

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2023-2-42-48>

УДК 538.971; 537.862

РАДИАЦИОННЫЕ ДЕФЕКТЫ В НАНОСТРУКТУРНЫХ КОМПАКТАХ ZrO_2 , ОБЛУЧЕННЫХ ЭЛЕКТРОННЫМИ И ИОННЫМИ ПУЧКАМИ

А. Давлетбекова^{1*}, С. Никифоров², Д. Ананченко²,
Г. Аралбаева¹, Г. Ахметова-Абдик¹

¹ НАО «Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева», Астана, Казахстан

² Уральский Федеральный Университет, Екатеринбург, Россия

* E-mail для контактов: alma_dauletbek@mail.ru

Исследованы спектры термолюминесценции (ТЛ) и ЭПР наноструктурных компактов моноклинного ZrO_2 , облученных тремя видами облучения: импульсным потоком 130 кэВ электронов, пучком 10 МэВ электронов, а также пучком ионов 220 МэВ Хе. Облучение образцов 10 МэВ электронами и ионами приводит к образованию в них F^+ центров. Термическое разрушение указанных центров наблюдается в интервале температур 375–550 К для электронно-облученных и 500–700 К для ионно-облученных компактов. Падение концентрации F^+ центров связано с опустошением ловушек, ответственных за ТЛ пики в указанном температурном интервале. В образцах, облученных ионным пучком, обнаружены новые парамагнитные центры с g-факторами 1,963 и 1,986, в формировании которых, вероятно, участвуют ионы Zr^{3+} и кислородные вакансии., термическое разрушение происходит в интервале температур 500–873 К.

Ключевые слова: диоксид циркония, ионное облучение, электронное облучение, парамагнитные дефекты, F^+ центры, термическая стабильность дефектов.

ВВЕДЕНИЕ

Оксид циркония – широкозонный диэлектрик ($E_g = 5-7$ eV), обладающий высокими механическими (прочность, тугоплавкость), а также функциональными (прозрачность в широком диапазоне длин волн, высокий показатель преломления, низкая токсичность, высокая ионная проводимость, низкая теплопроводность) свойствами. Указанные свойства определяют широкие возможности применения ZrO_2 в промышленности в качестве материала термобарьерных покрытий [1, 2], электрохимических устройств, датчиков кислорода [3], в медицине, как материал для имплантатов и протезов [4, 5], а также в микро- и оптоэлектронике в виде диэлектрических подложек и тонких пленок [6, 7]. Оптические и люминесцентные свойства данного материала во многом определяются наличием структурных дефектов, что особенно важно при его использовании в условиях интенсивных радиационных полей (атомные станции, космическая электроника). Корпускулярное излучение с энергией частиц большей пороговой (1 МэВ для электронов), вызывает образование центров F-типа (кислородных вакансий с захваченными электронами) в ZrO_2 по ударному механизму [8]. Известно, что указанные дефекты оказывают значительное влияние на оптические и люминесцентные свойства оксидных диэлектриков [9, 10].

Одним из наиболее чувствительных методов изучения радиационно-индуцированных дефектов в материалах является ЭПР спектроскопия. Основными парамагнитными дефектами в ZrO_2 являются центры, связанные с ионами Zr^{3+} (поверхностный и объемный Zr^{3+} , T-центр), кислородно-дырочные центры или ОНС (O-центры) и центры F-типа (однократно ио-

низованные кислородные вакансии (F^+) и дивакансии (F_2^{++}). Ионы Zr^{3+} обнаруживали ранее в исходном, термически обработанном и облученном УФ ZrO_2 [11–13]. Радиационно-индуцированный T-центр, представляющий собой ион Zr^{3+} расположившийся в шестикратной позиции тригональной симметрии, связанной с двумя кислородными вакансиями, наблюдались в ZrO_2 после электронного и ионного облучения [14]. ОНС-центры, такие как O⁻ центр (дырка, захваченная кислородом), формируются в ZrO_2 после рентгеновского и гамма-облучения [12, 15]. F^+ -центр был зарегистрирован в ZrO_2 после гамма [12], электронного и ионного облучения [14], а также отжига данного материала в атмосфере водорода [11].

