрочнения практически в 2 раза, по сравнению с необлученными. Отмечено снижение максимального значения деформации.



**Рис. 6.** Индентирование облученного кристалла NaCl с имплантированным Au.

Установлено, что на поверхности кристалла NaCl с металлом при облучении также образуется тонкий поверхностный слой, деформация которого сопровождается образованием трещин. При индентировании пирамидой Вика таких кристаллов также обнаружено образование вокруг отпечатка периодического рельефа. Возникающий рельеф имеет количественные отличия для кристаллов с различным металлом (рис. 6). Деформация локализуется вблизи отпечатка и полосы скольжения не развиваются. В сравнении с облученными кристаллами для образцов с имплантированным металлом и облученными характерно наличие большого количества «волн», а также их большая периферийная развитость. Наблюдаемый рельеф образуется за счет развития микросбросов, а их возросшее количество объясняется дополнительным упрочнением кристалла с металлом при последующем облучении.

В сравнении с облученными кристаллами для образцов с имплантированным металлом и облученными характерно наличие большого количества «волн», а также их большая периферийная развитость. Наблюдаемый рельеф образуется за счет развития микросбросов, а их возросшее количество объясняется дополнительным упрочнением кристалла с металлом при последующем облучении.

В третьей главе исследовали оптическую активность ионных кристаллов при непрерывном облучении их  $\beta$ -частицами. Радиационному воздействию подвергали ионные кристаллы LiF, KCl, NaCl и CaCO<sub>3</sub>. При облучении кристаллов, помимо постоянного свечения в видимом оптическом диапазоне, наблюдали импульсы свечения, причем на кристалле LiF импульсы наблюдали в видимом диапазоне, а на кристаллах NaCl, KCl и CaCO<sub>3</sub> в ближнем УФ диапазоне.

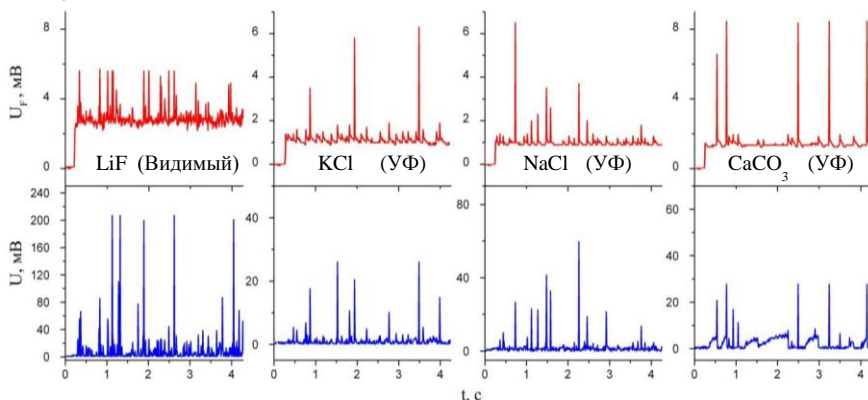


Рис. 7. Изменение потенциала кристалла ( $U$ , мВ) и выхода люминесценции ( $U_F$ , мВ).

Длительность импульса составляет порядка 0,03-0,1 секунды. Замечено, что одновременно с импульсами свечения, скачкообразно меняется потенциал на кристалле. Отмечено, что интенсивность свечения кристаллов не пропорциональна накопленному потенциалу на кристалле, что свидетельствует об участии в люминесценции других процессов. Графики зависимостей люминесценции и потенциала во времени являются подобными и качественно не зависят от типа кристалла (Рис. 7).

Для кристаллов LiF была произведена оценка зависимости выхода люминесценции от облучаемой площади кристалла, а также от энергии  $\beta$ -частиц. Так, при облучении кристалла с площадью поверхности  $S=0,84 \text{ см}^2$ , светимость кристалла достигает  $\sim 2,5 \text{ Лм/м}^2$ , а при  $S=6 \text{ см}^2$ , светимость  $\sim 4,5 \text{ Лм/м}^2$ . При увеличении облучаемой площади увеличивается световой выход, увеличение светового выхода в зависимости от площади облучения можно объяснить только люминесценцией.

Далее исследовали поведение системы: кристалл – внешнее воздействие методами нелинейных динамических систем. Для анализа временных зависимостей потенциала на кристалле и фотоэлементе, применяли Фурье преобразование по отдельности к временным зависимостям напряжения на фотоэлементе и на кристалле и строили столбчатую диаграмму.

