

05;02;12

## Радиационно-наведенные дефекты в природном алмазе и их отжиг

© В.Н. Амосов, А.В. Красильников, С.Н. Тугаринов,  
В.В. Фрунзе, А.Ю. Цуцких

Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований  
(ТРИНИТИ)

Поступило в Редакцию 10 января 1999 г.

На основе данных анализа спектров в видимой области для разных времен отжига при 550°C получены коэффициенты уравнений роста и спада линий семи дефектов алмаза типа Па, облученного предварительно в ядерном реакторе.

В данной работе исследовались образование при нейтронном облучении и трансформация при вакуумном отжиге дефектов в образцах природного алмаза типа Па, являющегося широкозонным фотополупроводником с небольшим содержанием азота ( $> 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ ) [1]. Для трансформации дефектов, созданных в алмазном образце (X20) после облучения в ядерном реакторе, его изотермически отжигали при 550°C в течение нескольких десятков часов, с периодическим извлечением из вакуумной печи с интервалом в десять часов. Отжиг проводился в вакууме  $6 \cdot 10^{-3} \text{ Torr}$ . Для лучшего разрешения полос поглощения в видимой области спектры измерены на алмазном образце, охлажденном до 80 К.

Спектры оптического поглощения, полученные после проведения изотермического отжига облученного в ядерном реакторе ИР-8 алмазного образца, для времени отжига  $t = 10, 20$  и  $30 \text{ h}$  представлены на рис. 1. В спектрах отчетливо видны следующие пики линий: 741 nm (1.673 eV, тип дефекта GR1) [1–6], 723 nm (1.713 eV) [7], 594.4 nm (2.086 eV) [3,8], 503.2 nm (2.463 eV) [1,3–5], 486 nm (2.549 eV), 470 nm (2.638 eV, тип дефекта TR12) [1,3,6], 465 nm (2.664 eV), 446 nm (2.781 eV), 429 nm (2.888 eV, тип дефекта N3) [3]. Слабо заметен дефект 675.4 nm (1.837 eV).

В процессе отжига видны изменения интенсивности линий (рис. 1), причем наблюдается как увеличение интенсивности, связанное с на-

работкой дефектов (594.4 и 503.2 nm (тип дефекта НЗ)), так и ее уменьшение (741(GR1)), 723, 675.4, 446 и 429 nm). Изменения не замечены для трех дефектов 465, 470 (TR12) и 486 nm, по-видимому, потому, что время отжига, составляющее несколько десятков часов при температуре 550°C, является недостаточным для проявления их свойств.

В связи с тем, что плотность отжигаемого дефекта (убывающая по мере отжига) пропорциональна площади под пиком и описывается суммой экспонент [4,5] (быстрой и медленной компонент) при нормировке площади на единицу

$$A = (a_1/(a_1 + a_2)) \exp(-t/\tau_{fast}) + ((a_2/(a_1 + a_2)) \exp(-t/\tau_{slow}), \quad (1)$$

а плотность неотжигаемого дефекта (нарастающая во времени) — в виде разности

$$A = 1 - (a_1/(a_1 + a_2)) \exp(-t/\tau_{fast}) - (a_2/(a_1 + a_2)) \exp(-t/\tau_{slow}), \quad (2)$$

то представляется целесообразным определить неизвестные  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $\tau_{fast}$ ,  $\tau_{slow}$  из полученных экспериментальных кривых (рис. 1). Заметим, что сумма коэффициентов перед экспонентами как в (1), так и в (2) равна единице.

Анализ экспериментальных кривых при изотермическом отжиге (550°C) радиационно-наведенного дефекта 723 nm показал, что убыль плотности дефекта во времени может быть представлена в виде