Несмотря на достаточное количество публикаций на тему парамагнитных радиационных дефектов в ZrO_2 остается недостаточно изученной их термическая стабильность. Исследование термической стабильности радиационных дефектов представляет важную задачу, поскольку термический отжиг является способом устранения дефектности и восстановления эксплуатационных характеристик устройств на основе ZrO_2 . Термический распад парамагнитных центров может сопровождаться высвечиванием пиков ТЛ. Известно, что ТЛ кривая ZrO_2 , облученного электронами, содержит два пика при 400 и 500 К [16, 17]. Однако на сегодняшний момент остается не выясненной связь указанных ТЛ пиков с распадом радиационно-индуцированных парамагнитных дефектов в ZrO_2 .

Отдельный интерес представляет изучение взаимосвязи парамагнитных дефектов и ТЛ свойств наноструктурной модификации диоксида циркония.

Известно, что наноструктурные материалы обладают повышенной стойкостью к образованию радиационных дефектов по сравнению с монокристаллическими аналогами, в связи с чем являются перспективными материалами для высокодозной (более 10 Гр) люминесцентной дозиметрии.

Цель данной работы – идентификация радиационных дефектов в образцах моноклинного наноструктурного ZrO_2 , облученного тяжелыми ионами и электронами различных энергий, и оценка их термической стабильности.

СИНТЕЗ НАНОСТРУКТУРНЫХ КОМПАКТОВ ZrO_2 И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Компакты были синтезированы из наноструктурного порошка диоксида циркония с размером частиц 30–50 нм (компания «Плазмотерм», РФ) методом одноосного прессования в форме таблеток, диаметром 5 мм и толщиной 1 мм. Доля моноклинного ZrO_2 в исследуемом порошке по данным рентгенофлуоресцентного анализа составляла не менее 99,02%, в качестве примесей присутствовали соединения HfO_2 (0,331%), Cl (0,458%), K_2O (0,110%), TiO_2 (0,069%), PdO (0,009%), Rb_2O (0,006%).

Компакты облучали тремя разными видами излучения: 1) ионами ксенона с энергией 220 МэВ на ускорителе тяжелых ионов ДЦ-60 (Астана, Казахстан); 2) электронами с энергией 130 кэВ на импульсном электронном ускорителе РАДАН-ЭКСПЕРТ (длительность импульса 2 нс, плотность тока 60 А/см², доза за один импульс 1,5 кГр); 3) электронами с энергией 10 МэВ на линейном ускорителе УЭЛР-10-10С (Екатеринбург, УрФУ).

Были рассчитаны пробеги электронов (глубина проникновения) методом моделирования в программе CASINO V2.5, базирующемся на методе Монте-Карло. В качестве исходных данных использовались значения энергии электронов, плотности образцов и толщины мишени. Пробег ионов ксенона рассчитывался с помощью программы SRIM-2013.

По результатам расчета при энергии электронов 130 кэВ пробег электрона равен 260 мкм, для энергии электронов 10 МэВ – 60 мм и они пронизывают весь образец. Длина пробега иона 220 МэВ Хе $R = 13$ мкм.

Два типа электронных пучков с разной энергией электронов были использованы, поскольку один из них (10 МэВ) способен приводить к образованию в ZrO_2 новых радиационных центров F-типа по ударному механизму, а второй (130 кэВ) только изменяет зарядовое состояние существующих дефектов.

Для электронов с энергией 10 МэВ был произведен расчет поглощенных доз по известным значениям флюенса. Расчет производился по формуле:

$$D = \frac{1,6 \cdot 10^{-19} \cdot E \cdot \Phi}{\rho \cdot R}, \quad (1)$$

где E – энергия электронов, эВ; Φ – значение флюенса, m^{-2} ; ρ – плотность образцов, kg/m^3 ; R – пробег электронов, м.