Оказалось, что эти сигналы синфазны, поскольку частоты их колебаний совпадают. Для дальнейшего анализа данных использовали метод построения фазовых портретов на псевдофазовой плоскости. Всплески, отмеченные стрелками 1,2,3 (Рис. 8) показывают синхронные изменения в системе.

Анализируя график корреляционной размерности для данных сигналов, установили, что ее значения после насыщения убывают. Это означает, что данная динамическая система является неслучайной, а ее поведение характеризуется определенным набором параметров.

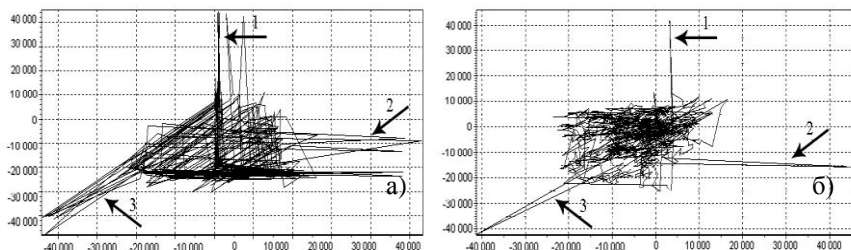


Рис. 8. Фазовые портреты сигналов а) фотоэлемента  $-U_F$ ; б) потенциала кристалла  $-U$ .

Эволюция фазовой системы показывает, что существует определенная зависимость между потенциалом и люминесценцией, но и указывает на присутствие других процессов, которые также могут принимать участие в возбуждении люминесценции. Далее был исследован видимый спектр люминесценции

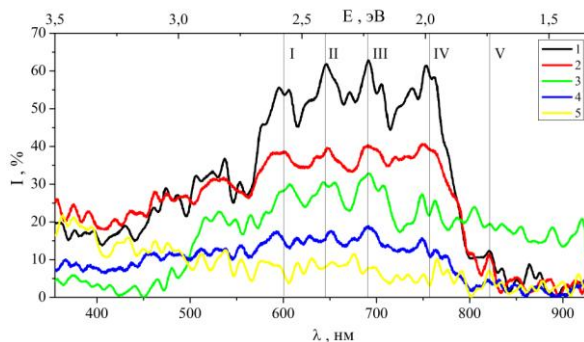
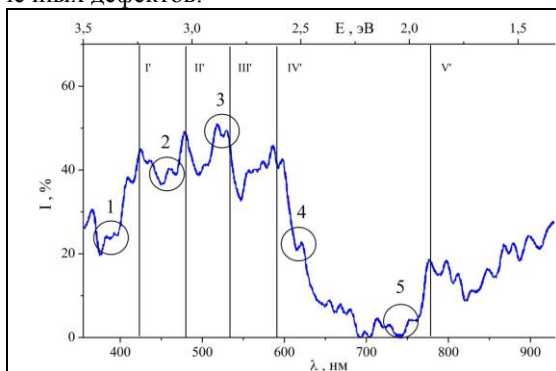


Рис. 9. Спектр постоянной люминесценции кристалла LiF в процессе облучения; 1) после 5 мин., 2) 10 мин., 3) 15 мин., 4) 20 мин., 5) шум.

кристаллов LiF при облучении  $\beta$ -частицами. Спектрометрически, были выделены спектры постоянного и импульсного излучения. Спектр постоянного, люминесцентного излучения сплошной, но также присутствуют участки с максимумами, характеризующиеся шириной до 50 нм, такие линии характерны для центров окраски. Анализируя полученные спектрограммы можно увидеть, что спектр постоянного излучения не изменяется в процессе облучения (Рис. 9). Уменьшение интенсивности постоянной люминесценции во время облучения связано с окрашиванием кристалла.

В отличие от спектра постоянной люминесценции, спектр импульсной люминесценции кристалла (Рис. 10) с течением времени смещается в сторону длинных волн (Табл. 3). В спектре, приведенном на рисунке 10 можно выделить характерные участки 1-5, которые связаны со следующими процессами. Участок 1 характеризует полосу поглощения  $F_3$  центра, 2–  $F_2$  центра, 3– люминесценцию  $F_3^+$  центра, 4– полосу поглощения  $F_2^+$  центра, 5–  $F_3^-$  центра.

То есть процесс люминесценции связан с процессами создания, ионизации и релаксации точечных дефектов.



