

7. Sheng, P. Fluctuation-induced tunneling conduction in disordered materials / P. Sheng // Phys. Rev. Lett. – 1980. – Vol. 21, № 6. – P. 2180 – 2195.
8. Вонсовский, С. В. Магнетизм / С. В. Вонсовский. – М.: Наука, 1971. – 1031 с.
9. Sefrioui, Z. Correlation between magnetic and transport properties in nanocrystalline Fe thin films: A grain-boundary magnetic disorder effect // Physical Review. – 2001. – Vol. 64. – P. 224431-224431-4.
10. Lyadov, N.M. // N.M. Lyadov, F.G. Vagizov, I.R. Vakhitov, A.I. Gumarov, Sh. Z. Ibragimov, D.M. Kuzina, I.A. Faizrahmanov, R.I. Khaibullin, V.A. Shustov // Vacuum. – 2019. – Vol. 168. – P. 108860.
11. Головчук, В.И. Корреляция электрических, гальваномагнитных и магнитных характеристик нанокристаллических пленок железа, полученных методом ионно-ассистированного осаждения / Головчук В.И. [и др.] // Физика твердого тела. – 2021. – Т. 63, № 12. – С. 2096-2105.
12. Забродский, А. Г. Низкотемпературная проводимость и переход металл – диэлектрик в компенсированном германии / А. Г. Забродский, К. Н. Зиновьева // ЖЭТФ. – 1984. – Т. 59, № 3. – С. 727-742.
13. Heines, A. Conductivity of weakly insulating amorphous nickel – silicon films below the metal – insulator transition / A. Heines [et al.] // Phys. Stat. Sol (B). – 1998. – Vol. 205. – P. 237 – 240.
14. Hongshi Li, Xuan Li Damping constant measurement and inverse giant magnetoresistance in spintronic devices with Fe₄N / Xuan Li, Hongshi Li, Mahdi Jamali // Aip advances. – 2017. – Vol. 7. – P. 125303.

ВЛИЯНИЕ ТЕРМООБРАБОТКИ В ВАКУУМЕ НА НИКЕЛЬСОДЕРЖАЩИЕ ДЕФЕКТЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ СИНТЕТИЧЕСКОГО АЛМАЗА

Г. А. Гусаков¹, Г. В. Шаронов¹, И. И. Азарко²

¹⁾ *Институт прикладных физических проблем им. А.Н. Севченко, ул. Курчатова, 7, 220045, Минск, Беларусь, e-mail: gga68@rambler.ru*

²⁾ *Белорусский государственный университет, пр. Независимости, 4, 220030, Минск, Беларусь, e-mail: azarko@bsu.by*

Исследовано влияние постростовой термообработки в вакууме на дефектно-примесную структуру монокристаллов НРНТ-алмаза, выращенных методом температурного градиента в системе Ni-Fe-C. Показано, что исходные кристаллы НРНТ-алмаза, содержат примесь никеля не только в форме одиночных атомов, но и в форме наноразмерных кластеров. В процессе вакуумного отжига при $T \geq 800$ °С начинается диссоциация этих кластеров. Этот процесс полностью завершается при $T = 1000$ °С. При $T > 1100$ °С начинается процесс агрегации примесных атомов никеля и азота с образование сложных дефектных комплексов.

Ключевые слова: монокристаллы синтетического алмаза; примеси азота и никеля; вакуумный отжиг.

EFFECT OF VACUUM HEAT TREATMENT ON NICKEL-CONTAINING DEFECTS IN SYNTHETIC DIAMOND SINGLE CRYSTALS

G. A. Gusakov¹, G. V. Sharonov¹, I. I. Azarko²

¹⁾ *A.N. Sevchenko Institute of Applied Physical Problems, Kurchatovst., 7, 220045, Minsk, Belarus*

²⁾ *Belarusian State University, Nezavisimosti av. 4, 220030 Minsk, Belarus*
Corresponding author: G. A. Gusakov (gga68@rambler.ru)

The effect of post-growth vacuum heat treatment on the defect-impurity structure of HPHT-diamond single crystal grown by the temperature gradient method in the Ni-Fe-C system has been studied. It has been shown that initial HPHT diamond crystal contain nickel impurity not only in the form of single atoms, but also in the form of nanosized clusters. During vacuum annealing at $T \geq 800$ °C, the dissociation of these clusters begins. This process is completed at $T = 1000$ °C. At $T > 1100$ °C, the process of aggregation of impurity atoms of nickel and nitrogen begins with the formation of complex defect complexes.