ТЛ измеряли с помощью фотоумножителя с максимумом спектральной чувствительности при 400–420 нм при линейной скорости нагрева 2 К/с.

ЭПР измерения проводились ЭПР спектрометром Bruker ELEXSYS 580 с резонансной частотой 9,78 ГГц в диапазоне значений магнитного поля от 500 до 6000 Гс. ЭПР спектры регистрировались при комнатной температуре после нагрева образцов в диапазоне 323–873 К с шагом 20 К.

Ускоритель РАДАН-ЭКСПЕРТ также использовался для измерения импульсной катодolumинесценции (ИКЛ).

Фотolumинесценция (ФЛ) измерялась на спектрофлуориметре СОЛАР.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В спектрах ФЛ и ИКЛ необлученных образцов и облученных электронным/ионным пучками наблюдается полоса свечения с максимумом 480 нм, которая указывает на присутствие в этих образцах кислородных вакансий. Интенсивность ФЛ полосы при 480 нм (возбуждаемой $\lambda = 230$ нм) немонотонно зависит от флюенса пучка ионов Хе (рисунок 1).

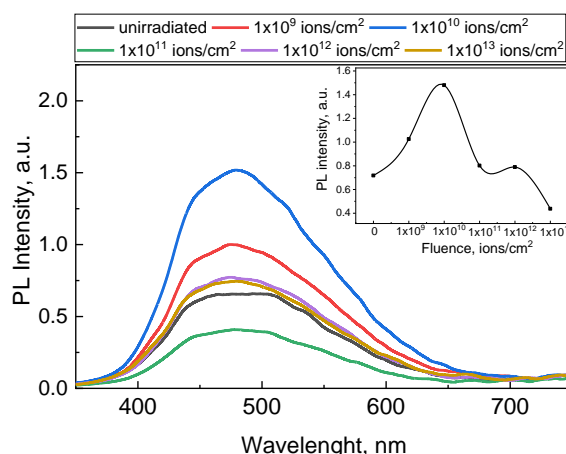


Рисунок 1. Спектры ФЛ необлученного ZrO_2 и облученного пучком ионов Хе (220 МэВ) с разным флюенсом. На вставке – зависимость интенсивности ФЛ при 480 нм от флюенса.

Для идентификации дефектов в ZrO_2 были измерены спектры ЭПР исходных компактов ZrO_2 и облученных различными источниками излучения (рисунок 2). Спектр ЭПР необлученных компактов ZrO_2 содержит сигнал при значении магнитного поля $H = 3560$ Гс с $g = 1,965$ шириной от пика до пика $H_{pp} = 37$ Гс. Указанный сигнал связан с парамагнитными ионами Zr^{3+} , которые вероятно образовались в процессе синтеза исходных нанопорошков ZrO_2 [11, 18, 19].

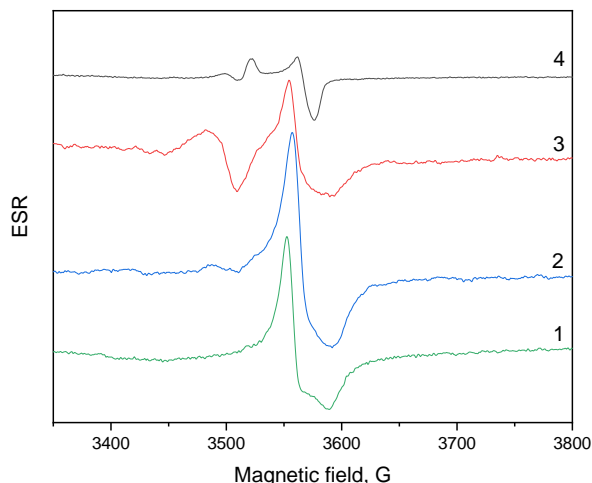


Рисунок 2. Спектры ЭПР необлученного ZrO_2 (1) и облученного электронным пучком с энергией 130 кэВ (доза 15 кГр) (2), 10 МэВ (флюенс 10^{15} электронов/см²) (3) и ионами 220 МэВ Хе (флюенс 10^{13} ионов/см²) (4)