**Рис. 10.** Спектр импульсной люминесценции кристалла LiF в процессе облучения.

**Таблица 3.** Спектр импульсного излучения кристалла LiF.

Продолжительность облучения, мин.	I', эВ	II', эВ	III', эВ	IV', эВ	V', эВ
0-5	3,25	3,1	2,8	2,6	1,85
10-15	3,15	2,85	2,65	2,45	1,75

Смещение спектра в длинноволновую область происходит за счет взаимодействия центров свечения друг с другом, в случае большой концентрации последних в кристалле. Результатом такого взаимодействия становится уменьшение энергии квантового выхода. Таким образом, процесс люминесценции связан с процессами создания, ионизации и релаксации точечных дефектов.

Анализируя результаты исследований мы строим дальнейшие модельные представления возникновения импульсной люминесценции основываясь на том что:

- 1) Сигналы зависимостей люминесценции и потенциала от времени синфазны в начале облучения, а при дальнейшем воздействии эта зависимость нарушается, что подтверждает Фурье анализ и построение фазовых портретов.
- 2) Фотонный выход только электролюминесценции на порядок ниже наблюдаемой люминесценции.
- 3) Максимумы в спектрах излучения люминесценции связаны с излучением ионизированных центров окраски, а изменение их положения на шкале длин волн, связано с процессами взаимодействия центров окраски.

Таким образом имеют место два процесса вызывающие явление импульсной люминесценции это электро- и рекомбинационная люминесценции. Первый процесс преобладает в начале облучения и связан с возбуждением центров свечения ударной ионизацией, а второй реализуется с

момента инициации высокой концентрации оптических центров  $\beta$ -облучением и проявляется при их взаимодействии со свободными носителями заряда.

Механизм, отвечающий за возникновение электролюминесценции в ионном кристалле заключается в возбуждении центров свечения в процессе ударной ионизации (Рис. 11а, переход 1). Порог ионизации кристалла составляет  $\sim 10$  эВ, что выше энергии кванта, излучаемого при люминесценции 2,8 эВ (излучение  $F_3^+$  центра). Очевидно, что свечение в данной полосе не может быть обусловлено рекомбинацией возбужденного в

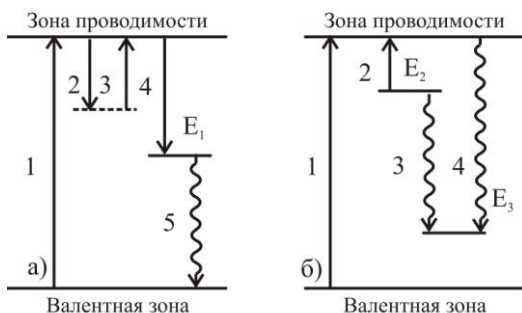
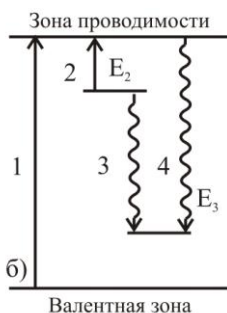


Рис. 11. Схема люминесценции,  $E_1$ ,  $E_2$  и  $E_3$  – энергетические уровни центра окраски, донора и акцептора.



процессе ударной ионизации электрона. Поэтому предполагаем ступенчатую рекомбинацию, включающую в себя безизлучательный переход 4 и излучательный переход 5 с уровня центра окраски  $E_1$ , отстоящего на 2,8 эВ от валентной зоны. Этот процесс может прерываться из-за автолокализации носителей на дырках (Рис. 11 а, переходы 2,3). Фотонный выход электро-

люминесценции незначителен.

Наблюдаемая импульсная люминесценция характеризуется высоким световым выходом. Увеличение светового выхода происходит за счет рекомбинационных процессов взаимодействия центров окраски, при высокой их объемной плотности, со свободными носителями заряда. Кроме того, при облучении кристалла электрон может быть возбужден в зону проводимости с состояний валентной зоны, (Рис. 11 б, переход 1) или с уровней точечных дефектов (Рис. 11 б, переход 2). При этом имеет место рекомбинация, например электронов, с собственными дырочными центрами окраски (Рис. 11 б, переходы 3,4). Таким образом, механизм импульсной люминесценции заключается в совокупности процессов возбуждения центров свечения ударной ионизацией и рекомбинационных процессов, взаимодействий точечных дефектов со свободными носителями заряда. Импульсы свечения связаны с тем, что процесс возбуждения центров свечения носит вероятностный характер. Вероятность излучательного перехода зависит от концентрации носителей в зоне проводимости [1]. Этим объясняется аperiodичность сигналов импульсной люминесценции и различная величина амплитуды сигнала.