Key words: synthetic diamond single crystals; nitrogen and nickel impurities; vacuum annealing.

ВВЕДЕНИЕ

В последнее время наблюдается неуклонный рост применения однокристалльного алмазного инструмента сверхточной обработки изделий из современных конструкционных композиционных материалов, керамики, цветных металлов и сплавов [1-3]. Длительное время для изготовления однокристалльного алмазного инструмента использовались преимущественно высококачественные природные алмазы. Однако снижение объемов добычи природных алмазов и развитие технологий синтеза крупных монокристаллов алмаза поставило вопрос о замене натуральных кристаллов их синтетическим аналогом [1, 4]. Тем не менее, несмотря на очевидную важность вопроса, данные о влиянии примесей на механические характеристики монокристаллов алмаза не многочисленны и вопрос критериев отбора синтетического сырья для изготовления высококачественного алмазного инструмента остается открытым. Ранее нами было установлено [5], что износостойкость и стойкость кристаллов синтетического алмаза к раскалыванию в процессе механо-термической обработки существенно зависит от содержания в них примеси никеля (прежде всего в форме одиночных атомов в положении замещения). Вместе с тем известно [6], что при термообработке синтетических алмазов примесь никеля активно взаимодействует с другими примесями (прежде всего с примесью азота) с образованием сложных дефектных комплексов. Исходя из этого, целью настоящей работы являлось изучение влияния постростовой термообработки в вакууме на дефектно-примесную структуру монокристаллов HPHT-алмаза с целью улучшения их механических характеристик.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В настоящей работе исследовались кристаллы синтетического алмаза, выращенные методом температурного градиента в системе Ni-Fe-C с использованием аппаратов высокого давления типа «разрезная сфера». Примесный состав алмазов исследовался методом поглощения света в ИК- и видимом диапазонах спектра, а также методом ЭПР. Для проведения экспериментов было отобрано 6 образцов HPHT-алмаза с различным содержанием примеси никеля в виде одиночных атомов в положении замещения. Исходные образцы представляли собой плоскопараллельные пластины с площадью поверхности от 10 до 25 мм² и толщиной от 0,5 до 1 мм. Отбор кристаллов производился по спектрам поглощения света в видимом диапазоне спектра (интенсивность полосы поглощения 658 нм). Характеристики исходных образцов приведены на рисунке 1 и в таблице. Все исследованные кристаллы относились к типу Ib с высоким содержанием примеси азота преимущественно в форме C-дефекта (одиночный атом в положении замещения). Общая концентрация примеси азота варьировалась в диапазоне от 140 до 280 ppm (частиц на миллион атомов углерода). Интенсив-

ность поглощения в системе полос 658 нм, связанной с одиночными атомами никеля в положении замещения, варьировалась в пределах одного порядка от 0,27 до 1,92 относительных единиц.

Примесный состав исследованных кристаллов синтетического алмаза

№ образца	Содержание примеси азота, ppm				Содержание примеси никеля		
	С-дефект	А-дефект	Дефект N ⁺	Общее содержание примеси	S _{658nm} , отн.ед.	S _{732nm} , отн.ед.	W8, спин/см ³
1	132,5	31,35	12,65	176,5	0,27	0,02	8,2E17
5	120	16,5	7,7	144,2	0,42	0	1,25E17
6	155	18,15	15,95	189,1	1,92	0	2,4E18
7	172,5	8,25	10,45	191,2	1,72	0	1,13E18
9	137,5	26,4	9,9	173,8	0,3	0,01	1,22E18
10	162,5	102,3	15,4	280,2	0,46	0,04	1,51E18