В спектрах ЭПР компактов, облученных электронами с энергией 130 кэВ (доза 15 кГр), как и в исходных компактах присутствует сигнал от Zr^{3+} с $g = 1,965$ шириной $H_{pp} = 32$ Гс. В дополнение к нему появляется малоинтенсивный сигнал с $g = 1,999$, который указывает на наличие следовой концентрации F^+ -центров в облученных компактах. Ранее F^+ -центр был зарегистрирован в ZrO_2 после электронного и ионного облучения и представлял линию с малой анизотропией g -фактора ($g_{\perp} = 1,972$ и $g_{\parallel} = 1,996$) [14]. Некоторые авторы сообщают, что F^+ -центр характеризуется изотропным сигналом с g -фактором, близким к значению для свободного электрона ($g_e = 2,0023$) [11, 12]. Образование F^+ -центров при облучении электронным пучком с энергией 130 кэВ может происходить вследствие захвата электронов кислородными вакансиями, присутствующими в исходных образцах.

Установлено, что облучение компактов электронами с энергией 10 МэВ (рисунок 2) приводит к увеличению интенсивности ЭПР сигнала с $g = 1,999$ ($H_{pp} = 27$ Гс) от F^+ -центров. Это указывает на интенсивные процессы генерации данных центров в ZrO_2 по ударному механизму.

Обнаружено, что облучение исследуемых компактов ZrO_2 пучком ионов ксенона с флюенсом до 10^{13} ионов/см² не приводит к изменению спектра ЭПР по сравнению с исходным образцом. В спектрах указанных компактов присутствует сигнал Zr^{3+} с $g = 1,963$ ($H_{pp} = 35$ Гс). В образцах, облученных ионным пучком с флюенсом 10^{13} ионов/см², спектр ЭПР значительно трансформируется, в нем больше не наблюдается сигнал от ионов Zr^{3+} (рисунок 2). Вместо него появляются сигналы при 3568 Гс ($g = 1,963$), 3500 Гс ($g = 1,998$) и 3525 Гс ($g = 1,986$). Сигнал с $g = 1,998$ ($H_{pp} = 12$ Гс), вероятно, связан с наличием F^+ -центров в облученных ионами образцах. Сигналы

с $g = 1,986$ и $1,963$ ($H_{pp} = 15$ Гс) могут быть отнесены к новому ранее не идентифицированному радиационно-индуцированному центру.

Была изучена термическая стабильность парамагнитных центров в облученных электронами и ионами образцах. На рисунке 3 представлены зависимости интенсивности ЭПР F^+ -центров ($g = 1,999$) и ионов Zr^{3+} ($g = 1,965$) от температуры нагрева и ТЛ таблеток, облученных электронами с энергией 10 МэВ. Интенсивность ЭПР сигнала F^+ -центров резко уменьшается в промежутке температур от 375 до 550 К. Данный интервал совпадает с температурами, при которых в исследуемых образцах наблюдается ТЛ. Из рисунка 3 видно, что кривая ТЛ образцов, облученных электронами с энергией 10 МэВ, содержит два пика ТЛ при 410 и 500 К. Поскольку нагрев образцов при исследовании термической стабильности парамагнитных центров и измерении ТЛ проводился в одинаковом режиме, можно сделать вывод, что изменение концентрации F^+ -центров при нагреве может быть связано с изменением их зарядового состояния вследствие захвата электронов, освобожденных из ловушек, ответственных за ТЛ.

