

## Выводы

Таким образом, добавка при коротких синтезах к шихте оксида алюминия в диапазоне концентраций 0,5–2,5% вес, когда реакция взаимодействия восстановленного алюминия с Mn–Ni эвтектикой ограничена, способствует существенному увеличению размера и прочности кристаллов основных фракций и уменьшению содержания в них точечных дефектов.

## Список литературы

1. Костиков В.И., Шипков Н.И., Калашников Я.А., Дымов Б.К., Шевяков В.П., Бубиенков И.А. Графитизация и алмазообразование. М. 1991. 222 с.
2. Свойства элементов. Физические свойства. Часть 2 // Под редакцией Г.В.Самсонова. Москва «Металлургия». 1976. С. 383.
3. Шипило В.Б., Дутов А.Г., Шипило Н.В., Комар В.А., Азарко И.И. Влияние титана на кристаллизацию алмазов в системе Mn-Ni-C// «Весці», серія фізика-матэмац. навук, 2005г. №2. С.89 – 92

## ВЛИЯНИЕ НЕЙТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ И ДОБАВОК $Al_2O_3$ НА СОДЕРЖАНИЕ СТРУКТУРНЫХ ДЕФЕКТОВ В КРИСТАЛЛАХ АЛМАЗА

**Дутов А. Г.**, Комар В. А., Игнатенко О. В., Фронтасьева М. В.\* , Павлов С. С.\*

*ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», г.Минск, Беларусь*

*\*Объединенный институт ядерных исследований. г.Дубна, Россия*

[Ignatenko@ifftp.bas-net.by](mailto:Ignatenko@ifftp.bas-net.by)

Известно [1–3], что нейтронное облучение влияет на макроскопические характеристики кристаллов алмаза: плотность, оптические спектры поглощения, ЭПР - активные центры. Ранее нами [4] было обнаружено, что воздействие нейтронов на порошки алмазов способствует уменьшению концентрации парамагнитных дефектов и увеличению прочности составляющих их кристаллов вследствие взаимодействия собственных точечных дефектов друг с другом и примесями. Целью данной работы являлось продолжение этих исследований с использованием такого дополнительного фактора, как введение диоксида алюминия в реакционную смесь.

Исследовались кристаллы алмазных порошков, синтезированных в системе Ni–Mn–C с добавками от 0,15 до 5,0%  $Al_2O_3$  при давлении 5,5 ГПа и температуре 1620 К в течение 60 с и 180 с.

Отобранные и рассортированные по размерам образцы облучались при температуре 323 К потоком быстрых нейтронов  $3,4 \cdot 10^{14}$  н/см<sup>2</sup>, источником которых был импульсный реактор ИБР [5]. Концентрации парамагнитных центров P1 (одиночные узельные атомы азота) и Ni<sup>+</sup> (ионы узельного никеля), а также микродефекты PP, ответственные за сигнал с  $g = 2,003$  и связанные с состояниями электронов, возникающими из-за искажения структуры кристалла, определяли на спектрометре Varian E-112 при комнатной температуре или температуре жидкого азота, до и после нейтронного облучения.

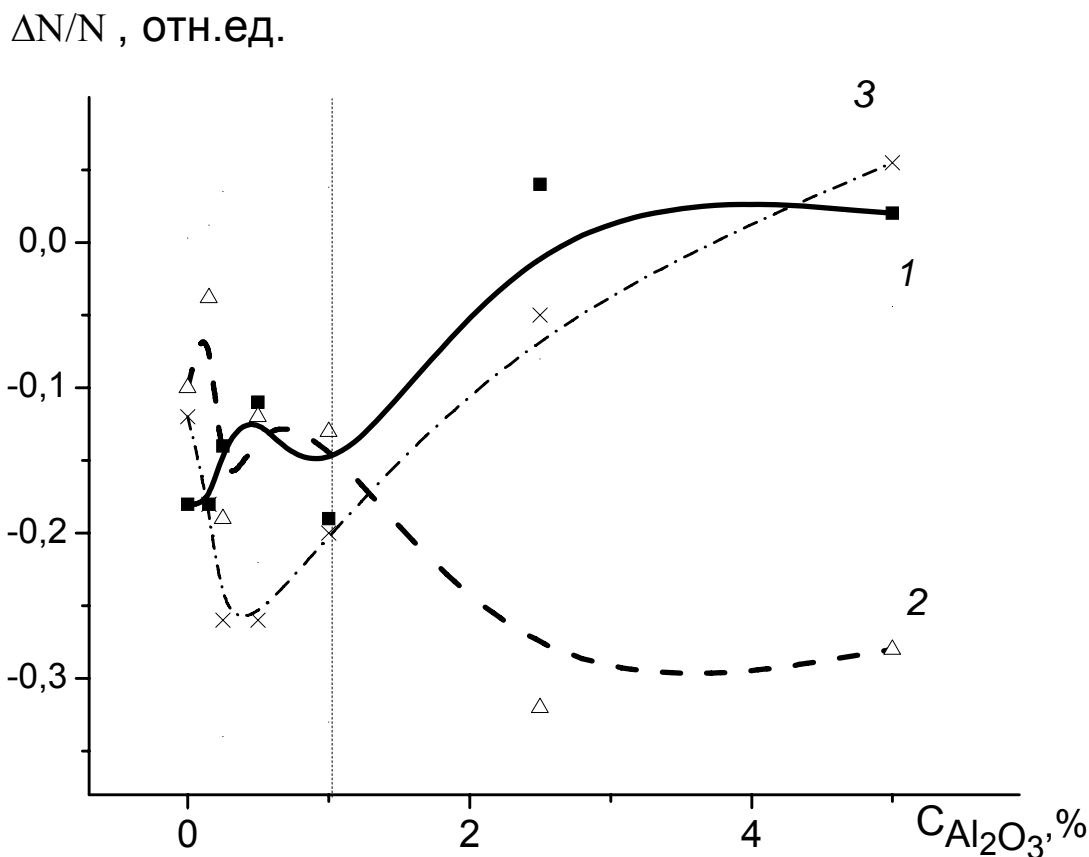
Как показали проведенные исследования по мере увеличения содержания  $Al_2O_3$  в шихте, а вместе с тем и увеличения примеси алюминия в кристаллах [4], число дефектов PP начинает синфазно уменьшаться до значений намного меньших, чем в кристаллах, выращенных без добавок. Одной из причин этого является компенсация структур-