Отжиг образцов проводился в вакуумной печи СШВЭ2,5 (ВакЭТО, Россия) при остаточном давлении газов 10^{-2} Па в температурном интервале от 800 до 1300 °С. Длительность термообработки (время нахождения при максимальной температуре) во всех экспериментах составляла 1 час. Остывание образцов происходило вместе с печью. Перед регистрацией спектров образцы обрабатывались в хромовой смеси при $T = 120$ °С в течение 2 часов, а затем многократно промывались дистиллированной водой.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты экспериментов приведены на рисунках 2–4. Какой-либо выраженной зависимости результатов отжига от примесного состава исходных образцов не наблюдалось. Поэтому приведенные кривые получены путем усреднения данных по всем исследованным образцам.

На рисунке 2 приведены зависимости концентрации примеси азота в НРНТ-алмазах в форме одиночных атомов в положении замещения от температуры вакуумного отжига по данным ЭПР и ИК-спектроскопии. Видно, что при $T > 800$ °С эти зависимости существенно различаются. Ранее нами было показано, что на интенсивность сигнала ЭПР Р1-центра оказывает сильное влияние зарядовое состояние дефектной системы в исследуемых кристаллах алмаза [7]. Таким образом, можно предположить, что в результате вакуумного отжига при $T > 800$ °С происходит изменение зарядового состояния дефектов в монокристаллах НРНТ-алмаза.

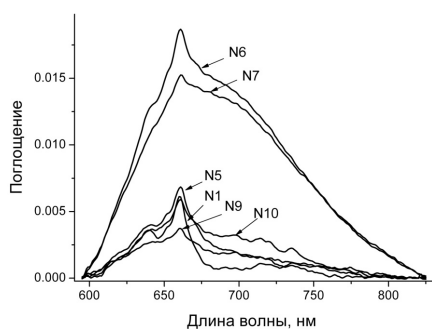
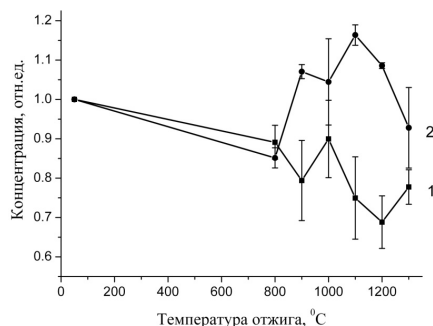


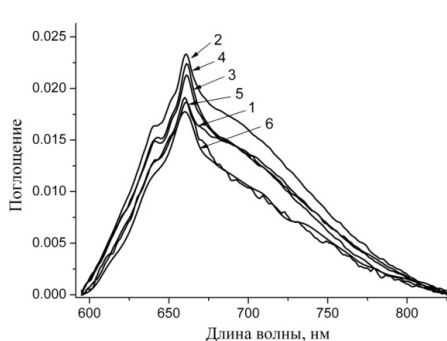
Рисунок 1. Спектры поглощения исследованных кристаллов синтетического алмаза в видимой области



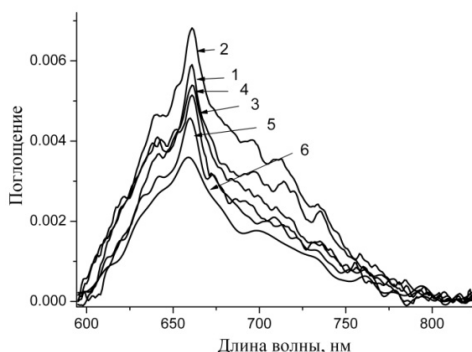
1 – интенсивность сигнала дефекта Р1 в спектрах ЭПР;
2 – интенсивность полосы С-дефекта в спектрах ИК-поглощения

Рисунок 2. Зависимости концентрации в НРНТ-алмазах примеси азота в форме одиночных атомов в положении замещения от температуры вакуумного отжига по данным ЭПР и ИК-спектроскопии

На рисунке 3 показано изменение концентрации атомов никеля в положении замещения с ростом температуры вакуумного отжига для кристаллов НРНТ-алмаза с различным содержанием примеси.



