

07
Электролюминесценция NV-центров алмаза при температурах 450 °С–680 °С

© С.Г. Буга,^{1,2} Н.В. Корнилов,¹ М.С. Кузнецов,¹ Н.В. Лупарев,¹ Д.Д. Приходько,^{1,2} С.А. Тарелкин,¹ Т.Е. Дроздова,¹ С.И. Жолудев,¹ С.А. Носухин,¹ В.Д. Бланк^{1,2}

¹ Научно-исследовательский центр „Курчатовский институт“ – ТИСНУМ, 108840 Москва, Россия

² Московский физико-технический институт, 141701 Долгопрудный, Московская обл., Россия
e-mail: buga@tisnum.ru

Поступило в Редакцию 3 октября 2024 г.
В окончательной редакции 28 октября 2024 г.
Принято к публикации 3 декабря 2024 г.

Исследованы спектры электролюминесценции алмазного светоизлучающего $p-i-n$ -диода на основе легированного азотом синтетического монокристалла алмаза (n -тип проводимости), выращенного методом роста при высоком давлении и температуре, и тонких, выращенных методом гомоэпитаксиального роста из газовой фазы, i -слоя алмаза с концентрацией азота $10^{14}–10^{15} \text{ cm}^{-3}$ с азот-вакансионными и кремний-вакансионными оптически активными центрами, и слоя, сильно легированного бором (p -тип проводимости). Для повышения концентрации центров люминесценции диод был облучен пучком электронов с энергией 3 MeV дозой $5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ с последующим отжигом при $T = 800^\circ\text{C}$ в вакууме в течение 2 h. Спектры электролюминесценции измерены при температурах в диапазоне $450^\circ\text{C}–680^\circ\text{C}$ как до облучения электронами, так и после. До облучения электронами максимум полосы электролюминесценции наблюдался в области длин волн 610–680 nm, в зависимости от температуры, напряжения и тока диода, а после облучения электронами и отжига — на длине волны 680 nm при $T = 575^\circ\text{C}–600^\circ\text{C}$. Максимальная интегральная яркость излучения азот-вакансионными центрами $\sim 10^{12} \text{ photon/s}$ наблюдалась при $T = 575^\circ\text{C}$ после облучения электронами и отжига.

Ключевые слова: легированный азотом алмаз, NV-центры, алмазный $p-i-n$ -диод, электролюминесценция, высокие температуры.

DOI: 10.61011/JTF.2025.03.59858.297-24

Введение

Светоизлучающие алмазные $p-i-n$ -диоды на азот-вакансионных (NV) оптически-активных центрах разрабатываются как электрически управляемые источники одиночных фотонов с электрической накачкой [1–11]. В качестве p -типа материала в таких диодах обычно используется алмаз, легированный бором, а в качестве n -типа — алмаз, легированный фосфором [2–10]. При этом i -слой содержит оптически активные NV-центры, а также незначительную концентрацию одиночных атомов замещения азота (С-центров) и в некоторых случаях — атомов фосфора [10]. Азот в виде одиночных атомов в позиции замещения, так же как и фосфор, является легирующим элементом донорного типа для алмаза. Нами была продемонстрирована возможность создания диодов Шоттки n -типа на основе алмаза, легированного азотом [12]. Энергия ионизации азота в алмазе существенно больше фосфора: эта величина составляет 1.33–1.63 eV в зависимости от концентрации азота [13], в то время как для фосфора энергия ионизации значительно ниже: с увеличением концентрации атомов фосфора она уменьшается от 0.57 до 0.37 eV [14,15]. В связи с этим при комнатной температуре концен-

трация свободных электронов в алмазе, легированном азотом, крайне низка. При концентрациях С-центров в диапазоне $10^{18}–10^{19} \text{ cm}^{-3}$ проводимость электронов по делокализованным состояниям в алмазе наблюдается либо при облучении светом [16,17], либо при нагреве выше 300°C [13,16].

В работах [18,19] обнаружено, что интегральная интенсивность излучения ультрафиолетовых алмазных $p-i-n$ -диодов повышается в 3 раза при нагреве от 25 до 200°C . В работе [20] установлено, что интенсивность фотолюминесценции (ФЛ) отрицательно-заряженных азот-вакансионных комплексов ((NV⁻)-центров) в алмазе при $T = 700 \text{ K}$ снижается примерно до 15% по сравнению с величиной при $T = 300 \text{ K}$, и дальнейшее снижение происходит более медленно в согласии с известной теоретической зависимостью. При этом максимум интенсивности спектра фоновой крыла ФЛ (NV⁻)-центров смещается с 710 nm при $T = 300 \text{ K}$ до 750 nm при $T = 573 \text{ K}$. Однако максимум спектра фоновой крыла катодолюминесценции (КЛ) (NV⁻)-центров смещается с 670 до 700 nm при увеличении температуры с 293 до 776 K [21]. Интенсивность спектра КЛ в этом случае уменьшилась до $\sim 10\%$ при $T = 776 \text{ K}$. В настоящей работе исследовался образец

алмаза, содержащего большую концентрацию замещающего азота $\sim 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ и NV-центры преимущественно в отрицательном зарядовом состоянии с концентрацией $\sim 10^{18} \text{ cm}^{-3}$. Также в [21] показано, что интенсивность бесфонных линии БФЛ (NV^-)-центров снижается гораздо сильнее с ростом температуры по сравнению с линиями БФЛ (NV^0)-центров. При $T > 393 \text{ K}$ линии БФЛ обоих центров стали неразличимы на фоне широкой полосы фонного крыла люминесценции.

Смещение линий БФЛ (NV^-) и (NV^0)-центров с ростом температуры от 77 до 300 K было исследовано в [22]. В диапазоне 250–300 K смещение $\Delta E/\Delta T$ составило около -0.002 eV . На основании этого значения мы аппроксимировали величину смещения при $T = 723 \text{ K}$ на -0.017 eV , а при $T = 923 \text{ K}$ — на -0.027 eV , что для БФЛ (NV^0)-центров означает сдвиг относительно $\lambda = 575 \text{ nm}$ (при $T = 300 \text{ K}$) в длинноволновую область на ~ 4 и $\sim 7 \text{ nm}$ соответственно.

В случае кремний-вакансионных (SiV^-)-центров в алмазе обнаружено, что интенсивность БФЛ с повышением температуры от 300 до 500 K понижается на 50 % и уменьшается до 20 % при $T = 873 \text{ K}$ [23] за счет повышения вероятности безызлучательной рекомбинации.

В области температур до 950 K нами наблюдалась примерно линейная зависимость интенсивности электролюминесценции (ЭЛ) (NV^0)-центров на длине волны 625 nm от потребляемой электрической мощности диода в диапазоне до 330 mW [11].

NV-центры в алмазе активно исследуются для применений в различных квантовых опто-электронных устройствах, в частности, в качестве однофотонных источников для систем космических квантовых коммуникаций [24,25], и в лазерах на NV-центрах [26,27].

