

УКД 546.02

ВЛИЯНИЕ ФЛУЕНСА ЭЛЕКТРОНОВ НА КОНЦЕНТРАЦИЮ ЦЕНТРОВ ОКРАСКИ В ПОЛЫХ ЧАСТИЦАХ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

© 2023 г. В. Ю. Юрина^{a, b, *}, А. Н. Дудин^a, В. В. Нешименко^{a, b, **}, М. М. Михайлов^b

^aАмурский государственный университет,
Благовещенск, 675027 Россия

^bТомский государственный университет систем управления и радиоэлектроники,
Томск, 634050 Россия

*e-mail: viktoriay-09@mail.ru

**e-mail: vItaIy@mail.ru

Поступила в редакцию 20.06.2022 г.

После доработки 15.08.2022 г.

Принята к публикации 15.08.2022 г.

Исследовано влияние флуенса электронов с энергией 30 кэВ в диапазоне $(1\text{--}7) \times 10^{16}$ см $^{-2}$ на концентрацию центров окраски в полых частицах оксида алюминия микронного размера в сравнении с объемными микрочастицами Al₂O₃. Анализ проводили по спектрам диффузного отражения в области от 250 до 2500 нм *in situ*. Радиационную стойкость исследуемых микросфер оценивали относительно микрочастиц Al₂O₃ из анализа разностных спектров диффузного отражения, полученных вычитанием спектров после облучения из спектров необлученных образцов. Изменения разностных спектров диффузного отражения микрочастиц и микросфер оксида алюминия показали, что с увеличением флуенса электронов наведенное поглощение увеличивается во всем спектре. Установлено, что радиационная стойкость микросфер оксида алюминия к воздействию электронов с энергией 30 кэВ при флуенсе $(1\text{--}7) \times 10^{16}$ см $^{-2}$ больше по сравнению с радиационной стойкостью микрочастиц Al₂O₃. Увеличение радиационной стойкости полых частиц оксида алюминия обусловлено малой концентрацией радиационных дефектов анионной подрешетки.

Ключевые слова: оксид алюминия, микрочастицы, полые частицы, микросфера, спектры диффузного отражения, центры окраски, облучение, электроны, флуенс, дефекты.

DOI: 10.31857/S1028096023020152, **EDN:** DTOEQW

ВВЕДЕНИЕ

В качестве терморегулирующих покрытий класса “солнечный отражатель” космических аппаратов большой интерес представляют диффузно-отражающие покрытия. Для создания покрытий такого типа используют различные материалы [1, 2], обладающие невысокой стойкостью к воздействию факторов космического пространства при длительной эксплуатации (15 лет и более). Под действием различных видов излучения – солнечного, ультрафиолетового (УФ), протонов, электронов – в пигментах этих покрытий происходит деградация кристаллической решетки под действием квантов света и ионизирующего излучения с образованием различных видов дефектов. Такие нарушения структуры приводят к образованию центров окраски, которые уменьшают отражательную способность покрытия во всем спектре – от края фундаментального (собственного) поглощения до 2500 нм – и приводят к увеличению интегрального коэффициента по-

глощения солнечного излучения. Наиболее низким коэффициентом $\alpha_s = 0.06\text{--}0.07$ и высокой стабильностью к действию факторов космического пространства обладают кварцевые стекла с напыленными пленками из серебра или алюминия, однако они нетехнологичны при нанесении на радиаторы систем терморегулирования [3].

Одним из перспективных способов решения проблемы создания фото- и радиационно-стойких покрытий может быть использование в качестве пигмента микросфер – полых частиц с высокой удельной поверхностью. В настоящее время уже проведены исследования оптических свойств полых сферических частиц микронных размеров диоксида титана и оксида цинка при воздействии ионизирующих излучений [4–6] и установлено, что полые частицы в меньшей степени подвержены деградации оптических свойств при облучении по сравнению с объемными. Авторы данных исследований предполагают, что это связано с малыми ионизационными потерями энергии при прохождении заряженных частиц сквозь полые

частицы по сравнению с прохождением сквозь объемные сплошные частицы.