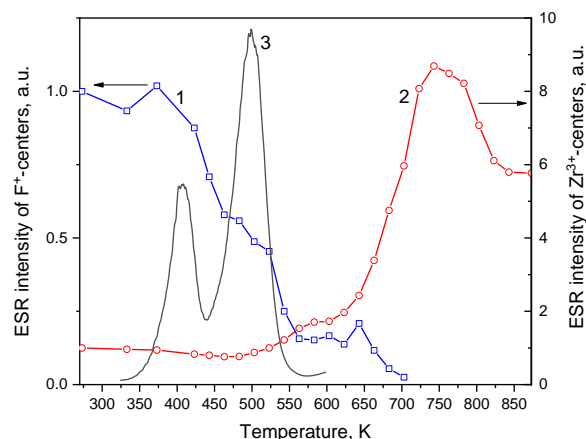


Рисунок 3. Зависимость интенсивности ЭПР сигнала F^+ -центров (1), ионов Zr^{3+} (2) от температуры нагрева и ТЛ (3) ZrO_2 , облученного электронным пучком с энергией 10 МэВ

Интенсивность сигнала ЭПР, связанного с Zr^{3+} , не меняется в диапазоне температур 280–525 К (рисунок 3). При дальнейшем увеличении температуры до 750 К интенсивность сигнала увеличивается в 8,7 раз. При температурах выше 750 К интенсивность сигнала падает, но не возвращается до значения, характерного для облученного образца. Изменение интенсивности ЭПР Zr^{3+} не связано с опустошением ловушек в исследуемом материале, поскольку, по данным наших экспериментов, в диапазоне температур 600–850 К пики ТЛ не наблюдались. Рост концентрации Zr^{3+} с увеличением температуры отжига может быть связан с превращением ионов Zr^{4+} в Zr^{3+} , обусловленным захватом электрона. Донорами электронов при этом могут являться кислородные вакансии, захва-

тившие один или два электрона, а также ионы O^{2-} в случае, если в катионных узлах, расположенных вблизи этих ионов, имеется дефицит положительного заряда.

Далее была исследована термическая стабильность сигналов ЭПР в облученных ионами образцах. На рисунке 4 приведена зависимость интенсивности ЭПР сигнала F^+ -центров ($g = 1,998$) и сигналов неидентифицированной природы с $g = 1,986$ и $1,963$ от температуры нагрева, а также ТЛ образцов ZrO_2 , облученных пучком ионов ксенона с флюенсом 10^{13} ионов/см². Видно, что интенсивность ЭПР сигнала F^+ -центров начинает уменьшаться при температурах выше 500 К, что на 125 К больше, чем в образцах, облученных электронами. Далее интенсивность ЭПР F^+ -центров монотонно падает до 675 К. Различие в температуре, при которой начинается отжиг F^+ -центров в образцах, облученных ионами и электронами, может быть обусловлено разницей в интенсивности ТЛ пика при 410 К. В ионно-облученных образцах пик ТЛ при 410 К имеет низкую интенсивность, поэтому термическое опустошение ловушки, ответственной за этот пик ТЛ в ионно-облученных образцах, не оказывает значительного влияния на концентрацию F^+ -центров.

Интервал роста концентрации F^+ -центров при температурах более 700 К также может быть связан с опустошением ловушек. ТЛ образцов, облученных ионами, кроме пиков при 410 и 500 К, наблюдаемых после электронного облучения, содержит дополнительный пик сложной формы при 550–750 К. Обнаруженный нами новый максимум ТЛ при 550–700 К имеет сложную форму и может содержать как электронные, так и дырочные компоненты. В этом случае опустошение электронных ловушек будет способствовать уменьшению концентрации F^+ -центров, в то время как опустошение дырочных центров – их росту. Более тщательное исследование ТЛ свойств при температурах более 725 К требуется для доказательства данного предположения.

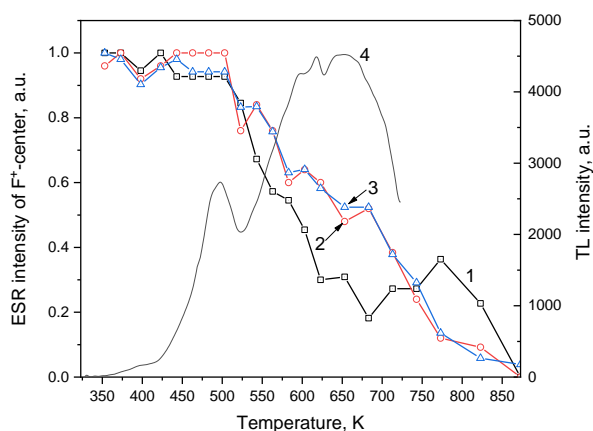


Рисунок 4. Зависимость интенсивности ЭПР сигнала F^+ -центров (1), центров с $g = 1,986$ (2) и $1,963$ (3) от температуры нагрева и ТЛ (4) образцов ZrO_2 , облученных ионами ксенона