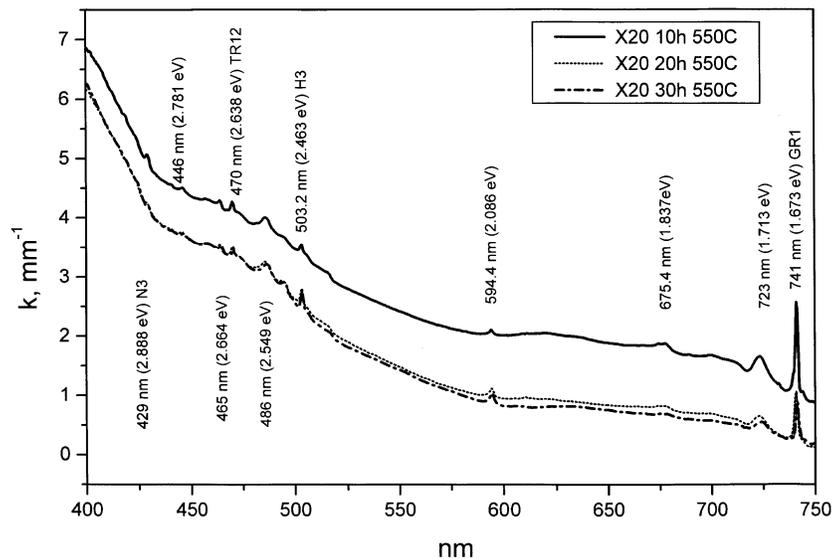
$$A_{723} = 0.56 \exp(-t/5.25) + 0.44 \exp(-t/81.59). \quad (3)$$

Здесь плотность дефекта 723 nm в алмазном образце нормирована на единицу до начала отжига (по формуле (1) при  $t = 0$  площадь  $A_{723} = 1$ ). При этом времена спада медленных компонент для дефектов 723 и 741 nm мало отличаются между собой (81.59 и 94.98 h).

По модели экспоненциального затухания значительный спад (до  $\exp(-4) \cong 0.02$ ) быстрой и медленной компонент дефекта 723 nm происходит при температуре отжига 550°C соответственно за время  $t = 4 \cdot \tau_{fast} = 21.0$  и  $t = 4 \cdot \tau_{slow} = 326.16$  h.

Дефект 594.4 nm возрастает по мере отжига алмазного образца типа Па:

$$A_{594.4} = 1 - 0.30 \exp(-t/20) - 0.70 \exp(-t/350). \quad (4)$$



**Рис. 1.** Удельное поглощение ( $k$ ,  $1/\text{mm}$ ) облученного в ядерном реакторе ИР-8 образца X20 (алмаз типа Па) для времени  $t = 10, 20$  и  $30$  h изотермического отжига при температуре  $550^\circ\text{C}$  в зависимости от длины световой волны ( $\lambda$ , nm). Спектр измерен на алмазном образце X20, охлажденном до  $80$  K.

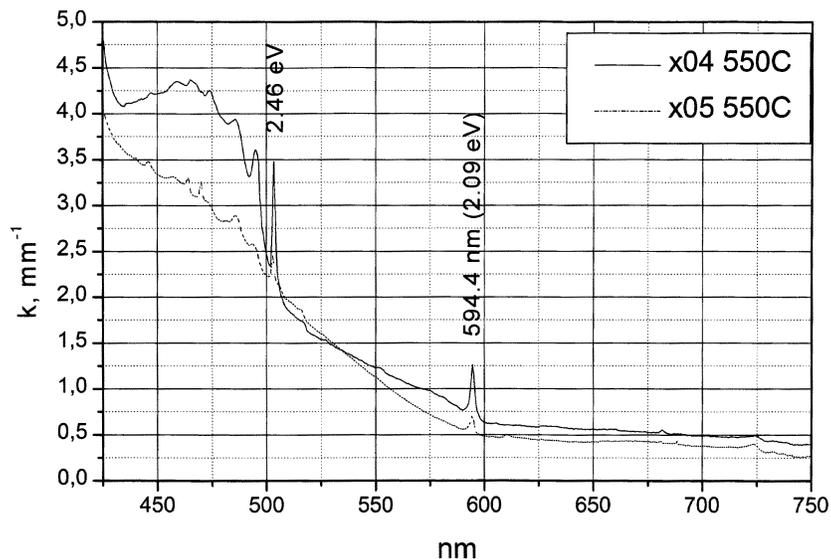
Известно, что рост дефекта  $594.4$  nm продолжается вплоть до  $1000$  K [3], а разрушение его начинается с  $1100$  K и заканчивается при  $1300$  K. Между ростом дефекта  $594.4$  nm и спадом GR1 не обнаружена зависимость, в противоположность поведению дефекта H3:

$$A_{\text{GR1}} = 0.74 \exp(-t/12.34) + 0.26 \exp(-t/94.98), \quad (5)$$

$$A_{\text{H3}} = 1 - 0.74 \exp(-t/12.34) - 0.26 \exp(-t/94.98). \quad (6)$$

Время спада GR1 во время отжига при  $550^\circ\text{C}$  до  $\exp(-4) = 0.02$  составляет  $250$  h. За это же время дефект H3 вырастает до  $0.981$  своего номинального значения.