Оксид алюминия Al_2O_3 может существовать в различных кристаллических формах, таких как гамма-, дельта-, тета- и альфа-фазы. Этот материал универсален, является ярко выраженным диэлектриком, обладает высокими химической стойкостью и тугоплавкостью ($T_{\text{пл}} = 2318$ К), хорошей прозрачностью в УФ, видимом, инфракрасном (ИК) диапазонах длин волн (0.2–6.0 мкм) [7]. Ширина запрещенной зоны E_g находится в пределах от 5.13 [8] до 7.0 эВ [9]. Существует множество подходов синтезирования полых сфер оксида алюминия таких как шаблонный метод, гидротермальный метод и метод плазменной дуги [10–12]. Обозначим дефекты по номенклатуре Креге–Винка: ' – отрицательный заряд, X – нейтральный заряд, • – положительный заряд, V – вакансия, i – междуузлия. Энергия полос поглощения собственных точечных дефектов в монокристаллах

Al_2O_3 имеет следующие значения (в эВ): $V_{\text{Al}}^{'''} = 6.91$, $V_{\text{O}}^X = 5.63$, $V_{\text{O}}^{\bullet} = 5.4$, 4.8, 4.15, $V_{\text{O}}^{''} = 3.99$, 2.7, $O_i^{''} = 6.87$, $O_i^{\bullet} = 4.40$, $O_{\text{sp}}^0 = 7.40$, $O_{\text{sp}}^{\bullet} = 1.71$, $\text{Al}_i^{''''} = 6.99$ [13–21]. Тогда полосы испускания этих дефектов будут, согласно [21], соответствовать (в эВ): $V_{\text{Al}}^{'''} = 0.59$, $V_{\text{Al}}^{''} = 6.34$, $V_{\text{O}}^X = 1.87$, $V_{\text{O}}^{\bullet} = 3.35$ и 1.93, $V_{\text{O}}^{''} = 3.51$, $O_i^{''} = 0.63$, $O_i^{\bullet} = 3.10$, $O_{\text{sp}}^0 = 0.11$, $O_{\text{sp}}^{\bullet} = 5.79$, $\text{Al}_i^{''''} = 3.98$, $\text{Al}_i^{'''''} = 0.51$. Энергию образования этих полос оценивали в работе [22]. Центры поглощения в оксиде алюминия, связанные с дефектами катионной и анионной подрешеток, можно определить по соответствующим энергиям (в эВ): 7.4 – O_{sp}^0 , 6.99 – $\text{Al}_i^{''''}$, 6.91 – $V_{\text{Al}}^{'''}$, 6.87 – $O_i^{''}$, 6.1 – F -центр (кристаллографический дефект, при котором анионная вакансия в кристаллической решетке занята одним или несколькими неспаренными электронами), 5.4, 4.8 – F^+ -центр, 5.13 – $\text{Al}_i^{''''}$, 4.44 – O_i^{\bullet} , 4.1, 3.98 – Al_i^{\bullet} , 3.74 – $V_{\text{Al}}^{''}$, 3.5, 3.2 – F_2^+ -центр или 2.7 – F_2^{2+} -центр, 1.71 – O_{sp}^{\bullet} [16, 17, 22–28].

Целью настоящей работы было оценить радиационную стойкость микросфер оксида алюминия по сравнению с объемными микрочастицами оксида алюминия. Исследовать влияние флуенса электронов с энергией 30 кэВ в диапазоне $(1–7) \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ на концентрацию центров окраски в микросферах оксида алюминия и провести сравнение с результатами для объемных микрочастиц оксида алюминия.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве объекта исследования использовали микрочастицы оксида алюминия компании Aladdin Chemistry с высокой чистотой 99.9% и синтезированные шаблонным методом полые частицы оксида алюминия (далее – “сфера”) [29]. В качестве шаблона использовали полистирольные шарики, средний размер которых составляет 1 мкм. В процессе синтеза шаблон выгорает, и на выходе получали мучнисто-белый сыпучий порошок [29].