Температурная зависимость интенсивности ЭПР сигналов с $g = 1,986$ и $1,963$ идентична и монотонно уменьшается до не детектируемого уровня в диапазоне температур от 500 до 873 К. Идентичность поведения интенсивностей данных сигналов с изменением температуры нагрева показывает, что они относятся к одному парамагнитному центру. Природа данного центра, вероятно, связана с комплексным дефектом, в состав которого входят парамагнитные ионы Zr^{3+} и кислородные вакансии.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, в настоящей работе установлено, что необлученные компакты моноклинного ZrO_2 содержат парамагнитные ионы Zr^{3+} , формируемые в процессе синтеза исходных нанопорошков. При облучении быстрыми электронами с энергией 10 МэВ в исследуемых компактах образуются радиационно-индуцированные F^+ -центры. Результаты исследования термической стабильности показывают, что концентрация F^+ -центров уменьшается в диапазоне температур 375–550 К. Указанный эффект связан с опустошением ловушек, ответственных за ТЛ в указанном температурном диапазоне. Температурная зависимость интенсивности ЭПР сигнала ионов Zr^{3+} имеет немонотонный вид с максимумом при 750 К. При этом изменение интенсивности ЭПР Zr^{3+} не коррелирует с ТЛ в исследуемом материале. Облучение ZrO_2 ионами ксенона до флюенса 10^{13} ионов/см² приводит к появлению в ЭПР спектрах сигналов F^+ -центров, а также двух ранее не идентифицированных сигналов с $g = 1,963$ и $1,986$. Дефект, ответственный за эти сигналы вероятно является сложным дефектом, в формировании которого участвуют ионы Zr^{3+} и кислородные вакансии. Дополнительные исследования требуются для более точного определения природы данного центра.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Исследования выполнены в рамках грантового проекта АР09260057 «Люминесценция и радиационная стойкость синтезированных при различных условиях микро и наноструктурированных компактов и керамик на основе ZrO_2 ».

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

- Schulz, U., Leyens, C., Fritscher, K., Peters, M., Saruhan-Brings, B., Lavigne, O., Dorvaux J.-M., Poulain M., Mévrel R., Caliez, M., Some recent trends in research and technology of advanced thermal barrier coatings, *Aerosp. Sci. Technol.* 7(1) (2003) 73–80, [https://doi.org/10.1016/S1270-9638\(02\)00003-2](https://doi.org/10.1016/S1270-9638(02)00003-2)
- Wu, J., Wei, X., Padture, N. P., Klemens, P. G., Gell, M., García, E., Miranzo P., Osendi, M. I., Low-thermal-conductivity rare-earth zirconates for potential thermal-barrier-coating applications, *J. Am. Ceram. Soc.* 85(12) (2002) 3031–3035, <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2002.tb00574.x>
- Arachi, Y., Sakai, H., Yamamoto, O., Takeda, Y., Imanishai, N., Electrical conductivity of the ZrO_2 - Ln_2O_3