Импульсное изменение потенциала кристалла связано с увеличением проводимости поверхности кристалла за счет ионизации атомов кристаллической решетки и дефектов, и увеличения их скорости движения

наведенным электромагнитным полем. Релаксация потенциала происходит обратной рекомбинацией ионов. Также возможен скачок потенциала за счет стекания заряда на заземленный электрод, по механизму короткого замыкания.

Затем был исследован процесс развития электрического пробоя по поверхности ионных кристаллов, который наблюдается при облучении. Разрядные каналы формируются по произвольным направлениям. Образование каналов пробоя происходит по микротрещинам, которые образуются вследствие термоупругих напряжений, возникающих при  $\beta$ -облучении. Пробои возникают из-за сильной металлизации поверхности. Следует отметить, что интенсивность излучения при возникновении пробоя является пренебрежимо малой величиной по сравнению с интенсивностью импульсной люминесценции кристаллов и носит совершенно иной характер.

При облучении кристаллов с имплантированным металлом также развиваются каналы пробоя. Но в данном случае каналы ориентированы по направлениям [110], характерной особенностью которых является наличие зон оплавления и микротрещин в русле канала. По-видимому, наибольшее выделение частиц имплантированного металла происходит вдоль плоскостей с наиболее плотной упаковкой – плоскостей скольжения {110}. Появление частиц металла способствует развитию электрического пробоя. Выделение джоулева тепла на частицах металла приводит к оплавлению поверхностей канала пробоя, появлению термических напряжений и растрескиванию.

**Приложение.** В приложении приведены результаты по исследованию поведения аморфных металлических сплавов на основе Co и нанокристаллических сплавов на основе Fe при воздействии  $\beta$ -излучения.

### ОБЩИЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1. Показано, что воздействие низкоэнергетического интенсивного  $\beta$ -излучения приводит к формированию на поверхности ионных кристаллов тонких нанометрового масштаба слоев, обладающих высокой нанотвердостью, сопоставимой с нанотвердостью закаленных сталей. Высокие значения нанотвердости связаны с аморфизацией поверхностных слоев за счет образования радиационных дефектов, в частности, смещенных атомов (до 10% от поверхностных), что приводит к блокировке дислокационной пластичности и, как следствие, высокой хрупкости.
2. Показано, что формирование в ионных кристаллах тонких поверхностных слоев с высокой нанотвердостью вызывает смену механизмов деформации и разрушения при локальном деформировании кристаллов. Подавление дислокационной пластичности в плоскостях {110} за счет радиационных дефектов и упрочнения поверхностных слоев исключает развитие разрушения в этих плоскостях. Релаксация напряжений осуществляется преимущественно за счет формирования в зоне локального деформирования микросбросов, а разрушение зарождается, как правило, в

охрупченных слоях за счет силового вскрытия микротрещины под ребром индентора.

3. Разработана методика  $\beta$ -облучения ионных кристаллов, позволяющая одновременно регистрировать потенциал на кристалле, величину фотонного выхода люминесценции, определять спектральный состав излучения и дифференцировать постоянную и импульсную составляющие люминесценции.

4. Показано, что  $\beta$ -облучение ионных кристаллов сопровождается импульсами люминесценции в видимой и близкой ультрафиолетовой областях, на фоне постоянной катодолюминесценции. Импульсная люминесценция кристаллов LiF, обусловлена возбуждением центров свечения ударной ионизацией и последующим обратным, ступенчатым переходом, сопровождающимся излучением в видимой области. А также рекомбинационным процессом взаимодействия центров окраски и свободных носителей заряда путем непрямых переходов или по донорно-акцепторному механизму. В кристаллах KCl, NaCl и CaCO<sub>3</sub>, люминесценция происходит по тому же механизму, с энергией квантов излучения более 3,5 эВ.

5. Установлено, что импульсная люминесценция сопровождается скачком потенциала на кристалле. Это связано с увеличением проводимости поверхности кристалла за счет ионизации атомов кристаллической решетки и различного рода дефектов. Время жизни свободных ионов в кристалле незначительно, что вызывает сброс потенциала путем обратной рекомбинации ионов. Кроме того, импульсное изменение потенциала происходит при стекании заряда по поверхности кристалла на заземленный электрод, по механизму короткого замыкания.