NV-центры присутствуют в различных зарядовых состояниях: нейтральном (NV^0), отрицательно-заряженном (NV^-), и положительно-заряженном (NV^+) [4,42–49]. (NV^0) и (NV^-)-состояния являются основными. В зависимости от интенсивности и длины волны возбуждающего излучения в спектрах люминесценции наблюдаются различные соотношения интенсивностей полос, относящихся к (NV^0)- и (NV^-)-центрам [46], а при рекомбинации дырок и электронов в случае протекания электрического тока в алмазных $p-i-n$ -диодах наблюдается, главным образом, ЭЛ (NV^0)-центров [1,2,9,11]. Количественное соотношение (NV^0)- и (NV^-)-центров зависит от положения уровня Ферми [3,4,42–49], и, в случае дополнительного слабого легирования i -слоя фосфором, с повышением напряжения на $p-i-n$ -диоде в открытом состоянии от 30 до 50 V, наряду с (NV^0)-центрами наблюдались спектры ЭЛ (NV^-)-центров с максимумом в области длин волн 675 nm, обусловленным широким крылом фонных повторений БФЛ люминесценции 637 nm [10].

Ранее нами были впервые изготовлены и исследованы светоизлучающие алмазные $p-i-n$ -диоды на NV оптически-активных центрах без применения слоя, легированного фосфором [11]. В качестве слоя с n -типом

проводимости была использована монокристаллическая подложка из алмаза, выращенного методом высокого давления и температуры (НРНТ) с концентрацией С-центров $2.4 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Такая концентрация легирующей примеси азота обеспечивает наименьшее удельное электрическое сопротивление и хорошее качество контактов Ti/Pt с линейной ВАХ в широком диапазоне температур до 680°C [13,28]. На таких подложках были выращены тонкие слои слаболегированного алмаза с азот-вакансионными оптически активными центрами (i -слой), и сильнолегированного бором (p -слой). Были исследованы ВАХ и спектры электро-люминесценции при температурах в диапазоне 300°C – 680°C . Спектр излучения при $T = 450^\circ\text{C}$ характеризуется максимумом на длине волны $\sim 610 \text{ nm}$ и отличается от спектров ЭЛ (NV^0)-центров, наблюдавшихся ранее при комнатной температуре в алмазных $p-i-n$ -диодах с n -слоями, легированными фосфором [1,2,9,10] несколько большей полушириной и смещением около ~ 20 – 25 nm в длинноволновую область, что характерно и для спектров катодолуминесценции (NV^-)-центров [21], и ФЛ [20], но на большую величину. Интенсивность излучения возрастала пропорционально электрической мощности тока диода. Максимальное значение тока диода составляло 15 mA при напряжении 21.6 V и температуре 680°C . Плотность тока при этом достигала 0.2 A/cm^2 . Плотность тока светодиода со специально изготовленным n^+ -эмиттером из алмаза, легированного фосфором [9], превышала 10^3 A/cm^2 даже при комнатной температуре. Интенсивность излучения отдельных NV-центров в таком диоде была оценена $\sim 6 \cdot 10^5 \text{ photon/s}$.

Яркость излучения светодиодов на оптически-активных центрах зависит не только от тока в открытом состоянии, но и от концентрации таких центров, в данном случае — NV-центров. Кроме того, в современных инжекционных светодиодах и лазерах используется эффект суперинжекции в гетероструктурах [29,30], благодаря которому концентрация свободных носителей заряда в i -области может на несколько порядков превышать их концентрацию в легированных слоях, и, таким образом, обеспечивать высокую интенсивность (яркость) излучения при их рекомбинации. Этот же эффект предсказан и для гомоструктур на основе широкозонных полупроводников [6–8], к которым относится и алмаз. Следовательно, яркость алмазных светодиодов может быть значительно повышена путем увеличения концентрации NV-центров в i -слое, а также при обеспечении условий для суперинжекции свободных электронов, концентрация которых в алмазе обычно значительно ниже концентрации дырок при сопоставимых концентрациях доноров и акцепторов из-за существенно более высокой энергии ионизации доноров (атомы фосфора, азота) по сравнению с акцепторами (атомы бора).

Концентрация NV-центров, спонтанно образующихся в алмазе, выращенном методом CVD без добавления

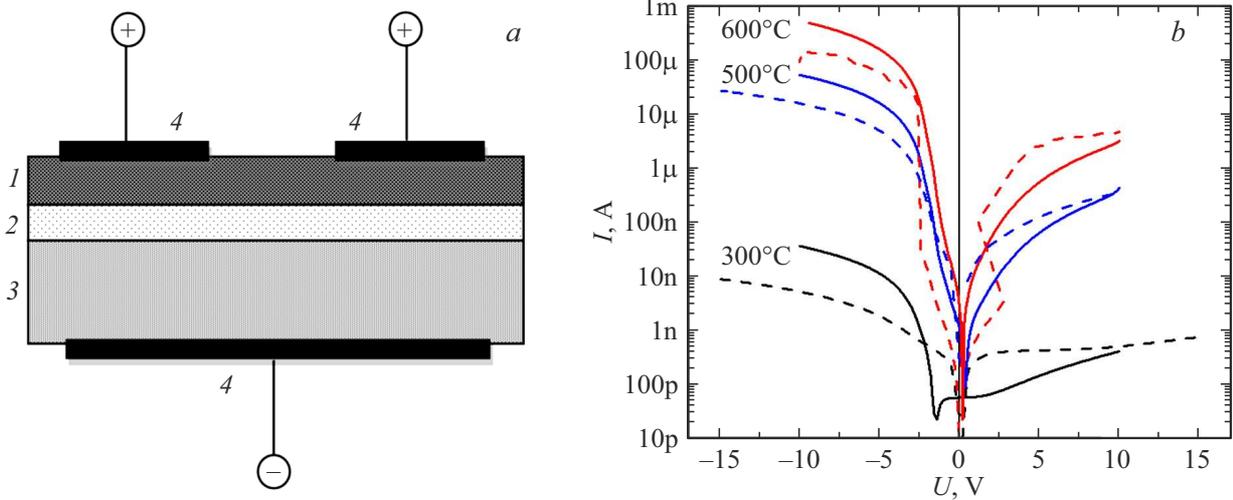


Рис. 1. *a* — схема алмазного $p-i-n$ -диода: 1 — p^+ -слой, легированный бором; 2 — i -слой, содержащий NV-центры; 3 — n -слой, легированный азотом; 4 — омические Ti-Pt-контакты; *b* — ВАХ диода при $T = 300, 500$ и 600°C до облучения электронами (сплошные линии) и после облучения и вакуумного отжига (штриховые линии).

азота, очень низкая. За исключением случая имплантации атомов азота в алмаз [10,31,32] концентрация NV-центров обычно значительно ниже концентрации атомов азота. Для повышения концентрации NV-центров в легированных азотом алмазах применяются методики облучения ионами [33–38] или электронами [20,39–45] для создания вакансионных дефектов, и дальнейший отжиг при температуре выше 600°C для формирования азот-вакансионных комплексов. Например, при концентрации C-центров $\sim 2 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ облучение потоком электронов с энергией 3 MeV и дозой $4 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ с последующим отжигом приводило к формированию $\sim 12 \text{ ppb}$ ($2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$) (NV^-)-центров [39]. Важно, что облучение электронами с высокими энергиями обеспечивает образование вакансионных дефектов во всем объеме кристалла алмаза, в то время как при облучении ионами толщина слоя, в котором образуются вакансии, обычно не превышает одного микрометра.

Значительный интерес представляют исследования в области разработки фемтосекундных алмазных лазеров с высокой мощностью при оптической накачке NV-центров в алмазе [26] и непрерывных лазеров [27]. С учетом предсказанного теоретически эффекта суперинжекции свободных электронов в i -область алмазных $p-i-n$ -диодов [6–8], перспективными являются исследования ЭЛ NV-центров в таких диодах при повышенной температуре.