ным алюминием напряженных состояний, образуемых атомами азота, ионный радиус которых меньше орбитального радиуса углерода [6]. Данный процесс столь эффективен, что при введении 5 % диоксида алюминия в шихту, концентрация исходных и созданных вследствие нейтронного облучения микродефектов уменьшаются более чем на порядок, по сравнению с образцами, полученными при 0,15 % добавке.

Можно предположить, что дефекты РР служат своего рода индикаторами встроеного алюминия в решетку кристалла. Однако его роль несколько сложнее. Так при низком (0,15 %) легировании шихты при синтезе в течение 60 с относительное число РР дефектов в облученных кристаллах несколько превышает первоначальное их количество. Увеличение добавки  $Al_2O_3$  до 1 % приводит к увеличению относительного содержания Ni в расплаве вследствие формирования соединений  $MnAl_k$ . Это способствует синтезу кристаллов, в которых захваченные атомы алюминия ограничивают рост РР центров при нейтронном облучении. Дальнейшее увеличение диоксида алюминия в шихте до 5 % приводит к синтезу кристаллов, в которых концентрация РР дефектов после нейтронного облучения становится меньше чем до облучения.

Из сравнения изменений парамагнитных дефектов под влиянием нейтронного облучения в микрокристаллах алмаза становится заметна следующая особенность: концентрация РР центров меняется в полном соответствии с концентрацией азотных центров P1 [7]. Это означает, что роль напряжений, возникающих на микрокристаллических границах, при формировании дефектов – невелика.

На рис.1 приведены усредненные по всем размерам кристаллов изменения концентраций дефектов P1, РР, и Ni в алмазах, выращенных в течение 180 с при введении диоксида алюминия в шихту.



**Рис. 1.** Зависимости относительной концентрации парамагнитных дефектов в кристаллах всех фракций, синтезированных при 60 с (а) и при 180 с (б), от содержания в реакционной шихте добавки  $Al_2O_3$ : 1 -  $N_{P1}^n/N_{P1}$ , 2 -  $N_{PP}^n/N_{PP}$ , 3 -  $N_{Ni}^n/N_{Ni}$ .

В результате нейтронного облучения изменения интегральных значений после колебаний в области отрицательных величин, т.е. в области поглощения смещенных атомов азота или никеля при малых добавках выходят на насыщение дефектов P1 и PP, при  $\frac{\Delta N_{P1}^n}{N_{P1}^0} = \frac{\Delta N_{PP}^n}{N_{PP}^0} = 0$ , а число никелевых дефектов становится минимальным. Такое поведение может быть объяснено влиянием алюминия на скорость роста и свойства кристаллов: при образовании соединения алюминия с марганцем скорость роста возрастает, а концентрация P1 и PP дефектов уменьшается, концентрация алюминия (по отношению к величине добавки) встраиваемого в решетку так же падает. В то же время абсолютная величина встраиваемого алюминия достаточна для связывания смещенных нейтронами ионов никеля, несмотря на рост концентрации никелевых дефектов в кристаллах при увеличении добавки.

### Выводы

Введение добавки алюминия в виде диоксида алюминия в шихту создает условия для встраивания алюминия в кристаллическую решетку алмаза, тем самым эффективно уменьшая концентрацию дефектов, ответственных за сигнал с  $g = 2,003$ , не только в процессе роста, но и при последующем нейтронном воздействии. Возрастание концентрации никелевых дефектов наблюдается в кристаллах при добавлении более 2,5 %  $Al_2O_3$  в реакционный состав Ni-Mn-C.

Добавка диоксида алюминия в шихту в общем случае улучшает структуру кристалла, увеличивая радиационную устойчивость с ростом размера кристаллов по отношению к неметаллическим парамагнитным дефектам. Облучение кристаллов алмаза нейтронами приводит к уменьшению в них ионов никеля, находящихся в парамагнитном состоянии, и активирует распад твердого раствора структурных примесей.

### Список литературы

1. Малоголовец В.Г., Вишневецкий А.С., Самойлович М.И. // Докл. АН УССР. Сер.А. 1979. №5. С. 366 – 370.
2. Дерягин Б.В., Бочко А.В., Кочергин А.В. // ДАН СССР. 1971. Т. 196. №6. С. 671.
3. Sildos J., Zavt G., Osret A. // Wide Band Gap Electronic Materials. 1995. P. 89.
4. Дутов А.Г., Шипило В.Б., Комар В.А., Азарко И.И., Шипило Н.В. // Неорганические материалы. 2003. Т. 39. № 4. С. 429.
5. Фронтасьева М.В., Павлов С.С. // Проблемы современной физики. Под. Ред. Сиссаяна А.Н., Трубецкого Д.И., 1999. Т. 360. ОИЯИ, Дубна. С. 7.
6. Davies G. // Properties and Growth of Diamond. 194. P. 153.
7. Dutov A.G., Komar V.A., Shipilo V.B., Shipilo N.V., Azarko I.I., Frontasyeva M.V., Pavlov S.S. //Diamond and Related Materials.-2005.-N.14.-P.1678-1682.