6. Показано, что в ионных кристаллах с металлом, имплантированным при термоэлектрическом воздействии, при  $\beta$ -облучении изменяется специфика поверхностного электрического пробоя кристаллов. Каналы электрического пробоя образуют на поверхности кристаллов сетку по направлениям  $\langle 110 \rangle$ , что обусловлено локализацией имплантированного металла вдоль плоскостей с наиболее плотной упаковкой.

### **СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Пайпер, В. Электролюминесценция / В. Пайпер, Ф. Вильямс // УФН. – 1960 – Т. 70. – Вып. 4. – С. 621-677.
2. Кочергина Ю.А. Закономерности изменения структуры поверхностей и свойств ионных кристаллов с металлом, имплантированным термоэлектрическим воздействием: дисс. ... канд. физ.-мат. наук // Белгород. 2013. – 162 с.

### **ОСНОВНЫЕ РАБОТЫ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ**

*Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ*

1. Федоров, В. А. Поведение щелочно-галоидных кристаллов под воздействием низкоэнергетического потока  $\beta$ -частиц / В. А. Федоров, А. В.



- Чиванов, Г. В. Новиков // Известия РАН. Серия физическая, – 2012, – Т. 76, – № 1, – с. 118-122.
2. Fedorov, V.A. Behavior of Alkali Halide Crystals under the Influence of a Low-Energy Flux of  $\beta$ -Particles / V.A. Fedorov, G.V. Novikov, A.V. Chivanov // Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics. Allerton Press, Inc., 2012, – Vol.76, – №1, – pp. 106-109.
3. Новиков, Г.В. Влияние концентрированного потока низкоэнергетического  $\beta$ -облучения на свойства аморфных и нанокристаллических сплавов / Г.В. Новиков, А.В. Летнев, А.В. Чиванов, В.А. Федоров // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. Тамбов. – 2008. – Т. 13. – № 4. – С. 247-248.
4. Чиванов, А.В. Поведение щелочно-галлоидных кристаллов при  $\beta$ -облучении. / А.В. Чиванов, Г.В. Новиков, В.А. Федоров, А.В. Гриднев // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. Тамбов. – 2010. – Т. 15. – Вып. 3. – Часть 1. – С. 1097-1098.
5. Новиков, Г.В. Проводимость поверхности диэлектрика в вакууме под действием потока  $\beta$ -частиц. / Г.В. Новиков, А.В. Гриднев, А.В. Чиванов В.А. Федоров // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. Тамбов. – 2010. – Т. 15. – Вып. 3. – Часть 1. – С. 1090-1092.
6. Новиков, Г.В. Влияние монохроматического  $\beta$ -излучения на ионные кристаллы. / Г.В. Новиков, А.В. Гриднев, А.В. Чиванов, В.А. Федоров // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. Тамбов. 2010. – Т. 15. – Вып. 3. – Часть 2. – С. 1238-1241.
7. Новиков, Г.В. Импульсная люминесценция ЩГК, вызванная воздействием низкоэнергетического потока  $\beta$ -частиц / Г.В. Новиков, А.В. Чиванов, В.А. Федоров // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. Тамбов. – 2010. – Т. 15. – № 6. – С. 1799-1804.
8. Новиков, Г.В. Изменения состояния поверхности и процесса люминесценции ЩГ кристаллов под непрерывным потоком  $\beta$ -частиц./ Г.В. Новиков, А.В. Чиванов, К.О. Нестеров, В.А. Федоров // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. Тамбов. – 2011. – Т. 16. – № 1. – С. 157-159.
9. Федоров, В.А. Исследование изменения механизмов деформации и разрушения при индентировании облученных  $\beta$ -частицами ЩГК методами фрактографического анализа и многократного травления / В.А. Федоров, Г.В. Новиков, Ю.А. Кочергина, А.В. Чиванов // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. Тамбов. 2013. – Том 18, – Вып. 1, – С. 138-143.
10. Федоров, В.А. Исследование оптической активности кристаллов LiF при их облучении интенсивным потоком  $\beta$ -частиц. / Федоров В.А. Новиков Г.В. // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. Тамбов. 2013. – Том 18, – Вып. 3, – С. 1142-1147.

11. Федоров, В.А. Изменение процессов деформации и разрушения облученных  $\beta$ -частицами кристаллов LiF при микроиндентировании и исследование влияния  $\beta$ -облучения на механические характеристики кристаллов в нано и микрообъемах / В.А. Федоров, Г.В. Новиков // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. Тамбов. 2013. – Том 18, – Вып. 4, – С. 2048-2053.