Целью настоящей работы являлось исследование спектров ЭЛ алмазного $p-i-n$ -диода, аналогичного по конструкции [11], после облучения потоком электронов с энергией 3 MeV и последующего отжига при $T = 800^\circ\text{C}$ для повышения концентрации NV-центров в i -слое.

1. Экспериментальные образцы и методика эксперимента

Экспериментальный образец $p-i-n$ -диода (рис. 1) был изготовлен на подложке из легированного азотом монокристалла алмаза типа Ib, выращенного методом температурного градиента при высоком давлении и температуре (TG-HPHT-метод) [50,51] с концентрацией азота в виде C-центров $2.4 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. На подложке с размерами $3.5 \times 3.5 \times 0.15 \text{ mm}$ были последовательно выращены методом гомоэпитаксиального роста из газовой фазы (CVD-метод, [51]) слой высокочистого алмаза толщиной $6 \mu\text{m}$ (i -слой) и легированного бором в концентрации $\sim 1 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ толщиной $4 \mu\text{m}$ (p^+ -слой). Для CVD-роста мы использовали установку Plassys BJS 150 CVD.

Параметры процесса были следующими: температура подложки — $850 \pm 15^\circ\text{C}$, мощность СВЧ-излучения — 2.7 kW , газовая смесь — H_2/CH_4 в соотношении 24/1 при давлении газа $180 \pm 5 \text{ mbar}$. Скорость роста i -слоя составила $\sim 1.3 \mu\text{m/h}$. Использовался очиститель водорода, который обеспечивает концентрацию примесей не более 1 ppb. Чистота метана составляла 99.9999%. С учетом указанного соотношения водорода и метана, общая концентрация примесей в газовой смеси не превышает 5 ppb по отношению к углероду. Полагая, что основную долю остаточных газов составляет азот, имеем соотношение $[\text{N}]/[\text{C}] \sim 10^{-6}$. Принимая во внимание коэффициент встраивания азота в решетку алмаза по отношению к углероду $\sim 10^{-3}$, мы оцениваем минимальную концентрацию азота в i -слое порядка 10^{14} cm^{-3} , однако с учетом возможности растравливания легированной азотом алмазной подложки и остатков атмосферы при вакуумировании камеры перед продувкой и наполнением рабочей газовой смесью, верхняя граница диапазона

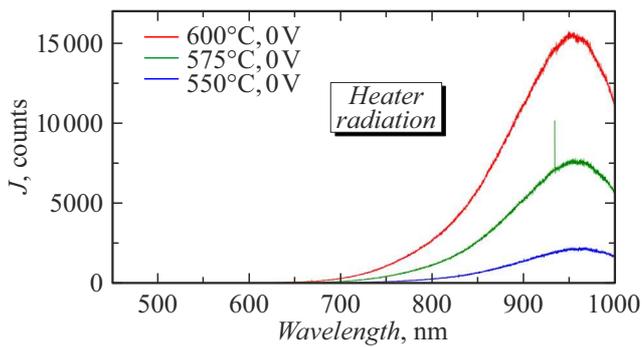


Рис. 2. Спектры излучения нагревателя при разных температурах, измеренные в тех же условиях, что и спектры на рис. 3, *d*, в отсутствие тока диода.

концентрации азота в *i*-слое может достигать величины порядка 10^{15} cm^{-3} .

Для легирования бором в газовую смесь H_2/CH_4 добавлялся диборан B_2H_6 в соотношении 48/1/0.25. Температура подложки была $870 \pm 15^\circ\text{C}$, мощность СВЧ излучения — 2.9 kW при давлении газа $180 \pm 5 \text{ mbar}$. Скорость роста *i*-слоя составляла $\sim 1 \mu\text{m/h}$. Концентрация бора в выращенном p^+ -слое определялась методом масс-спектропии вторичных ионов (SIMS) и дополнительно контролировалась по спектрам комбинационного рассеяния света (КРС).

После CVD-роста из полученной трехслойной монокристаллической структуры методом лазерной резки была вырезана квадратная пластина размерами около $3.0 \times 3.0 \times 0.15 \text{ mm}$.

Боковые поверхности изготовленной пластины были отполированы для улучшения выхода оптического излучения, обеспечения наблюдения области ЭЛ с помощью оптического микроскопа и для анализа спектров излучения. Со стороны НРНТ-подложки методом магнетронного напыления через контактную маску был изготовлен сплошной омический контакт Ti–Pt размером $2.5 \times 2.5 \text{ mm}$, а со стороны легированного бором CVD-слоя сделаны 4 контакта размерами $1.0 \times 1.0 \text{ mm}$. Перед изготовлением металлических контактов образец был отожжен в воздушной среде при температуре 680°C для удаления графитизованного поверхностного слоя, образующегося в процессе лазерной резки, и удаления возможных поверхностных загрязнений.

Нагрев диода при исследовании спектров ЭЛ производился в атмосфере аргона в герметичном нагревательном столе с оптическим окном Linkam 1000TS. Для этих измерений диод располагался в нагревателе перпендикулярно выходному оптическому окну таким образом, чтобы можно было снимать спектр излучения с полированной торцевой поверхности.

На рис. 1, *b* представлены ВАХ диода при $T = 300, 500$ и 600°C до облучения электронами и после облучения и вакуумного отжига. В результате облучения и отжига диода значения тока в прямом направлении

снизились в $\sim 5\text{--}10$ раз при одинаковых значениях температуры, а в обратном направлении, наоборот, несколько возросли, т. е. коэффициент выпрямления диода уменьшился примерно на порядок. Причины такого изменения характеристик диода в результате облучения могут различаться для прямого и обратного токов. Сопротивление диода в прямом направлении могло увеличиться вследствие уменьшения концентрации донорных атомов азота в позиции замещения при образовании NV-центров, и, в некоторой степени, из-за влияния дефектов структуры. В обратном направлении, наоборот, — наличие дефектов способствует повышению токов утечки, не связанных с наличием примесных атомов и инжекцией дырок и электронов из *p*- и *n*-слоев. S-образность ВАХ при $T = 600^\circ\text{C}$ после облучения электронами и отжига связана с дискретностью развертки по напряжению $\Delta U = 0.5 \text{ V}$ при измерении ВАХ. Нестабильность ВАХ при $T > 600^\circ\text{C}$ может быть обусловлена протяженными дефектами структуры, а также особенностями протекания тока в тонком контактном слое карбида титана при высоких температурах.

Спектры оптического излучения были исследованы с использованием конфокального КРС-спектрометра Renishaw inVia Reflex. Для регистрации спектров ФЛ при комнатной температуре использовался объектив Leika N PLAN EPI 100 \times /0.85NA. Регистрация спектров ЭЛ в нагревательном оптическом столе производилась с объективом Olympus LMPlanFLN 50 \times /0.5NA с большим рабочим расстоянием и диаметром фокального пятна $1.7 \mu\text{m}$ при $\lambda = 680 \text{ nm}$.

Перед началом измерений спектров ЭЛ при каждом значении температуры производилась регистрация спектра фонового излучения нагревателя с поверхности диода в отсутствие тока диода. Примеры снятых таким образом спектров излучения нагревателя показаны на рис. 2. Они имеют вид широкой полосы начиная от длин волн $\sim 650 \text{ nm}$ с максимумом на $950\text{--}970 \text{ nm}$ в зависимости от температуры.