Для изучения фазового состава сплошных и полых частиц оксида алюминия использовали рентгенофазовый анализ, выполненный на приборе Philips X'Pert PRO MRD ($V = 40$ кВ, $I = 40$ мА, линия характеристического излучения $\text{Cu}K_{\alpha}$) методом Дебая–Шеррера. Для наблюдения морфологии поверхности исследуемых частиц использовали растровый электронный микроскоп высокого разрешения Helios NanoLab 600i. Методом Брунауэра–Эммета–Теллера измеряли удельную площадь поверхности образцов на анализаторе поверхности, установка ASAP2020MP. Спектры диффузного отражения (ρ_{λ}) регистрировали в области 250–2500 нм с разрешением 5 нм на воздухе с помощью спектрофотометра Perkin Elmer Lambda 950, диаметр интегрирующей сферы составлял 150 мм. Для измерения спектров диффузного отражения *in situ* использовали интегрирующую сферу, расположенную в камере установки, имитирующей факторы космического пространства “Спектр-1” [30]. Разностные спектры диффузного отражения ($\Delta\rho$) получали путем вычитания из спектров диффузного отражения облученных электронами образцов спектров диффузного отражения необлученных образцов. На имитаторе космического пространства “Спектр-1” проводили облучение исследуемых образцов электронами с энергией 30 кэВ, флуенсом $(1, 2, 3, 5, 7) \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$, при плотности потока $5 \times 10^{11} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$. Давление остаточных газов при облучении электронами составляло 10^{-5} Па, температура образцов при облучении была 25°C.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Из изображений, полученных методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) (рис. 1), установлено, что средний размер частиц оксида алюминия составлял 2–4 мкм с удельной площадью поверхности $4.6 \pm 1.3 \text{ м}^2/\text{г}$. Средний размер синтезированных сфер составлял 1–3 мкм, удельная площадь поверхности $20.4 \pm 0.8 \text{ м}^2/\text{г}$. Из анализа полученных рентгенограмм (рис. 2) установлено, что микрочастицы и микросфера Al_2O_3 имеют симметрию кристаллической решетки корунда (пространственная группа $R-3c$) с параметрами решетки: для частиц $a = b = 4.75 \pm 0.02 \text{ \AA}$, $c =$

$= 12.98 \pm 0.03 \text{ \AA}$; для сфер $a = b = 4.76 \pm 0.02 \text{ \AA}$,
 $c = 12.99 \pm 0.04 \text{ \AA}$.

На спектрах диффузного отражения и частиц, и сфер оксида алюминия (рис. 3) в области 250–350 нм наблюдали резкое локальное уменьшение ρ_λ до 65% от максимального значения. В данной области проявляются отдельные полосы поглощения, которые могут быть связаны с различными типами собственных дефектов. В области спектра 500–1300 нм коэффициент диффузного отражения для частиц оксида алюминия достигает приблизительно 95%, для сфер значение коэффициента отражения ниже и составляет примерно 85%. В УФ- и в видимой областях спектра разница между поглощением частиц и сфер обусловлена различной концентрацией собственных центров поглощения оксида алюминия: F -центров и междоузельных ионов Al_i в различном зарядовом состоянии. В ближней ИК-области спектра ρ_λ проявляются отдельные полосы поглощения, которые обусловлены хемосорбированными газами (CO , CO_2 , O_2 и OH -групп) на поверхности частиц, интенсивность поглощения полых частиц выше, чем у порошков. Во всем спектральном диапазоне отражательная способность частиц оксида алюминия выше по сравнению со сферами Al_2O_3 .

Изменения разностных спектров диффузного отражения частиц и сфер оксида алюминия, полученных при различных значениях флуенса электронов (рис. 4), показали, что с увеличением флуенса электронов наведенное поглощение увеличивается по всему спектру. Наибольшая деградация характерна для частиц Al_2O_3 : при минимальном флуенсе в области 3.4 эВ значение $\Delta\rho$ составляет 16.4%. Это значение выше значения $\Delta\rho$ для сфер оксида алюминия на 6.2%. Для обоих типов частиц наибольшее изменение происходит в УФ-области спектра. В области 3.0–3.5 эВ значение $\Delta\rho$ частиц при флуенсе электронов $7 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ на 17% больше по сравнению с $\Delta\rho$ при флуенсе $1 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$. Для сфер оксида алюминия изменение, связанное с повышением флуенса электронов, составило примерно 16%. В области 4.2–5.0 эВ на спектре $\Delta\rho$ частиц при флуенсе электронов $7 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ присутствует интенсивный пик, значение составляет 27.5%. Это связано с появлением полосы поглощения, соответствующей дефекту O'_i . Для сфер оксида алюминия в данной области пик размыт сильнее.

Спектры наведенного поглощения после облучения электронами с энергией 30 кэВ при различных значениях флуенса для частиц и сфер оксида алюминия были разложены на элементарные полосы. Природа полос может быть обусловлена следующими дефектами: 5.13 эВ – $\text{Al}_i^{\bullet\bullet}$, 4.84 эВ – Al_i^{\bullet} , 4.44 эВ – O'_i , 3.96 эВ – $V_{\text{O}}^{\bullet\bullet}$, 3.57 эВ – V'_{Al} , 3.4 эВ – $K(V_{\text{Al}})$, 3.17 эВ – $K(V_{\text{Al}})$, 2.79 эВ – $K(\text{Al}_i)$, 2.4 эВ – $K(V_{\text{O}})$, 1.8 эВ – $\text{O}_{\text{sp}}^{\bullet}$. Природа полос

