

# РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2463583

### СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИСКУССТВЕННОЙ ОКРАСКИ АЛМАЗА

Патентообладатель(ли): *Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Санкт-Петербургский государственный горный институт имени Г.В. Плеханова (технический университет) (RU)*

Автор(ы): *Васильев Евгений Алексеевич (RU)*

Заявка № 2011113905

Приоритет изобретения 08 апреля 2011 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 10 октября 2012 г.

Срок действия патента истекает 08 апреля 2031 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Б.П. Симонов



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** (11) **2463583**

(51) МПК  
**G01N21/87** (2006.01)

(13) **C1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: **2011113905/28, 08.04.2011**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента: **08.04.2011**

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **08.04.2011**

(45) Опубликовано: **10.10.2012**

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **US 6515738 A, 04.02.2003. WO 1999061890 A1, 02.12.1999. EP 1430291 B1, 14.02.2007. SU 800681 A, 30.01.1981.**

Адрес для переписки:

**199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2, СПГГИ (ТУ), отдел интеллектуальной собственности и трансфера технологий**

(72) Автор(ы):

**Васильев Евгений Алексеевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Санкт-Петербургский государственный горный институт имени Г.В. Плеханова (технический университет)" (RU)**

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИСКУССТВЕННОЙ ОКРАСКИ АЛМАЗА

(57) Реферат:

Изобретение относится к области исследования алмаза. Способ включает регистрацию спектров оптической плотности кристаллов алмаза в инфракрасном диапазоне с использованием спектрометра. После регистрации спектров оптической плотности проводят выявление полос поглощения. По набору и относительной интенсивности полос поглощения в диапазоне  $1360-7000 \text{ см}^{-1}$  проводят определение природного или искусственного происхождения окраски. Техническим результатом является определение признаков искусственного радиационного облучения, а также признаков искусственного радиационного облучения и последующего отжига кристаллов алмаза.

Изобретение относится к области исследования драгоценных камней и может использоваться в геммологии, ювелирной отрасли, криминалистике, коммерческой оценке, искусствоведении и в других сферах обращения алмаза, в том числе бриллиантов и изделий из них.

Известен способ и аппаратура его реализации (пат. US 3794424, опубл. 26.02.1974) определения цвета бриллиантов, заключающийся в регистрации интенсивности прошедшего через бриллиант и отразившегося от его поверхностей света.

Недостатками способа являются необходимость использования специальной аппаратуры и демонтажа драгоценного камня из изделия, невозможность выявления искусственной обработки и исследования черных кристаллов.

Известен метод идентификации и/или классификации драгоценных камней с использованием полихроматического спектрометра (пат. DE 19610393, опубл. 18.09.1997), заключающийся в регистрации интенсивности прошедшего через драгоценный камень и/или отразившегося от его поверхностей света диапазона 250-1000 нм с использованием оптоволоконной системы для освещения и сбора прошедшего через кристалл и отразившегося от его граней света. По полученным спектрам оптической плотности проводится идентификация и/или классификация драгоценных камней.

Недостатками способа являются необходимость использования специальной аппаратуры, невозможность выявления искусственной обработки, непригодность для исследования черных кристаллов.

Известен способ (пат. US 6377340 B1, опубл. 23.04.2002) выявления высокотемпературной высокобарической обработки алмаза, включающий регистрацию спектров фотолюминесценции алмаза при температуре жидкого азота и выделение полос люминесценции, свидетельствующих об искусственной обработке.

Недостатками способа являются отсутствие люминесценции у кристаллов алмаза, подвергнутых облучению с большими дозами.

Известен способ проверки природного происхождения зеленой окраски алмаза (пат. GB 0122055, опубл. 12.09.2001), заключающийся в регистрации с помощью конфокального микроскопа спектра фотолюминесценции кристалла при возбуждении в области 630 нм, на различном расстоянии от поверхности кристалла.

Недостатком способа является отсутствие люминесценции у кристаллов алмаза, подвергнутых облучению с большими дозами, а также невозможность разделения природных кристаллов с равномерной по объему окраской, от лабораторно облученных кристаллов.

Известен способ идентификации и определения региона происхождения драгоценных камней (пат. US 6515738, опубл. 04.02.2003), принятый за прототип, заключающийся в определении оптической плотности драгоценных камней вдоль выбранных кристаллографических направлений на фиксированных длинах волн, в том числе инфракрасного диапазона, вычислении соотношений оптической плотности на этих длинах волн, или концентрации примесей, или дефектов кристаллической структуры, и сравнении полученных результатов с эталонными данными.

Недостатком этого способа является необходимость ориентировки образца по выбранным кристаллографическим направлениям, а также отсутствие критериев выявления радиационного облучения, в том числе искусственного радиационного облучения.

Технический результат заключается в:

- 1) выявлении признаков искусственного радиационного облучения;
- 2) выявлении признаков искусственного радиационного облучения и последующего отжига кристаллов алмаза.

Технический результат достигается тем, что проводят облучение кристаллов электромагнитным излучением инфракрасного диапазона, определяют значения оптической плотности в инфракрасном диапазоне, выделяют характеристические полосы поглощения.