Интенсивность излучения в исследованном спектральном диапазоне сильно зависит от температуры. С повышением на 25° интенсивность возрастает более чем в два раза. Впоследствии спектры излучения нагревателя вычитались из измеренных спектров ЭЛ при включенном токе диода. При этом излучение ЭЛ диода наблюдалось в *i*-слое (рис. 3, *b*).

После исследования спектров ФЛ *i*-слоя диода при комнатной температуре и ЭЛ при различных температурах в диапазоне от 450 до 680°C и значениях тока в прямом направлении до 15 mA диод был подвергнут облучению потоком электронов с энергией 3 MeV на ускорителе INDUSTRIAC 3E1000M с дозами $1 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ и $5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ с последующим отжигом при $T = 800^\circ\text{C}$ в вакууме в течение 2 h для повышения концентрации азот-вакансионных центров путем формирования вакансий в результате облучения и объединения их с примесными атомами азота в процессе отжига, аналогично

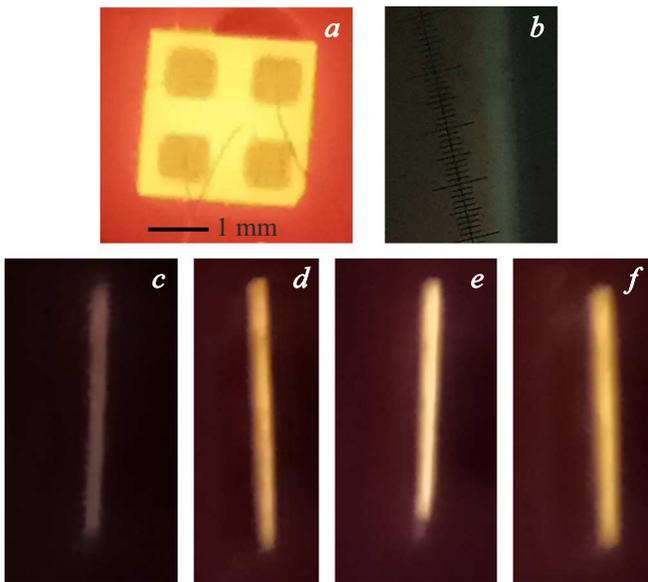


Рис. 3. ЭЛ алмазного $p-i-n$ -диода: *a* — при $T = 680^\circ\text{C}$, $U = 10\text{ V}$, $I = 20\text{ mA}$ до облучения электронами и отжига, вид диода „сверху“; *b* — вид области свечения i -слоя с торца диода при $T = 450^\circ\text{C}$, $U = 10\text{ V}$, $I = 10\ \mu\text{A}$; масштаб: 1 — деление шкалы — $1.5\ \mu\text{m}$; n^+ -слой слева (желтый цвет), p^+ -слой справа (сине-фиолетовый цвет); *c-f* — ЭЛ с торца диода после облучения электронами и отжига: *c* — при $T = 525^\circ\text{C}$, $U = 35\text{ V}$, $I = 0.38\text{ mA}$; *d* — при $T = 550^\circ\text{C}$, $U = 33\text{ V}$, $I = 0.9\text{ mA}$; *e* — при $T = 575^\circ\text{C}$, $U = 34\text{ V}$, $I = 0.3\text{ mA}$; *f* — при $T = 600^\circ\text{C}$, $U = 24\text{ V}$, $I = 3\text{ mA}$. Спектральная чувствительность и цветопередача фотокамеры адаптировались автоматически для каждого кадра отдельно.

тому, как описано в [39–42]. Отжиг производился в вакуумной печи Red Devil WEBB 105.

2. Результаты и обсуждение

При протекании тока диода в прямом направлении и температурах выше 400°C наблюдалось свечение диода (рис. 3).

На рис. 3, *a* приведена фотография светящегося диода при $T = 680^\circ\text{C}$, $U = 22\text{ V}$, $I = 20\text{ mA}$ до облучения электронами и отжига. Фоновое свечение на рис. 3, *a*, *c-f* представляет собой собственное излучение нагревателя.

На рис. 3, *b* представлена фотография края торцевой поверхности диода, на которой видно свечение i -слоя при $T = 450^\circ\text{C}$, $U = 10\text{ V}$, $I = 10\ \mu\text{A}$ также до облучения электронами и отжига. Видно, что цвет излучения имеет зеленоватый оттенок, характерный для спектра на рис. 4, *a* с максимумом в области $600\text{--}610\text{ nm}$. На рис. 3, *c-e* представлены фотографии свечения диода с торцевой поверхности после второго облучения электронами и отжига. Изображения получены при различных температурах в диапазоне $525^\circ\text{C}\text{--}600^\circ\text{C}$ и различных величинах напряжения и тока диода, которые

соответствуют условиям регистрации спектров излучения, приведенным на рис. 4, *d*.

Спектр ЭЛ диода до облучения электронами при $T = 450^\circ\text{C}$, $U = 10\text{ V}$, $I = 10\ \mu\text{A}$ (рис. 4, *a*) представляет собой широкую полосу полушириной $\sim 150\text{ nm}$ с максимумом на длине волны 610 nm . При повышении температуры до 640°C наблюдается уширение спектра ЭЛ: максимум смещается в область $640\text{--}660\text{ nm}$ (рис. 4, *b*), а интенсивность в максимуме при $U = 8.2\text{ V}$, $I = 0.5\text{ mA}$ лишь незначительно превышает интенсивность максимума при $T = 450^\circ\text{C}$ и значительно меньшем токе диода (рис. 4, *a*). Также на спектрах, измеренных при $T = 640^\circ\text{C}$ (рис. 4, *b*), заметна полоса относительно слабой интенсивности в области $740\text{--}780\text{ nm}$. Предположительно, это может быть полоса ЭЛ SiV^- -центров, которые также присутствуют в i -слое, как свидетельствуют спектры ФЛ, снятые при комнатной температуре (рис. 5). Известно, что с повышением температуры максимум спектра ФЛ SiV^- -центров сдвигается в область более длинных волн, в частности, при $T = 588^\circ\text{C}$ максимум наблюдался при $\lambda = 751\text{ nm}$ [23].

После облучения диода электронами и отжига спектры ЭЛ при всех значениях температуры в диапазоне $525\text{--}600^\circ\text{C}$, напряжения $24\text{--}35\text{ V}$ и тока $0.3\text{--}3\text{ mA}$ сместились в область больших длин волн с максимумом на $\sim 680\text{ nm}$ (рис. 4, *d*). При этом видно, что максимальная интенсивность ЭЛ наблюдается при $T = 575^\circ\text{C}$.

С повышением температуры до 600°C интенсивность излучения меньше даже при величинах тока диода в $5\text{--}10$ раз больших, чем при $T = 575^\circ\text{C}$. При дальнейшем повышении температуры интенсивность излучения становилась еще меньше.

Вид спектра на рис. 4, *a* в целом соответствует спектрам ЭЛ (NV^0)-центров $p-i-n$ -диодов с n -слоем, легированным фосфором [1,2,9,10] при комнатной температуре. Основное отличие заключается в том, что при комнатной температуре на общем фоне широкой полосы наблюдаются отдельные узкие пики небольшой интенсивности бесфонной линии люминесценции $\lambda = 575\text{ nm}$ и ее фонными повторениями, которые при перекрытии формируют широкую полосу с максимумом на $\lambda = 610\text{ nm}$ [1,2,9,10].