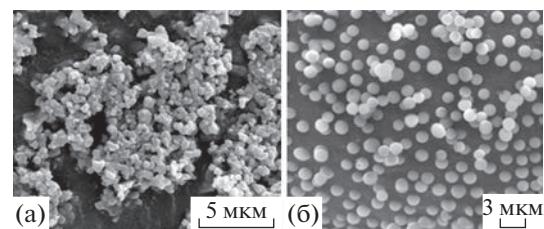


Рис. 1. РЭМ-изображение частиц (а) и сфер (б) оксида алюминия.

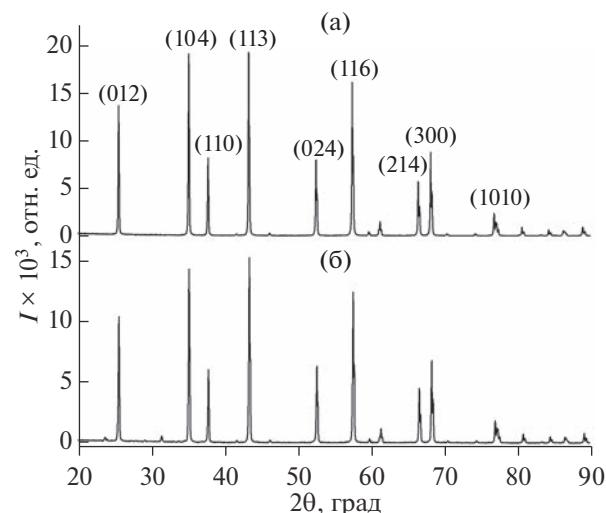


Рис. 2. Рентгенограмма частиц (а) и сфер (б) оксида алюминия.

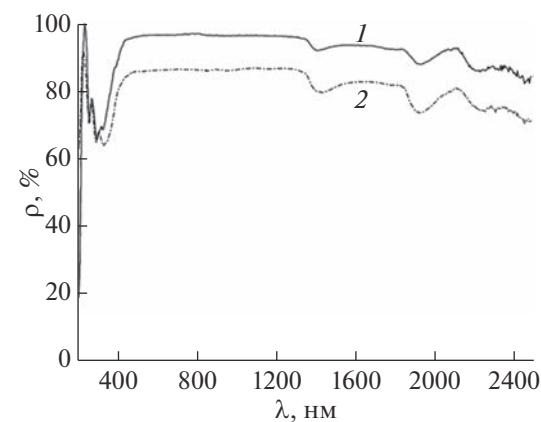


Рис. 3. Спектры диффузного отражения в области 250–2500 нм частиц (1) и сфер (2) оксида алюминия до облучения.

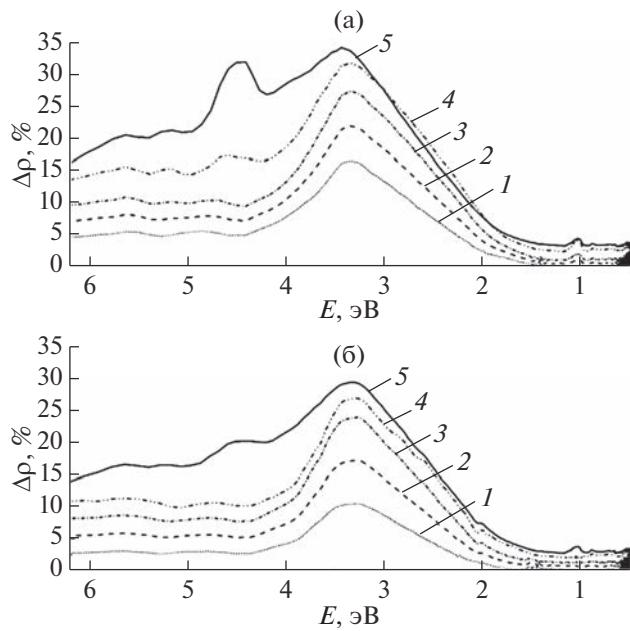


Рис. 4. Разностные спектры диффузного отражения частиц (а) и сфер (б) оксида алюминия после облучения электронами энергией 30 кэВ при значениях флюенса 1 (1); 2 (2); 3 (3); 5 (4) и $7 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ (5).