Ранее было отмечено [6], что концентрация TR12 увеличивается при температуре  $460^\circ\text{C}$  в течение  $5$  h и далее остается постоянной. В наших



**Рис. 2.** Удельное поглощение ( $k$ ,  $1/\text{mm}$ ) образцов X04 и X05, облученных в ядерном реакторе ИР-8 и отожженных непрерывно в течение 50 h при температуре  $550^\circ\text{C}$  в зависимости от длины световой волны ( $\lambda$ , nm). Спектры измерены на образцах X04 (алмаз типа IaA) и X05 (алмаз типа IIa), охлажденных до 80 K.

температурных ( $550^\circ\text{C}$ ) и временных диапазонах, превышающих 5 h (10, 20, 30 h), динамика данного дефекта также не обнаружена.

Пик, связанный с незаряженной вакансией  $V^\circ$  (GR2, GR3 (429 nm)), убывает в процессе отжига в соответствии с уравнением (1) с рассчитанными коэффициентами ( $a_1/(a_1 + a_2) = 0.81$ ,  $\tau_{fast} = 4.48$  и  $\tau_{slow} = 60.40$  h).

Так же был обнаружен другой убывающий пик 446 nm, ссылки на наблюдение которого, к сожалению, найти не удалось. Отметим лишь, что его динамика описывается уравнением (1) с найденными коэффициентами:  $a_1/(a_1 + a_2) = 0.37$ , характерные времена медленной и быстрой компонент равны соответственно 7.24 и 330.43 h.

Для набора статистики при той же температуре были отожжены непрерывно в течение 50 h два образца: X04 (алмаз типа IaA) и X05

(алмаз типа Па). При больших временах отжига амплитуды пиков 741, 723 и 675.4 nm упали настолько, что их не удастся разрешить спектрометром. Амплитуды нарастающих пиков 594.4 и 503.2 заметно возросли, а интенсивности остальных пиков не претерпели заметных изменений, по-видимому, вследствие того, что температура 550°С недостаточна для того, чтобы внести изменения в образующие их комплексы (рис. 2).

Таким образом в данной работе изучался отжиг радиационно-индуцированных дефектов в алмазах типа Па при изотермическом отжиге и были получены коэффициенты уравнения, описывающие динамику изменения концентрации дефектов, образующих пики в спектре оптического поглощения в видимой области. В частности, показан переход дефекта GR1 в H3.

Авторы благодарят персонал ядерного реактора ИР-8 Российского научного центра "Курчатовский институт" и Ю.А. Кашука за проведенное облучение алмазных образцов.

Работа выполнена при поддержке МНТЦ (проект № 447).

## Список литературы

- [1] *Природные алмазы России* / Под ред. В.Б. Кваскова. М.: Полярон, 1997. 304 с.
- [2] Clark C.D., Walker J. // *Diamond Reseach*. 1972. P. 2–5.
- [3] Davies G. // *Nature*. 1977. V. 269. P. 498–500.
- [4] Davies G., Lawson S.C., Collins A.T. et al. // *Phys. Rev. B*. 1992. V. 46. P. 13157–13170.
- [5] Davies G., Collins A.T. // *Diamond Relat. Mater.* 1993. V. 2. P. 80–86.
- [6] Allers L., Collins A.T., Hiscock J. // *Diamond Relat. Mater.* 1998. V. 7. P. 228–232.
- [7] Osvet A., Palm V., Sildos I. // *J. Appl. Phys.* 1996. V. 79. N 11. P. 8290–8293.
- [8] Davies G., Nazare M.H. // *J. Phys. C. Solid State Phys.* 1980. V. 15. P. 4127–4136.