В нашем случае из-за высокой температуры линии люминесценции уширены и сливаются в общую широкую полосу. При $T = 640^\circ\text{C}$ (рис. 4, *b*) максимум спектров при всех значениях напряжения и тока диода сдвигается на $\lambda = 650\text{ nm}$, а при $T = 680^\circ\text{C}$ максимумы спектров, снятых при $U = 16.5\text{ V}$, $I = 5\text{ mA}$ и менее этих величин, также соответствует $\lambda = 650\text{ nm}$ (рис. 4, *c*), в то время как при больших значениях напряжения и тока максимум приходится на $\lambda = 660\text{--}680\text{ nm}$.

После облучения диода пучком электронов и отжига смещение максимума спектра ЭЛ на длину волны 680 nm (рис. 3, *d*) при $T = 600^\circ\text{C}$ означает уменьшение энергии на 0.2 eV относительно 610 nm при $T = 23^\circ\text{C}$, что совпадает с уменьшением энергии максимума фонного крыла ФЛ (NV^-)-центров при таких же усло-

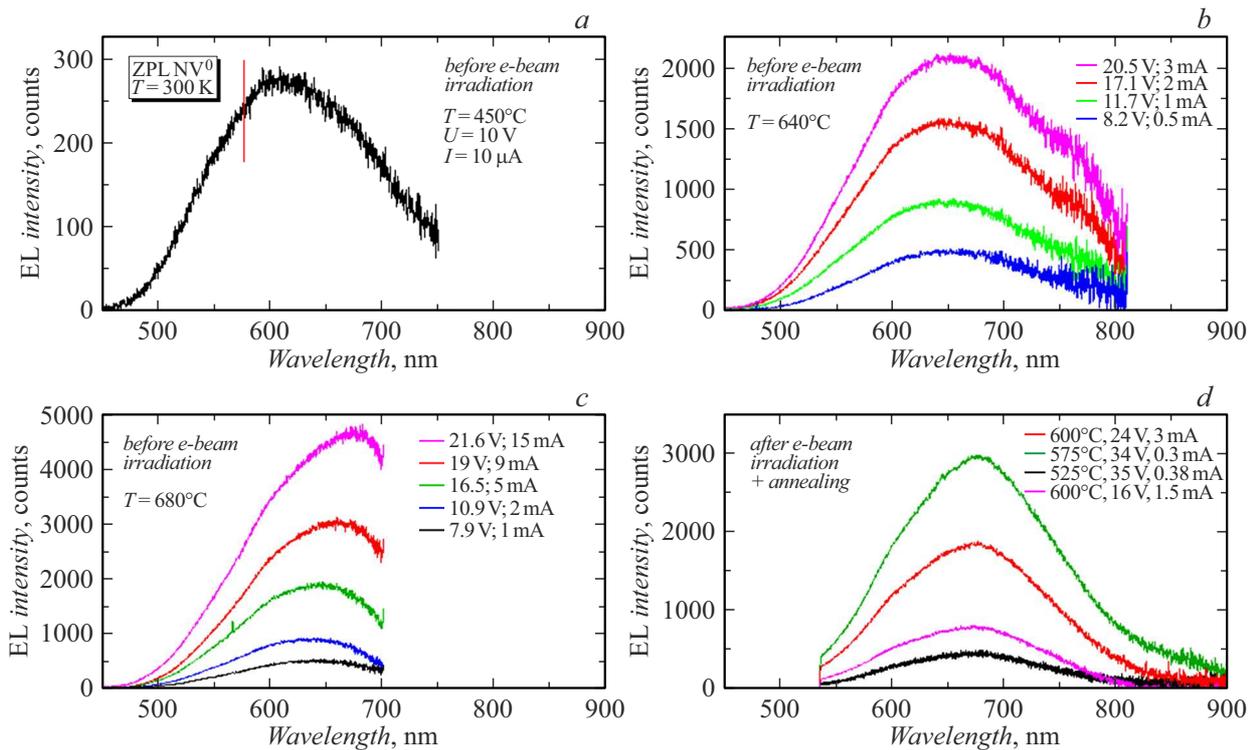


Рис. 4. *a–c* — спектры излучения диода до облучения электронами при различных величинах напряжения и тока в прямом направлении и различных температурах; *d* — спектры излучения диода после облучения электронами и вакуумного отжига при различных величинах напряжения и тока в прямом направлении и температурах 525 °С–600 °С.

виях [20]. В литературе отсутствуют экспериментальные данные о температурном сдвиге максимума фоновой крыла люминесценции (NV^0)-центров. Поэтому можно лишь констатировать, что наблюдаемое нами смещение максимума полосы ЭЛ с ростом температуры незначительно отличается от величины смещения максимума фоновой крыла ФЛ (NV^-)-центров при аналогичных условиях [20], и смещение центра полосы на рис. 4, *a* на ~ 20 – 25 nm относительно спектра из работы [9] совпадает с величиной смещения на 20–25 nm максимума фоновой крыла спектра КЛ (NV^-)-центров при $T = 500$ °С [21].

На рис. 5 приведены спектры ФЛ диода при $T = 296$ K до облучения и после облучения электронами с дозами $1 \cdot 10^{14}$ и $5 \cdot 10^{17}$ cm^{-2} и отжига при $T = 800$ °С в течение 2 h. В спектрах присутствуют полоса второго порядка КРС алмаза и БФЛ (SiV^-)-центров с максимумом на ~ 738 nm [23,52]. Кремний попадает в газовую смесь на начальной стадии роста гомоэпитаксиального слоя в CVD-реакторе из-за наличия в нем кварцевых окон. В спектрах ЭЛ, измеренных после облучения и отжига диода (рис. 4, *d*), полоса (SiV^-)-центров не выделяется, возможно, из-за того, что спектр излучения NV-центров сместился в область больших длин волн примерно на 30 nm относительно спектров до облучения (рис. 4, *b*), и широкая полоса ЭЛ SiV^- -центров накладывается на область спада спектра ЭЛ (NV^0)-центров.

На вставке рис. 5, *b* показано, что амплитуда линии комбинационного рассеяния алмаза для длины волны возбуждающего излучения лазера $\lambda = 532$ nm одинакова для обоих спектров, снятых после облучения дозами $1 \cdot 10^{14}$ и $5 \cdot 10^{17}$ e , что позволяет сравнивать между собой амплитуды PL-спектров, полученные в результате облучения электронами с двумя разными дозами при одинаковых условиях отжига.

Видно, что интенсивность спектра ФЛ после второго облучения с большей дозой примерно в 10 раз больше, чем после первого облучения. Но ФЛ спектр после первого облучения и отжига соответствует спектру (NV^0)-центров, как и спектр ЭЛ до облучения (рис. 3, *a*), а ФЛ спектр после второго облучения и отжига имеет две компоненты — основную полосу с максимумом на 675 nm, соответствующую ФЛ (NV^-)-центров, и „затянутый“ подъем в области длин волн менее 650 nm, соответствующий некоторой доле (NV^0)-центров.