поглощения на 5.84 и 5.54 эВ не установлена, либо может быть связана с переходами между дефектами с глубокими акцепторными и донорными

ми уровнями. Увеличение радиационной стойкости сфер Al_2O_3 преимущественно обусловлено уменьшением концентрации центров поглощения, связанных с междуузельным кислородом и вакансиями по кислороду.

На рис. 5 представлена зависимость площади полос поглощения для основных дефектов частиц и сфер оксида алюминия от флюенса электронов с энергией 30 кэВ в диапазоне $(1-7) \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$, каждая точка была рассчитана по трем экспериментальным данным. Из рис. 5а следует, что значение площади под полосой, обусловленной центром поглощения Al_i^\bullet на сferах оксида алюминия, с повышением флюенса монотонно возрастает. Кривая для частиц оксида алюминия имеет ломаный характер. При флюенсе $2 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ площадь полосы для частиц примерно равна площади полосы дефекта сфер. При флюенсе $3 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ площадь полосы, соответствующей дефекту Al_i^\bullet в частице Al_2O_3 возрастает и становится выше значения площади полосы для сфер.

Для частиц оксида алюминия (рис. 5б) максимальное значение имеет площадь полосы $\Delta\varphi$, соответствующей дефекту O_i' при флюенсе $7 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ и составляет $16.5\% \cdot \text{эВ}$, на 90% больше площади полосы этого дефекта при флюенсе электронов $1 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$. Для сфер кривая до значения флюенса $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ равномерно возрастает, при $7 \times$

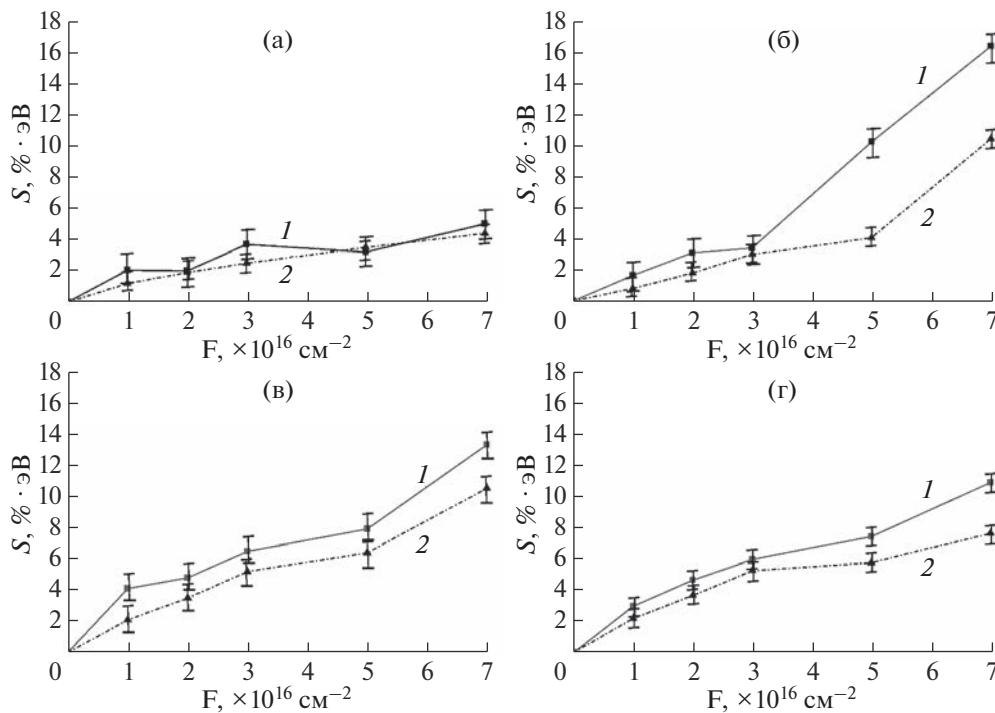


Рис. 5. Зависимость площади (S) основных полос дефектов (а) 4.84 эВ – Al_i^\bullet , (б) 4.44 эВ – O_i' , (в) 3.96 эВ – $V_O^{\bullet\bullet}$, (г) 3.57 эВ – V_{Al}' от флюенса электронов с энергией 30 кэВ для частиц (1) и сфер (2) оксида алюминия.

$\times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ присутствует резкий скачок, увеличение составляет примерно 60%.