*В других изданиях*

12. Fedorov, V.A. Mechanism and model of impulse luminescence in АНС by the action of beta-particles stationary flow / V.A. Fedorov, G.V. Novikov, A.V. Chivanov // Materials Physics and Mechanics. Institute of Problems of Mechanical Engineering. Sankt Petersburg, 2012, – Vol. 13, – №1, – pp. 51-56

13. Новиков, Г.В. Поведение кристаллов LiF под воздействием интенсивного потока  $\beta$ -частиц / Г.В. Новиков, А.В. Гриднев, А.В. Чиванов, В.А. Федоров // Материалы VI Международной научной конференции «Прочность и разрушение материалов и конструкций». Оренбург. – 2010. – С. 104-108

14. Новиков, Г.В. Поведение ионных кристаллов под воздействием непрерывного монохроматического  $\beta$ -излучения / Г.В. Новиков А.В. Гриднев А.В. Чиванов В.А. Федоров // Сборник трудов XIV Национальной конференции по росту кристаллов. М.: ИК РАН, – 2010. – С. 235.

15. Новиков, Г.В. Влияние интенсивного потока  $\beta$ -частиц на кристаллы LiF. / Г.В. Новиков, А.В. Гриднев, А.В. Чиванов, В.А. Федоров // Сб. докладов IV Международной конференции «Фазовые превращения и прочность кристаллов». Черноголовка, 2010. – С.76

16. Новиков, Г.В. Исследование спектра импульсной люминесценции возбуждаемой в кристалле низкоэнергетическими электронами. / Г.В. Новиков, К.О. Нестеров, А.В. Чиванов, В.А. Федоров // Материалы 51-й Международной конференции "Актуальные проблемы прочности". Украина. Харьков: ННЦ ХФТИ, – 2011. – С.79.

17. Новиков, Г.В. Исследование морфологических особенностей локальной деформации ЩГК после  $\beta$ -облучения. / Г.В. Новиков, К.О. Нестеров, А.В. Чиванов, В.А. Федоров // VI Всероссийская молодежная научная конференция "Микромеханизмы пластичности, разрушения и сопутствующих явлений". Тольятти. – 2011. – С.66-67.

18. Новиков, Г.В. Исследование морфологических особенностей и механизмов локальной деформации ЩГК после  $\beta$ -облучения. / Г.В. Новиков, К.О. Нестеров, А.В. Чиванов, В.А. Федоров // Тезисы докладов Вторых Московских чтений по проблемам прочности материалов. М.. Изд-во ИПХФ РАН г. Черноголовка, – 2011. – С.116.

19. Новиков, Г.В. Исследование спектра импульсной люминесценции возбуждаемой в кристалле LiF потоком  $\beta$ -частиц. / Г.В. Новиков, К.О. Нестеров, А.В. Чиванов, В.А. Федоров // Тезисы докладов XI

Международного семинара "Структурные основы модификации материалов (МНТ-ХI). Обнинск, – 2011. – С.88-89.

20. Федоров, В.А. Структура и морфология поверхностей щелочно-галоидных кристаллов, формирующаяся при термоэлектрическом и электронном воздействиях / В.А. Федоров, Ю.А. Кочергина, Г.В. Новиков, Карьев Л.Г. // Коллективная монография. "Структура и морфология поверхностей щелочно-галоидных кристаллов, формирующаяся при термоэлектрическом и электронном воздействиях" Новокузнецк.– 2011. – С. 110-117.

21. Федоров, В.А. Природа импульсной люминесценции, возникающей при непрерывном облучении фтористого лития  $\beta$ -частицами. / В.А. Федоров, Г.В. Новиков, А.В. Чиванов // Инновационная деятельность предприятий по исследованию, обработке и получению современных материалов и сплавов: сборник докладов II Международной научной конференции Орск. М.: Машиностроение. – 2012, – Т.2. – С.374-383

---

Отпечатано в издательстве «Нобелистика» МИНЦ

Лицензия ЛР № 070797 от 16.12.97.

Изд. заказ № 60, тип. заказ. 67, тираж 100 экз.

Объем 1,0 усл. печ. л.

Подписано в печать 11.08.2013.

Россия 392680 г. Тамбов, ул. Монтажников 3,

т. 50-46-00