В таблице приведены результаты измерений интегральной яркости ЭЛ P_{tot} по спектрам, приведенным на рис. 3, *a, b, d*, и оценки полной яркости ЭЛ J_{tot} $p-i-n$ -диода до его облучения электронами и после при различных величинах плотности тока j . При расчетах учитывалась интегральная яркость излучения в диапазоне волн 450–850 nm, время регистрации спектров 80 s, угловая апертура объектива, отношение площади фокального

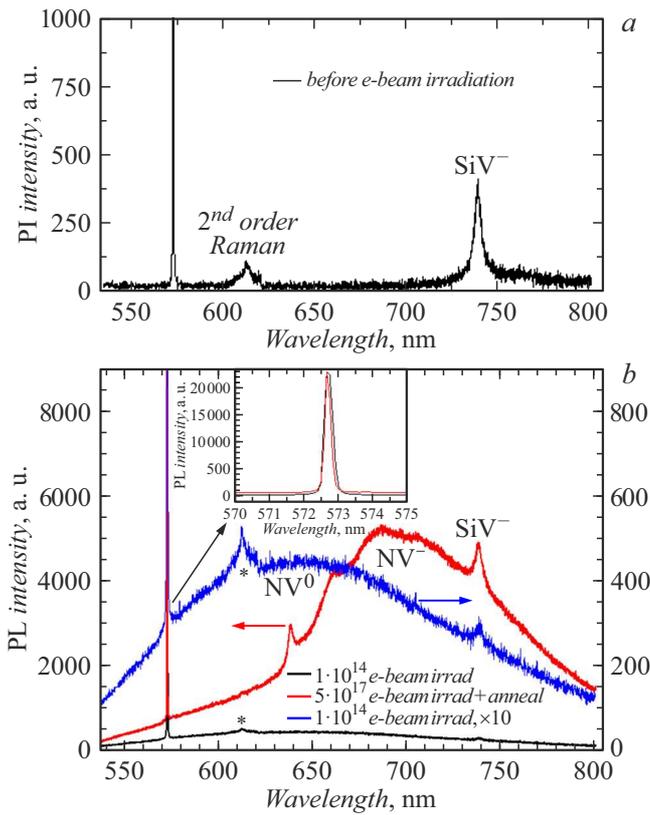


Рис. 5. Спектры ФЛ *i*-слоя диода при $T = 296$ К при возбуждении лазером $\lambda = 532$ нм до облучения (а) и после облучения электронами энергией 3 МэВ дозами $1 \cdot 10^{14}$ и $5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ и отжига при $T = 800^\circ\text{C}$ в течение 2 ч (б). На вставке более детально показан участок спектра 570–575 нм с линией КРС алмаза равной амплитуды для обоих спектров. Знаком * обозначена полоса 605–620 нм второго порядка спектра КРС алмаза.

Номер спектра до облучения электронами (№ 1–3) и после облучения и отжига (№ 4); температура диода T ; плотность тока j ; интегральная яркость ЭЛ P_{tot} , рассчитанная по спектрам, приведенным на рис. 3, а, б, д; полная яркость ЭЛ диода J_{tot} с учетом телесного угла сбора, площади фокального пятна по отношению ко всей площади поверхности *i*-слоя и общего коэффициента потерь излучения в оптической системе и детекторе 0.25

№	T , °C	j , A/cm ²	P_{tot} , phot/s	J_{tot} , phot/s
1	450	$1.6 \cdot 10^{-4}$	$7 \cdot 10^3$	$9 \cdot 10^{10}$
2	640	$1.6 \cdot 10^{-2}$	$2.2 \cdot 10^4$	$2.7 \cdot 10^{11}$
3	680	$8 \cdot 10^{-2}$	$5.5 \cdot 10^4$	$6.8 \cdot 10^{11}$
4	575	$3 \cdot 10^{-3}$	$7.5 \cdot 10^4$	$9 \cdot 10^{11}$

пятна ко всей площади поверхности *i*-слоя, общий коэффициент потерь в оптической системе порядка ~ 0.25 .

Как видно из таблицы, несмотря на то, что температура максимума излучения и плотность тока диода

после облучения и отжига были ниже, чем до облучения, интегральная яркость ЭЛ после облучения и отжига увеличилась примерно в 1.5 раза по сравнению с максимальным значением до облучения.

Результаты данного исследования показывают, что светоизлучающие алмазные *p-i-n*-диоды на NV-центрах с n^+ -слоем, легированным азотом, работоспособны в области температур 450°C – 680°C . Их спектры излучения соответствуют спектрам ЭЛ нейтральных (NV⁰)-центров. Для проведения исследований возможности суперлюминесценции NV-центров в *i*-слое с накачкой электрическим током необходимо повышение концентрации NV-центров и увеличение плотности тока. Этого можно достигнуть путем уменьшения толщины n^+ -слоя для снижения сопротивления диода в открытом состоянии, а также оптимизацией толщины *i*-слоя. Уменьшение толщины подложки до величины менее $1 \mu\text{m}$ возможно при помощи *lift-off*-технологии, использованной нами при изготовлении тонких алмазных диодов Шоттки *p*-типа [53].

Заключение

Впервые проведено исследование изменения спектров ЭЛ алмазного *p-i-n*-диода с n^+ -слоем, легированным азотом в области температур 450°C – 680°C при различных значениях напряжения и тока диода в открытом состоянии, а также влияния облучения электронами энергией 3 МэВ дозой $5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ и последующего отжига для увеличения концентрации азот-вакансионных центров люминесценции в *i*-области на спектры ЭЛ диода. В спектрах ФЛ *i*-слоя диода также наблюдалась БФЛ люминесценции отрицательно заряженных (SiV⁻)-центров, образовавшихся в CVD-слое алмаза, как результат травления кварцевого окна реактора плазмой на начальной стадии процесса роста алмаза. После облучения электронами и отжига концентрации NV- и SiV-центров значительно увеличились.

Основным источником ЭЛ, предположительно, являются нейтральные (NV⁰)-центры. С повышением температуры, напряжения и тока диода в открытом состоянии наблюдается уширение полосы ЭЛ со смещением максимума в область более длинных волн с ~ 610 до ~ 650 нм. При повышении температуры до 680°C и достижении максимальной плотности тока 0.08 A/cm^2 наблюдается дальнейшее смещение максимума спектра ЭЛ до 680 нм. После облучения диода электронами и отжига максимум спектров ЭЛ также наблюдается на длине волны 680 нм. Относительно слабая полоса ЭЛ (SiV⁻)-центров в области длин волн 740–760 нм, наблюдавшаяся в спектрах, измеренных при $T = 640^\circ\text{C}$ до облучения диода электронами, не наблюдается в спектрах ЭЛ после облучения электронами и отжига, измеренных при температурах до 600°C , вероятно, из-за того, что спектр излучения NV-центров сместился в область больших длин волн примерно на 30 нм отно-

сительно спектров до облучения (рис. 4, *b*), и широкая полоса ЭЛ SiV-центров накладывается на область спада спектра ЭЛ (NV⁰)-центров.

Максимальная интегральная интенсивность ЭЛ J_{tot} диода до облучения составляла $\sim 6.8 \cdot 10^{11}$ photon/s при $T = 680^\circ\text{C}$, $U = 21.6\text{ V}$, $j = 0.08\text{ A/cm}^2$. После облучения и отжига величина J_{tot} ЭЛ достигла величины $\sim 9 \cdot 10^{11}$ photon/s при $T = 575^\circ\text{C}$, $U = 34\text{ V}$, $j = 0.003\text{ A/cm}^2$.

Для исследования возможности суперлюминесценции NV-центров в *i*-слое с накачкой электрическим током и создания алмазного инжекционного лазера на азотовакансионных центрах окраски необходимо повышение концентрации NV-центров, уменьшение толщины n^+ -слоя для снижения сопротивления диода в открытом состоянии и соответственно повышения плотности тока, а также оптимизация толщины *i*-слоя. Уменьшение толщины подложки до величины менее $1\text{ }\mu\text{m}$ возможно с помощью *lift-off*-технологии [53]. Эффект саморазогрева диода при протекании рабочего тока может быть использован для повышения его температуры путем оптимизации конструкции и начального внешнего нагрева до температур порядка 500°C [54].