Площадь полосы дефекта $V_O^{\bullet\bullet}$ для двух типов частиц плавно возрастает с увеличением флюенса электронов (рис. 5в). Значение площади полосы для сфер при флюенсе $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ составляет $6.3 \pm 0.1\% \cdot \text{эВ}$. Для частиц при всех значениях флюенса площадь полосы, соответствующей данному дефекту, больше по сравнению с аналогичными полосами для сфер оксида алюминия. При флюенсе электронов $7 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ значение площади полосы, возникшей из-за дефекта $V_O^{\bullet\bullet}$, для сфер составляет $4.4\% \cdot \text{эВ}$, что меньше по сравнению с площадью полосы для частиц на 21%.

Кривая площади полосы, соответствующей дефекту $V_{Al}^{'}$, для сфер имеет меньшие значения при всех значениях флюенса электронов (рис. 5г). При флюенсе $7 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ максимальное значение имеет площадь полосы для частиц 11% · эВ, что на 30% выше соответствующего значения для сфер.

Изменение интегрального коэффициента поглощения солнечного излучения для двух типов частиц (рис. 6) показало, что интегральный коэффициент увеличивается с увеличением флюенса электронов. Наименьшими значениями обладают сферы: разница составляет примерно 19% по сравнению с частицами. Увеличение радиационной стойкости полых частиц оксида алюминия микронного размера по сравнению с радиационной стойкостью объемных частиц оксида алюминия обусловлено малой концентрацией индуцированных дефектов анионной подрешетки $O_i^{\bullet\bullet}$, $O_i^{'}$, O_i^X , $V_O^{\bullet\bullet}$, $V_O^{'}$, V_O^X .

Отличие в эволюции радиационных дефектов в сферах от дефектов в частицах оксида алюминия может заключаться в том, что в сферах стоками электронных возбуждений будет являться как внутренняя, так и внешняя поверхность сферы. Взаимодействие междуузельных дефектов и комплексов вакансий обуславливает наличие потока радиационно-индуцированных дефектов на постоянные стоки, а часть дефектов участвует в реакциях рекомбинации. В процессе облучения могут происходить процессы распада кластеров на точечные дефекты.

При облучении электронами с энергией 30 кэВ вероятны процессы образования электронно-дырочных пар (Al_{Al}^{\bullet} и O_O^{\bullet} или $Al_{Al}^{\bullet\bullet}$ и $O_O^{\bullet\bullet}$), пространственное разделение которых приводит образованию таких же типов дефектов, как и при упругом взаимодействии. После взаимодействия с регулярными узлами, с дефектами решетки и с ядрами атомов происходит термализация и накопление свободных электронов в объеме на глубине пробега. Также вероятен процесс формирова-

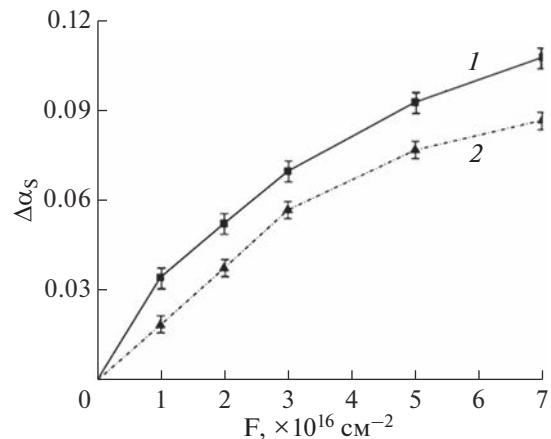
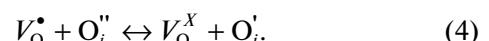
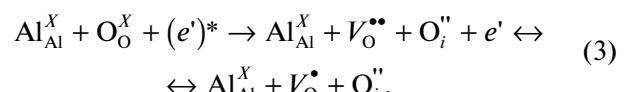
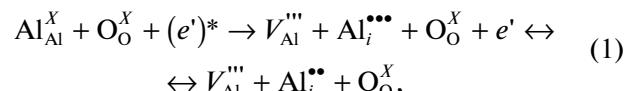


Рис. 6. Изменение интегрального коэффициента поглощения солнечного излучения ($\Delta\alpha_S$) от флюенса электронов с энергией 30 кэВ для частиц (1) и сфер (2) оксида алюминия.