а



б

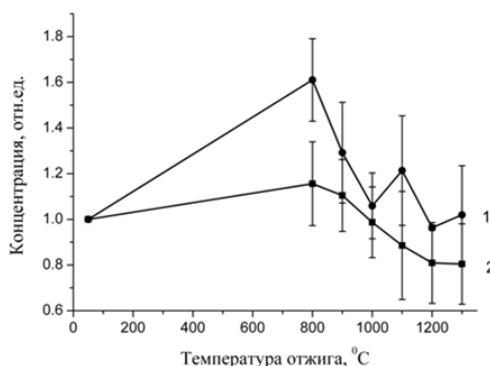
1 – исходный; *2* – $T = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$; *3* – $T = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$; *4* – $T = 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$; *5* – $T = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$; *6* – $T = 1300\text{ }^{\circ}\text{C}$

Рисунок 3. Изменение поглощения в системе полос 658 нм с ростом температуры вакуумного отжига для кристаллов НРНТ-алмаза с высоким (а) и низким (б) содержанием примеси никеля

Видно, что вне зависимости от начальной концентрации примеси никеля эти зависимости имеют схожий характер. Для начальной температуры отжига ($T = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$) наблюдается увеличение интенсивности поглощения в системе полос 658 нм. При дальнейшем повышении температуры отжига происходит постепенное снижение

концентрации примеси никеля в форме одиночных атомов в положении замещения. Причем этот процесс заметно усиливается при $T > 1100^\circ\text{C}$. Результаты оптической спектроскопии хорошо согласуются с данными ЭПР (рис. 4).

Детальный анализ спектров поглощения образцов в видимой области спектров позволил выявить относительно слабые изменения в диапазоне длин волн 540–550 нм, которые происходят с ростом температуры вакуумного отжига. При $T \geq 800^\circ\text{C}$ в спектре появляется слабая полоса с максимумом ~ 541 нм, которая полностью исчезает при $T = 1000^\circ\text{C}$. По данным [8] полоса 541 нм может быть связана с дефектом, включающим два близкорасположенных атома никеля в положении замещения и атом углерода в междоузлии.



1 — интенсивность сигнала дефекта W8 в спектрах ЭПР;
2 — интенсивность системы полос 658 нм в спектрах поглощения света

Рисунок 4. Зависимости концентрации примеси никеля в положении замещения в НРНТ-алмазе от температуры вакуумного отжига по данным ЭПР и поглощения света в видимой области спектра

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Обобщая приведенные выше экспериментальные данные можно сделать следующие выводы. Исходные кристаллы НРНТ-алмаза, по-видимому, содержали примесь никеля не только в форме одиночных атомов, но и в форме наноразмерных кластеров. В процессе вакуумного отжига при $T \geq 800^\circ\text{C}$ начинается диссоциация этих кластеров. При этом увеличивается концентрация одиночных атомов никеля, регистрируемая методами оптической спектроскопии и ЭПР. На промежуточных стадиях возможно образование дефектов, включающих два близкорасположенных атома никеля (полоса 541 нм). Этот процесс полностью завершается при $T = 1000^\circ\text{C}$. При $T > 1100^\circ\text{C}$ начинается процесс агрегации примесных атомов никеля и азота с образование сложных дефектных комплексов. При максимальной исследованной температуре ($T = 1300^\circ\text{C}$) процесс комплексообразования еще не завершается. Таким образом, для полного связывания примеси никеля необходимы более высокие температуры вакуумного отжига. Эти исследования будут выполнены на следующем этапе работы. Планируется также провести сравнительные испытания износостойкости исходных образцов и образцов, подвергнутых дополнительной термообработке в вакууме.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ССЫЛКИ

1. Obata, K. Single-crystal diamond cutting tool for ultra-precision processing/ K. Obata// SEI Technical Review. — 2016. —V.82.—P.82–88.
2. Cutting forces, tool wear and surface finish in high speed diamond machining/ E. Brinksmeier [et al.]// Precision Engineering.—2017.—V.49.—P. 293–304.
3. New technology for cutting ferrous metal with diamond tools/ Q. Tang [et al.]// Diamondand Related Materials.—2018.—V.88.—P.32–42.