Благодарности

Исследование проведено с использованием экспериментального оборудования ЦКП ФГБНУ ТИСНУМ, www.tisnum.ru/succ/succ.html.

Финансирование работы

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского Научного Фонда в рамках научного проекта № 24-22-00385.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] A. Lohrmann, S. Pezzagna, I. Dobrinets, P. Spinicelli, V. Jacques, J.-F. Roch, J. Meijer, A.M. Zaitsev. *Appl. Phys. Lett.*, **99**, 251106 (2011). DOI: 10.1063/1.3670332
- [2] N. Mizuochi, T. Makino, H. Kato, D. Takeuchi, M. Ogura, H. Okushi, M. Nothaft, P. Neumann, A. Gali, F. Jelezko, J. Wrachtrup, S. Yamasaki. *Nat. Phot.*, **6**, 299 (2012). DOI: 10.1038/NPHOTON.2012.75
- [3] H. Kato, M. Wolfer, C. Schreyvogel, M. Kunzer, W. Müller-Sebert, H. Obloh, C. Nebel. *Appl. Phys. Lett.*, **102**(15), 151101 (2013). DOI: 10.1063/1.4801871
- [4] D.Yu. Fedyanin, M. Agio. *New J. Phys.*, **18**, 073012 (2016). DOI: 10.1088/1367-2630/18/7/073012
- [5] I.A. Khramtsov, M. Agio, D.Y. Fedyanin. *Phys. Rev. Appl.*, **8**, 024031 (2017).
- [6] I.A. Khramtsov, D.Yu. Fedyanin. *Phys. Rev. Appl.*, **12**, 024013 (2019). DOI: 10.1103/PhysRevApplied.12.024013
- [7] I.A. Khramtsov, D.Yu. Fedyanin. *Semicond. Sci. Technol.*, **34**, 03LT03 (2019). DOI: 10.1088/1361-6641/ab0569
- [8] I.A. Khramtsov, D.Y. Fedyanin. *Materials*, **12**(12), 1972 (2019). DOI: 10.3390/ma12121972
- [9] M.A. Lobaev, D.B. Radishev, S.A. Bogdanov, A.L. Vikharev, A.M. Gorbachev, V.A. Isaev, S.A. Kraev, A.I. Okhapkin, E.A. Arhipova, M.N. Drozdov, V.I. Shashkin. *Phys. Stat. Solidi RRL*, 2000347 (2020). DOI: 10.1002/pssr.202000347
- [10] M. Haruyama, H. Kato, M. Ogura, Y. Kato, D. Takeuchi, S. Yamasaki, T. Iwasaki, H. Morishita, M. Fujiwara, N. Mizuochi, T. Makino. *Appl. Phys. Lett.*, **122**, 072101 (2023). DOI: 10.1063/5.0138050
- [11] С.Г. Буга, Н.В. Корнилов, М.С. Кузнецов, Н.В. Лупарев, Д.Д. Приходько, С.А. Тарелкин, Т.Е. Дроздова, В.Д. Бланк. *Письма в ЖТФ*, **50**(5), 39 (2024). DOI: 10.61011/PJTF.2024.05.57184.19778
- [12] С.Г. Буга, А.С. Галкин, М.С. Кузнецов, Н.В.Корнилов, Н.В. Лупарев, Д.Д. Приходько, С.А. Тарелкин, В.Д. Бланк. *Изв. вузов. Химия и хим. технол.*, **65**(11), 27 (2022). DOI: 10.6060/ivkkt.20226511.7y
- [13] S.G. Buga, G.M. Kvashnin, M.S. Kuznetsov, N.V. Kornilov, N.V. Luparev, D.D. Prikhodko, S.A. Terentiev, V.D. Blank. *Appl. Phys. Lett.*, **124**, 102107 (2024). DOI: 10.1063/5.0180183
- [14] M. Katagiri, J. Isoya, S. Koizumi, H. Kanda. *Appl. Phys. Lett.*, **85**, 6365 (2004). DOI: 10.1063/1.1840119
- [15] I. Stenger, M.-A. Pinault-Thaury, T. Kociniewski, A. Lussion, E. Chikoidze, F. Jomard, Y. Dumont, J. Chevallier, J. Barjonet, J. Appl. Phys., **114**, 073711 (2013). DOI: 10.1063/1.4818946
- [16] R.G. Farrer. *Sol. St. Comm.*, **7**, 685 (1969). DOI: 10.1016/0038-1098(69)90593-6
- [17] F.J. Heremans, G.D. Fuchs, C.F. Wang, R. Hanson, D.D. Awschalom. *Appl. Phys. Lett.*, **94**, 152102 (2009). DOI: 10.1063/1.3120225
- [18] T. Makino, K. Yoshino, N. Sakai, K. Uchida, S. Koizumi, H. Kato, D. Takeuchi, M. Ogura, K. Oyama, T. Matsumoto, H. Okushi, S. Yamasaki. *Appl. Phys. Lett.*, **99**, 061110 (2011). DOI: 10.1063/1.3625943
- [19] D. Kuwabara, T. Makino, D. Takeuchi, H. Kato, M. Ogura, H. Okushi, S. Yamasaki. *Jpn. J. Appl. Phys.*, **53**, 05FP02 (2014). DOI: 10.7567/JJAP.53.05FP02
- [20] M. Attrash, O. Shtempluck, E. Buks, J. Appl. Phys., **133**(9), 094401 (2023). DOI: 10.1063/5.0128069
- [21] А.Г. Бураченко, В.С. Рипенко, Е.И. Липатов, К.П. Артемов, А.А. Крылов. *Изв. вузов. Физика*, **65**(11), 19 (2022). DOI: 10.56761/EFRE2022.N4-O-909501
- [22] X.-D. Chen, C.-H. Dong, F.-W. Sun, C.-L. Zou, J.-M. Cui, Z.-F. Han, G.-C. Guo. *Appl. Phys. Lett.*, **99**, 161903 (2011). DOI: 10.1063/1.3652910
- [23] S. Lagomarsino, F. Gorelli, M. Santoro, N. Fabbri, A. Hajeb, S. Sciortino, L. Palla, C. Czelusniak, M. Massi, F. Taccetti, L. Giuntini, N. Gelli, D.Yu. Fedyanin, F.S. Cataliotti, C. Toninelli, M. Agio. *AIP Adv.*, **5**, 127117 (2015). DOI: 10.1063/1.4938256
- [24] C. Kurtsiefer, S. Mayer, P. Zarda, H. Weinfurter. *Phys. Rev. Lett.*, **85**, 290 (2000).
- [25] K. Nemoto, M. Trupke, S.J. Devitt, B. Scharfenberger, K. Buczak, J. Schmiedmayer, W.J. Munro. *Sci. Rep.*, **6**, 26284 (2016). DOI: 10.1038/srep26284
- [26] D. Genin, E. Lipatov, M. Shulepov, V. Vins, A. Yelisseyev, I. Izmailov, A. Savvin, A. Dormidonov. *Stat. Sol. RRL*, **18**, 2300062 (2024). DOI: 10.1002/pssr.202300062