ния дефектов при действии электронов с энергией, недостаточной для прямого смещения атомов, путем многократной их ионизация и смещения ионов из-за электростатического отталкивания со стороны окружающих их ионов:



При воздействии протонов и электронов на полые частицы оксида алюминия наиболее вероятны процессы образования дефектов по Шоттки в анионной подрешетке [31], когда выбитые из узлов атомы кислорода выходят из объема на внутреннюю поверхность, где, объединяясь в молекулы, остаются внутри объема полой частицы. Образовавшиеся таким образом вакансии по кислороду мигрируют вглубь сферического слоя.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Установлено, что радиационная стойкость сфер (полых частиц) оксида алюминия к воздействию электронов энергией 30 кэВ при флюенсе $(1-7) \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ по сравнению с радиационной стойкостью частиц оксида алюминия больше и может достигать 19% при высоких значениях флюенса. Увеличение радиационной стойкости полых частиц оксида алюминия микронного размера по сравнению с радиационной стойкостью

объемных частиц оксида алюминия обусловлено малой концентрацией индуцированных дефектов анионной подрешетки $O_i^{\prime\prime}$, O_i^{\prime} , O_i^X , $V_O^{\bullet\bullet}$, V_O^{\bullet} , V_O^X .

БЛАГОДАРНОСТИ

Исследование выполнено при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (регистрационный номер научного проекта 122082600014-6).

Конфликт интересов: авторы заявляют, что у них отсутствует конфликт интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Михайлов М.М.* Радиационное и космическое материаловедение. Томск: Издательство Томского университета, 2008. 314 с.
2. *Акишин А.И.* Космическое материаловедение. Методическое и учебное пособие. М.: НИИЯФ МГУ, 2007. 209 с.
3. *Михайлов М.М.* Прогнозирование оптической деградации терморегулирующих покрытий космических аппаратов. Новосибирск: Сиб. изд. фирма РАН “Наука”, 1999. 192 с.
4. *Neshchimenko V.V., Chundong Li, Mikhailov M.M., Jinpeng Lv.* // Nanoscale. 2018. V. 47. № 10. P. 22335. <https://doi.org/10.1039/C8NR04455D>
5. *Neshchimenko VV, Chundong Li, Mikhailov M.M.* // Dyes and Pigments. 2017. V. 145. P. 354. <https://doi.org/10.1007/s11182-018-1566-4>
6. *Mikhailov M.M., Neshchimenko V.V., Sokolovskiy A.N., Yurina V.Yu.* // Progress in Organic Coatings. 2019. V. 131. P. 340. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2019.03.001>
7. *Bladh K.W., Bideaux R.A., Anthony-Morton E., Nichols B.G.* The Handbook of Mineralogy III. Mineral Data Publishing, 1997. P. 628.
8. *Batra I.P.* // J. Phys. C: Solid State Phys. 1982. V. 15. P. 5399. <https://doi.org/10.1088/0022-3719/15/26/019>
9. *Mo S.D., Xu Y.N., Ching W.Y.* // J. Am. Ceram. Soc. 1997. V. 80. P. 1193.
10. *Arnal P.M., Comotti, M., Schüth F.* // Angew. Chem. Int. Ed. 2006. V. 45. № 48. P. 8224. <https://doi.org/10.1002/anie.200603507>
11. *Wang Y.W., Tseng W.J.* // J. Am. Ceram. Soc. 2008. V. 92. P. 32. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2008.02653.x>
12. *Serebryakova M.A., Zaikovskii A.V., Sakhapov S.Z., Smovzh D.V., Sukhinin G.I., Novopashin S.A.* // Int. J. Heat Mass Transfer. 2017. V. 108. P. 1314. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2016.12.098>
13. *Aluker E.D., Gavrilov V.V., Chernov S. A.* // Phys. Status Solidi B. 1992. V. 1. P. 283. <https://doi.org/10.1002/pssb.2221710131>
14. *Evans B.D., Pogatshnik G.J., Chen Y.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 1994. V. 91. P. 258. [https://doi.org/10.1016/0168-583x\(94\)96227-8](https://doi.org/10.1016/0168-583x(94)96227-8)
15. *Crawford J.H.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 1986. V. 1. P. 159. [https://doi.org/10.1016/0168-583x\(84\)90063-6](https://doi.org/10.1016/0168-583x(84)90063-6)
16. *Верти Дж., Болтон Дж., Теория и практические приложения метода ЭПР.* М.: Мир, 1975. 548 с.
17. *Raj S.S., Gupta S.K., Pathak N., Grover V., Tyagi A.K.* // Adv. Powder Technol. 2017. V. 28. P. 1505. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2017.03.020>
18. *Kim J.S., Kang H.I., Kim W.N., Kim J.I., Choi J.C., Park H.L., Kim G.C., Kim T.W., Hwang Y.H., Mho S.I., Jung M.-C., Han M.* // Appl. Phys. Lett. 2003. V. 82. P. 2029. <https://doi.org/10.1063/1.1564632>
19. *Boumaza A., Favaro L., Ledion J., Sattonnay G., Brubach J.B., Berthet P., Huntz A.M., Roy P., Tetot R.* // J. Solid State Chem. 2009. V. 182. P. 1171. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2009.02.006>
20. *Surdo A.I., Pustovarov V.A., Kortov V.S., Kishka A.S., Zinin E.I.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A. 2005. V. 543. P. 234. <https://doi.org/10.1016/j.nima.2005.01.189>
21. *Itou M.A., Fujiwara T.U.* // J. Phys. Chem. C. 2009. V. 113. P. 20949. <https://doi.org/10.1021/JP908417M>
22. *Watcharatharapong T., Thienprasert J.T., Limpijum-nong S.* // Integrated Ferroelectrics. 2014. V. 156. P. 79. <https://doi.org/10.1080/10584587.2014.906290>
23. *Pustovarov V.A., Perevalov T.V., Gritsenko V.A., Smirnova T.P., Yelisseyev A.P.* // Thin Solid Films. 2011. V. 519. P. 6319. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2011.04.014>
24. *Wang L., Zhang L.D., Wang J.H., Feng Y.J., Feng K.M., Yang J.J., Liu N.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2017. V. 406. P. 600. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2017.02.073>
25. *Caulfield K.J., Cooper R., Boas J.F.* // Phys. Rev. B. 1993. V. 47. P. 55. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.47.55>
26. *Perevalov T.V., Tereshenko O.E., Gritsenko V.A., Pustovarov V.A., Yelisseyev A. P., Park C., Lee C.* // J. Appl. Phys. 2010. V. 108. P. 013501. <https://doi.org/10.1063/1.3455843>
27. *Pustovarov V.A., Aliev V.S., Perevalov T.V., Gritsenko V.A., Eliseev A.P.* // J. Exp. Theor. Phys. 2010. V. 111. P. 989. <https://doi.org/10.1134/S1063776110120113>
28. *Stashans A., Kotomin E., Calais J.-L.* // Phys. Rev. B. 1994. V. 49 № 21. P. 14854. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.49.14854>
29. *Iurina V.Yu., Neshchimenko V.V., Chundong Li.* // J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech. 2020. V. 14. № 2. P. 253. <https://doi.org/10.1134/S102745102002038X>
30. *Косицын Л.Г., Михайлов М.М., Кузнецов Н.Я., Дворецкий М.И.* // Приборы и техника эксперимента. 1985. № 4. С. 176.
31. *Dienes G.J., Welch. D.O., Fischer C.R., Hatcher R.D., Lazareth O., Samberg M.* // Phys. Rev. B: Solid State. 1975. V. 11. P. 3060. <https://doi.org/10.1103/PHYSREVB.11.3060>