- (Ln=lanthanides) system, Solid State Ion. 121 (1–4) (1999) 133–139, [https://doi.org/10.1016/S0167-2738\(98\)00540-2](https://doi.org/10.1016/S0167-2738(98)00540-2)
4. Chen, F., Wu, Y. R., Wu, J. M., Zhu, H., Chen, S., Hua, S. B., He, Z.X., Chang, Y.L., Xiao, J., Shi, Y. S., Preparation and characterization of ZrO₂-Al₂O₃ bioceramics by stereolithography technology for dental restorations, Addit. Manuf. 44 (2021) 102055, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102055>
 5. Kelly, J. R., Denry, I., Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview, Dent Mater. 24(3) (2008) 289–298, <https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.05.005>
 6. Yu, X., Marks, T. J., Facchetti, A., Metal oxides for optoelectronic applications, Nat. Mater. 15(4) (2016) 383–396, <https://doi.org/10.1038/nmat4599>
 7. Buzynin, A. N., Grishina, T. N., Kiselyov, T. V., Kosuhina, L. A., Kravchenko, N. V., Lomonova, E. E., Panov, V.A., Sidorov, M.S., Trishenkov, M. A., Filachev, A.M., Zirconia-based solid solutions – New materials of photoelectronics, Opt. Mem. Neural Netw. 18(4) (2009) 312–321, <https://doi.org/10.3103/S1060992X09040109>
 8. Costantini, J. M., Beuneu, F., Threshold displacement energy in yttria-stabilized zirconia, Phys. Status Solidi c 4(3) (2007) 1258–1263, <https://doi.org/10.1002/pssc.200673752>
 9. Evans, B. D., Pogatshnik, G. J., Chen, Y., Optical properties of lattice defects in α -Al₂O₃, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B 91(1-4) (1994) 258–262, [https://doi.org/10.1016/0168-583X\(94\)96227-8](https://doi.org/10.1016/0168-583X(94)96227-8)
 10. Monge, M. A., Gonzalez, R., Santiuste, J. M., Pareja, R., Chen, Y., Kotomin, E. A., Popov, A. I., Photoconversion and dynamic hole recycling process in anion vacancies in neutron-irradiated MgO crystals, Phys. Rev. B 60(6) (1999) 3787, <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.60.3787>
 11. Zhao, Q., Wang, X., Cai, T., The study of surface properties of ZrO₂, Appl. Surf. Sci. 225(1–4) (2004) 7–13, [https://doi.org/10.1016/S0169-4332\(03\)00832-8](https://doi.org/10.1016/S0169-4332(03)00832-8)
 12. Loksha, H. S., Chithambo, M. L., A combined study of the thermoluminescence and electron paramagnetic resonance of point defects in ZrO₂: Er³⁺, Radiat. Phys. Chem. 172 (2020) 108767, <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2020.108767>
 13. Gionco, C., Paganini, M. C., Giamello, E., Burgess, R., Di Valentin, C., Pacchioni, G., Paramagnetic defects in polycrystalline zirconia: an EPR and DFT study, Chem. Mater. 25(11) (2013) 2243–2253, <https://doi.org/10.1021/cm400728j>
 14. Costantini, J. M., Beuneu, F., Gourier, D., Trautmann, C., Calas, G., Toulemonde, M., Colour centre production in yttria-stabilized zirconia by swift charged particle irradiations, J. Phys. Condens. Matter 16(23) (2004) 3957, <https://doi.org/10.1088/0953-8984/16/23/014>
 15. Orera, V. M., Merino, R. I., Chen, Y., Cases, R., Alonso, P. J., Intrinsic electron and hole defects in stabilized zirconia single crystals, Phys. Rev. B 42(16) (1990) 9782, <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.42.9782>
 16. Nikiforov, S. V., Kortov, V. S., Kazantseva, M. G., Petrovykh, K. A., Luminescent properties of monoclinic zirconium oxide, J. Lumin. 166 (2015) 111–116, <https://doi.org/10.1016/j.jlumin.2015.05.021>
 17. Nikiforov, S. V., Kortov, V. S., Savushkin, D. L., Vokhmintsev, A. S., Weinstein, I. A. Thermal quenching of luminescence in nanostructured monoclinic zirconium dioxide, Radiat. Meas. 106 (2017) 155–160, <https://doi.org/10.1016/j.radmeas.2017.03.020>
 18. Marfin, A. Y., Nikiforov, S. V., Ananchenko, D. V., Zyryanov, S. S., Yakovlev, G. A., Denisov, E. I., Thermoluminescence of monoclinic ZrO₂ after electron irradiation, AIP Conf. Proc. 2466 (1) (2022) 030012, <https://doi.org/10.1063/5.0088867>
 19. Nikiforov, S. V., Menshenina, A. A., Konev, S. F., The influence of intrinsic and impurity defects on the luminescent properties of zirconia, J. Lumin. 212 (2019) 219–226, <https://doi.org/10.1016/j.jlumin.2019.03.062>