- [27] L. Lindner, F.A. Hahl, T. Luo, G.N. Antonio, X. Vidal, M. Rattunde, T. Ohshima, J. Sacher, Q. Sun, M. Capelli, B.C. Gibson, A.D. Greentree, R. Quay, J. Jeske. *Sci. Adv.*, **10**, eadj3933 (2024). DOI: 10.1126/sciadv.adj3933
- [28] С.Г. Буга, Г.М. Квашнин, М.С. Кузнецов, Н.В. Корнилов, Н.В. Лупарев, М. Яо. *ФТП*, **57**, 370 (2023). DOI: 10.21883/FTP.2023.05.56206.4748
- [29] Z.I. Alferov, V.B. Khalfin, R.F. Kazarinov. *Sov. Phys. Solid State*, **8**, 2480 (1967).
- [30] R.F. Kazarinov, R.A. Suris. *Sov. Phys. Semicond.*, **9**, 6 (1975).
- [31] J. Meijer, B. Burchard, M. Domhan, C. Wittmann, T. Gaebel, I. Popa, F. Jelezko, J. Wrachtrup. *Appl. Phys. Lett.*, **87**, 261909 (2005).
- [32] J.-M. Cui, X.-D. Chen, L.-L. Fan, Z.-J. Gong, C.-W. Zou, F.-W. Sun, Z.-F. Han, G.-C. Guo. *Chin. Phys. Lett.*, **29**(3), 036103 (2012). DOI: 10.1088/0256-307X/29/3/036103
- [33] G. Davies, S.C. Lawson, A.T. Collins, A. Mainwood, S.J. Sharp. *Phys. Rev. B*, **46**, 13157 (1992).
- [34] Y. Mita. *Phys. Rev. B*, **53**, 11360 (1996).
- [35] J. Martin, R. Wannemacher, J. Teichert, L. Bischoff, B. Köhler. *Appl. Phys. Lett.*, **75**, 3096 (1999).
- [36] F. Waldermann, P. Olivero, J. Nunn, K. Surmacz, Z. Wang, D. Jaksch, R. Taylor, I. Walmsley, M. Draganski, P. Reichart, A. Greentree, D. Jamieson, S. Prawer. *Diamond Relat. Mater.*, **16**, 1887 (2007).
- [37] T. Wee, Y. Tzeng, C. Han, H. Chang, W. Fann, J. Hsu, K. Chen, Y. Yu. *J. Phys. Chem. A*, **111**, 9379 (2007).
- [38] S.D. Trofimov, S.A. Tarelkin, S.V. Bolshedvorskii, V.S. Bormashov, S.Yu. Troshchiev, A.V. Golovanov, N.V. Luparev, D.D. Prikhodko, K.N. Boldyrev, S.A. Terentiev, A.V. Akimov, N.I. Kargin, N.S. Kukin, A.S. Gusev, A.A. Shemukhin, Y.V. Balakshin, S.G. Buga, V.D. Blank. *Opt. Mater. Express*, **10**(1), 198 (2019).
- [39] V.M. Acosta, E. Bauch, M.P. Ledbetter, C. Santori, K.-M.C. Fu, P.E. Barclay, R.G. Beausoleil, H. Linget, J.F. Roch, F. Treussart, S. Chemerisov, W. Gawlik, D. Budker. *Phys. Rev. B*, **80**, 115202 (2009). DOI: 10.1103/physrevb.80.115202
- [40] J. Schwartz, S. Aloni, D.F. Ogletree, T. Schenkel. *New J. Phys.*, **14**(4), 043024 (2012).
- [41] С.А. Богданов, А.М. Горбачев, Д.Б. Радищев, А.Л. Вихарев, М.А. Лобаев, С.А. Гусев, Д.А. Татарский, С.В. Большедворский, А.В. Акимов, В.В. Чернов. *Письма в ЖТФ*, **45**(6), 36 (2019).
- [42] С.Ю. Трошиев, С.В. Большедворский, С.Д. Трофимов, Н.В. Лупарев, С.А. Носухин, С.Г. Буга. *Изв. вузов. Химия и хим. технол.*, **63**(12), 16 (2020). DOI: 10.6060/ivkkt.20206312.12y
- [43] S.V. Bolshedvorskii, S.A. Tarelkin, V.V. Soshenko, I.S. Cojocar, O.R. Rubinas, V.N. Sorokin, V.G. Vins, A.N. Smolyaninov, S.G. Buga, A.S. Galkin, T.E. Drozdova, M.S. Kuznetsov, S.A. Nosukhin, A.V. Akimov. *Phys. Status Solidi RRL*, **17**(4), 2200415 (2023). DOI: 10.1002/pssr.202200415
- [44] A. Savvin, A. Dormidonov, E. Smetanina, V. Mitrokhin, E. Lipatov, D. Genin, S. Potanin, A. Yelisseyev, V. Vins. *Nat. Comm.*, **12**, 7118 (2021). DOI: 10.1038/s41467-021-27470-7
- [45] Е.И. Липатов, Д.Е. Генин, М.А. Шулепов, Е.Н. Тельминов, А.Д. Саввин, А.П. Елисеев, В.Г. Винс. *Квант. электрон.*, **52**(5), 465 (2022).
- [46] N.B. Manson, J.P. Harrison. *Diam. Relat. Mater.*, **14**, 1705 (2005). DOI: 10.1016/j.diamond.2005.06.027
- [47] T. Gaebel, M. Domhan, C. Wittmann, I. Popa, F. Jelezko, J. Rabeau, J. Wrachtrup. *Appl. Phys. B*, **82**(2), 243 (2005). DOI: 10.1007/s00340-005-2056-2
- [48] B. Grotz, M.V. Hauf, M. Dankerl, B. Naydenov, S. Pezzagna, J. Meijer, J.A. Garrido. *Nature Commun.*, **3**, Art. num. 729 (2012). DOI: 10.1038/ncomms1729
- [49] Y. Doi, T. Fukui, H. Kato, T. Makino, S. Yamasaki, T. Tashima, H. Morishita, S. Miwa, F. Jelezko, Y. Suzuki, N. Mizuochi. *Phys. Rev. B*, **93**, 081203(R) (2016). DOI: 10.1103/PhysRevB.93.081203
- [50] Y.N. Palyanov, Y.M. Borzdov, A.F. Khokhryakov, I.N. Kupriyanov, A.G. Sokol. *Cryst. Growth Des.*, **10**, 3169 (2010). DOI: 10.1021/cg100322p
- [51] U.F.S. D'Haenens-Johansson, J.E. Butler, A.N. Katrusha. *Rev. Miner. Geochem.*, **88**, 689 (2022). DOI: 10.2138/rmg.2022.88.13
- [52] M.A. Lobaev, D.B. Radishev, A.L. Vikharev, A.M. Gorbachev, A. Bogdanov, V.A. Isaev, S.A. Kraev, A.I. Okhupkin, E.A. Arkhipova, E.V. Demidov, M.N. Drozdov. *Phys. Status Solidi RRL*, **17**, 2200432 (2023). DOI: 10.1002/pssr.202200432
- [53] V.S. Bormashov, S.A. Terentiev, S.G. Buga, S.A. Tarelkin, A.P. Volkov, D.V. Teteruk, N.V. Kornilov, V.D. Blank. *Diam. Rel. Mat.*, **75**, 78 (2017). DOI: 10.1016/j.diamond.2017.02.006
- [54] S. Tarelkin, V. Bormashov, S. Buga, A. Volkov, D. Teteruk, N. Kornilov, M. Kuznetsov, S. Terentiev, A. Golovanov, V. Blank. *Phys. Status Solidi A*, **212**, 2621 (2015). DOI: 10.1002/pssa.201532213