Effect of Electron Fluence on the Concentration of Color Centers in Aluminum Oxide Hollow Particles

V. I. Iurina^{1, 2, *}, A. N. Dudin¹, V. V. Neshimenko^{1, 2, **}, M. M. Mikhailov²

¹*Amur State University, Blagoveshchensk, 675027 Russia*

²*Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics, Tomsk, 634050 Russia*

*e-mail: viktoriay-09@mail.ru

**e-mail: vItaIy@mail.ru

The effect of fluence $(1-7) \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ electrons with an energy of 30 keV on the concentration of color centers in aluminum oxide hollow particles micron-sized in comparison with bulk Al_2O_3 microparticles was studied. The analysis was carried out using diffuse reflectance spectra in the range from 250 to 2500 nm *in situ*. The radiation resistance of the microspheres under study was evaluated relative to micropowders from the difference diffuse reflectance spectra obtained by subtracting the spectra after irradiation from the spectra of non-irradiated samples. Changes in the difference diffuse reflection spectra of aluminum oxide microparticles and microspheres obtained with different electron fluences showed that with an increase in the induced electron fluence, absorption increases throughout the spectrum. It was found that the radiation resistance of aluminum oxide microspheres to the effects of electrons with an energy of 30 keV a fluence $(1-7) \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ greater than the radiation resistance of Al_2O_3 microparticles. The increase in the radiation resistance of aluminum oxide hollow microparticles compared to the radiation resistance of aluminum oxide bulk microparticles is due to the low concentration of induced defects of the anionic sublattice.

Keywords: aluminum oxide, microparticles, hollow particles, microspheres, diffuse reflectance spectra, color centers, irradiation, electrons, fluence, defects.