Согласно изобретению регистрацию значений оптической плотности производят в произвольном направлении, затем проводят определение природного или искусственного происхождения окраски по набору и относительной интенсивности полос поглощения в диапазоне  $1360-7000\text{ см}^{-1}$ .

Способ осуществляется следующим образом. В инфракрасном спектрометре, в том числе оснащенном микроскопом, регистрируют фоновый спектр излучения  $I_0(\nu)$ . Затем исследуемый кристалл фиксируется в держателе и регистрируется спектр света прошедшего через образец. Затем рассчитывается спектр оптической плотности  $D(\nu) = \lg I_0(\nu)/I(\nu)$ . Спектр оптической плотности представляет собой суперпозицию:

- 1) полос поглощения одинаковых для всех кристаллов алмаза - двух- и трехфононное поглощение в области  $1500-4000\text{ см}^{-1}$ ;
- 2) полос поглощения, содержащих азот дефектов кристаллической структуры A, B1, B2, C в диапазоне  $500-1390\text{ см}^{-1}$ , структурно связанного водорода  $1405, 3107\text{ см}^{-1}$ ;
- 3) полос поглощения собственных дефектов кристаллической структуры, возникающих как непосредственно после радиационного облучения, так и после последующей термической обработки. Под радиационным облучением понимается облучение кристаллов алмаза электронами, протонами, нейтронами или  $\alpha$ -частицами. Непосредственно после облучения кристаллы приобретают голубовато-зеленый или зеленый цвет, насыщенность которого зависит от дозы облучения. Непосредственно после облучения в спектрах поглощения кристаллов в инфракрасном диапазоне возникает только полоса поглощения с максимумом около  $1530\text{ см}^{-1}$ , а при высоких дозах искусственного облучения, приводящих к черной окраске облучаемых кристаллов, возникает серое, не имеющее структурных особенностей поглощение в диапазоне  $2000-7000\text{ см}^{-1}$ . В кристаллах с природной черной окраской радиационного происхождения

серое поглощение в диапазоне 2000-7000  $\text{см}^{-1}$  отсутствует. При термической обработке облученных кристаллов до температур 600°C появляются полосы поглощения с максимумами около 1570, 1356, 1451  $\text{см}^{-1}$ . Менее выраженные полосы поглощения с максимумами 1902, 1924, 1385, 1393, 1406, 1418, 1619, 1057  $\text{см}^{-1}$  появляются, исчезают или достигают своего максимального значения вследствие отжига кристаллов до температуры 600°C. При температурах выше 800°C перечисленные полосы исчезают, но появляются полосы с максимумами около 1936 и 2024  $\text{см}^{-1}$ . При отжиге до температур около 1100°C перечисленные полосы исчезают, но появляются полосы с максимумами около 1573, 1857, 4434, 4941 и 5171  $\text{см}^{-1}$ . Таким образом, набор и относительная интенсивность узких полос радиационного происхождения в диапазоне 1360-7000  $\text{см}^{-1}$  определяется дозой, интенсивностью радиационного облучения, а также режимами отжига кристаллов алмаза после облучения.

Выявление искусственной окраски алмаза, наведенной радиационным облучением, производится по следующим критериям.

1) Если кристалл имеет черный цвет, а в спектре поглощения выявляется только полоса поглощения 1430  $\text{см}^{-1}$ , то окраска имеет природное происхождение.

2) Если кристалл имеет черный цвет, а в спектре поглощения выявляется полоса поглощения 1430  $\text{см}^{-1}$ , а также серое, не имеющее структурных особенностей поглощение в диапазоне 2000-7000  $\text{см}^{-1}$ , то окраска вызвана искусственным радиационным облучением.

3) Если в спектре поглощения регистрируются полосы с максимумами около 1570, 1356, 1451  $\text{см}^{-1}$ , то после радиационного облучения кристалл был подвергнут отжигу до температуры около 600°C.

4) Если в спектре поглощения регистрируются полосы с максимумами около 4960 и 5174  $\text{см}^{-1}$ , то после радиационного облучения кристалл был подвергнут отжигу до температуры около 1100°C.

Способ позволяет определять признаки искусственного происхождения окраски кристаллов алмаза, наведенной радиационным облучением, а также радиационным облучением с последующим отжигом кристаллов. Преимуществом способа является возможность исследования кристаллов, непрозрачных в видимом диапазоне, и кристаллов с очень низким уровнем люминесценции. Способ отличается высокой экспрессностью может быть реализован на стандартных инфракрасных спектрометрах.

#### **Формула изобретения**

Способ определения искусственной окраски алмаза, включающий облучение кристалла алмаза электромагнитным излучением инфракрасного диапазона, регистрацию спектра прошедшего через кристалл света, определение значений оптической плотности кристаллов, выявление полос поглощения, отличающийся тем, что регистрацию значений оптической плотности производят в произвольном направлении, затем проводят определение природного или искусственного происхождения окраски кристалла алмаза по набору и относительной интенсивности полос поглощения в диапазоне 1360-7000  $\text{см}^{-1}$ .