ЭЛЕКТРОНДЫҚ ЖӘНЕ ИОНДЫҚ СӘУЛЕЛЕРМЕН СӘУЛЕЛЕНГЕН ZrO₂ НАНОҚҰРЫЛЫМДЫҚ КОМПАКТТАРДАҒЫ РАДИАЦИЯЛЫҚ АҚАУЛАРЫ

**А. Даулетбекова^{1*}, С. Никифоров², Д. Ананченко²,
Г. Аралбаева¹, Г. Ахметова-Абдик¹**

¹ «Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті» КеАҚ, Астана, Қазақстан

² Орал федералдық университеті, Екатеринбург, Ресей

* Байланыс үшін E-mail: alma_dauletbek@mail.ru

Сәулеленудің үш түрімен: импульстік 130 кВ электронды сәулемен, 10 МэВ электронды сәулемен және 220 МэВ Хе иондық сәулемен сәулеленетін наноқұрылымды моноклиникалық ZrO₂ компакттарының термолуминесценция (ТЛ) және ЭПР спектрлері зерттелді. Үлгілерді 10 МэВ электрондарымен және иондарымен сәулелендіргеннен кейін оларда F⁺ орталықтарының пайда болуына әкеледі. Бұл орталықтардың термиялық бұзылуы электронды сәулелену кезінде 375–550 К аралығында, ал иондармен сәулелену кезінде 500–700 К температура аралығында байқалады. F⁺ орталықтарының концентрациясының төмендеуі аталған температура аралығындағы ТЛ шыңдарына жауап беретін қақпандардың босатылуымен байланысты. Иондық сәулемен сәулеленген үлгілерде g = 1,963 және 1,986 жаңа парамагниттік орталықтар табылды, олардың түзілуіне Zr³⁺ иондары және оттегінің бос орындары қатысуы ықтимал, термиялық бұзылулар 500–873 К температура диапазонында жүреді.

Түйін сөздер: цирконий диоксиді, иондық сәулелену, электронды сәулелену, парамагниттік ақаулар, F⁺ орталықтар, ақаулардың термиялық тұрақтылығы.

**RADIATION DEFECTS IN ZrO₂ NANOSTRUCTURAL COMPACTS
IRRADIATED BY ELECTRON AND ION BEAMS**

A. Dauletbekova^{1*}, S. Nikiforov², D. Ananchenko²,
G. Aralbayeva¹, G. Akhmetova-Abdik¹

¹ *L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan*

² *Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia*

* *E-mail for contacts: alma_dauletbek@mail.ru*

The thermoluminescence (TL) and EPR spectra of nanostructured compacts of monoclinic ZrO₂ irradiated by three types of irradiation have been studied: impulse flow of 130 keV electrons, beam of 10 MeV electrons, as well as a 220 MeV Xe ion beam. Irradiation of samples with 10 MeV electrons and ions leads to the formation of F⁺ centers in them. Thermal destruction of these centers is observed in the temperature range 375–550 K for electron-irradiated compacts and 500–700 K for ion-irradiated compacts. The drop in the concentration of F⁺ centers is associated with the depletion of traps responsible for TL peaks in the specified temperature range. In samples irradiated with an ion beam, new paramagnetic centers with $g = 1.963$ and 1.986 were found, in the formation of which, probably, Zr³⁺ ions and oxygen vacancies participate, thermal destruction occurs in the temperature range 500–873 K.

Keywords: *zirconium dioxide, ion irradiation, electron irradiation, paramagnetic defects, F⁺ centers, thermal stability of defects.*