4. Study of HPHT single crystal diamond as precision cutting tool material/ Z.Y. Wang [et al.]// Precision Engineering. – 2012. –V.36.–P.162–167.
5. Гусаков, Г. А. Влияние примесного состава на износостойкость монокристаллов синтетического алмаза / Г.А. Гусаков, Г.В. Шаронов, И.И. Азарко// Актуальные проблемы прочности: материалы международной научной конференции, Витебск, 23-27 мая 2022 года / под ред. В.В. Рубаника.–Минск: –2022.– С. 29–31.
6. Yelissev, A. Optical centers related to 3d transition metal in diamond / A. Yelissev, H. Kanda // New Diamond and Frontier Carbon Technology. –2007. –V.17.– P.128–178.
7. Влияние электронного облучения на никельсодержащие дефекты в алмазе / И.И. Азарко [et al.]// Взаимодействие излучений с твердым телом: материалы 14-й Междунар. конф., посвящ. 100-летию Белорус. гос. ун-та, Минск, Беларусь, 21–24 сент. 2021 г. / Белорус. гос. ун-т; редкол.: В. В. Углов (гл. ред.) [и др.]. – Минск: БГУ, 2021.– С.132–136.
8. Zaitsev, A.M. Optical Properties of Diamond: A Data Handbook /A.M. Zaitsev. –Berlin, Springer. – 2001–502 p.

ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ПОЛЯ НА ОБРАЗОВАНИЕ РАДИАЦИОННО-ИНДУЦИРОВАННЫХ ЦЕНТРОВ В КРЕМНИЙ-ГЕРМАНИЕВЫХ СПЛАВАХ *p*-ТИПА ПРИ ОБЛУЧЕНИИ АЛЬФА-ЧАСТИЦАМИ

**Д. Н. Жданович¹, Н. Е. Жданович¹, С. Б. Ластовский¹, В. П. Маркевич²,
И. Ф. Медведева³, Д. А. Огородников¹, Е. А. Фадеева¹**

¹⁾ Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению, Минск, Беларусь,
d_jdanovich@physics.by;

²⁾ Университет г. Манчестер, M13 9PL Манчестер, Англия,
V.Markevich@manchester.ac.uk

³⁾ Белорусский государственный медицинский университет, 220116,
пр. Дзержинского, 83, Минск, Беларусь, *medvedeva@ifftp.bas-net.by*

Показано, что при облучении альфа частицами обратно-смещенных диодных структур на основе кристаллов *p*-SiGe скорость удаления основных носителей заряда значительно снижена в области пространственного заряда (ОПЗ) диодов по сравнению с квазинейтральной областью. Наблюдаемый эффект связан с инжекционно-ускоренной миграцией собственных межузельных атомов кремния и их взаимодействием с другими дефектами решетки в ОПЗ диодов во время облучения.

Ключевые слова: кремний-германиевый сплав; альфа-частица; глубокий уровень; радиационно-индуцированный центр; DLTS-спектроскопия.

EFFECT OF ELECTRIC FIELD ON FORMATION OF RADIATION-INDUCED DEFECTS IN *p*-TYPE SILICON-GERMANIUM ALLOYS UPON IRRADIATION WITH ALFA PARTICLES

**D. N. Jdanovich¹, N. E. Jdanovich¹, S. B. Lastovskii¹, V.P. Markevich²,
I. F. Medvedeva³, D. A. Aharodnikau¹, A. A. Fadzeyeva¹**

¹⁾ Scientific-Practical Materials Research Centre of NAS of Belarus, 220072 Minsk, Belarus

²⁾ The University of Manchester, Manchester M13 9PL, United Kingdom

³⁾ Belarusian State Medical University, Minsk, Republic of Belarus

Corresponding author: D. N. Jdanovich (*zhdanovich_d@ifftp.bas-net.by*)