

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2616350

СПОСОБ ОБРАЗОВАНИЯ ЦЕНТРОВ ОКРАСКИ В АЛМАЗЕ

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет" (RU)*

Автор: *Васильев Евгений Алексеевич (RU)*

Заявка № 2015132335

Приоритет изобретения 03 августа 2015 г.

Дата государственной регистрации в
Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 14 апреля 2017 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 03 августа 2035 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ивлиев





**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2015132335, 03.08.2015

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
03.08.2015Дата регистрации:
14.04.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 03.08.2015

(43) Дата публикации заявки: 06.02.2017 Бюл. № 4

(45) Опубликовано: 14.04.2017 Бюл. № 11

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,
ФГБОУ ВО "Санкт-Петербургский горный
университет", отдел ИС и ТТ

(72) Автор(ы):

Васильев Евгений Алексеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Санкт-Петербургский горный
университет" (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 1676409 С, 27.05.1995. RU
2145365 С1, 10.02.2000. EP 2446071 В1,
29.07.2015. US 20100329961 А1, 30.12.2010.**(54) СПОСОБ ОБРАЗОВАНИЯ ЦЕНТРОВ ОКРАСКИ В АЛМАЗЕ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к области создания материалов для пассивных и активных элементов устройств фотоники, квантовой электроники и оптики. Способ образования центров окраски в алмазе включает облучение алмаза с однородным распределением по объему А-агрегатов и с их концентрацией не менее 10^{18} см⁻³ ионизирующим излучением с энергией не менее 1 МэВ дозой 100-120 част./см² на каждый А-агрегат. При этом

облучение с промежуточным отжигом при температуре 850-900 К проводят многократно до получения заданной концентрации центров окраски, затем проводят отжиг алмаза в инертной среде при температуре 1200-2000 К в течение 0,5-2 ч. Технический результат заключается в обеспечении возможности получения высоких концентраций примесно-вакансионных центров окраски Н3 и Н4 с одновременным снижением концентрации центров тушения люминесценции.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
H01S 3/16 (2006.01)
C30B 29/04 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2015132335, 03.08.2015**

(24) Effective date for property rights:
03.08.2015

Registration date:
14.04.2017

Priority:

(22) Date of filing: **03.08.2015**

(43) Application published: **06.02.2017** Bull. № 4

(45) Date of publication: **14.04.2017** Bull. № 11

Mail address:

**199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2, FGBOU
VO "Sankt-Peterburgskij gornyj universitet", otdel
IS i TT**

(72) Inventor(s):

Vasilev Evgenij Alekseevich (RU)

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Sankt-Peterburgskij gornyj
universitet" (RU)**

(54) **METHOD OF FORMING COLOUR CENTRES IN DIAMOND**

(57) Abstract:

FIELD: physics.

SUBSTANCE: method of forming the colour centers in a diamond comprises the diamond radiation with a uniform distribution over the volume of the A-units and their concentration not less than 10^{18} cm^{-3} by ionizing radiation with the energy not less than 1 MeV with the dose of 100-120 ppm./cm² per A-unit. Herewith the radiation is carried out repeatedly with intermediate

annealing at the temperature of 850-900 K, until the desired concentration of the colour centers is achieved, and then diamond annealing is performed in the inert atmosphere at the temperature of 1200-2000 K for 0.5-2 hours.

EFFECT: providing the opportunities for high concentrations of impurity-vacancy colour centers H3 and H4 with a simultaneous decrease in luminescence quenching center concentration.

Изобретение относится к области создания материалов для пассивных и активных элементов устройств фотоники, квантовой электроники и оптики.

Известен способ (US 5504767 А, МПК H01S 3/16, опубл. 02.04.1996) создания среды для лазерных приборов на основе алмаза, заключающийся в облучении алмаза во время роста алмаза из газовой фазы пучком ионов легирующего элемента. В качестве легирующего элемента может использоваться Ti, V, Cr, Fe, Co, Ni, Ce, Pm, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Gy, Ho, Er, Tm, Yb, U, Er.

Недостатками метода являются поликристалличность образующейся среды и высокие внутренние напряжения за счет внедрения элементов с большим атомным радиусом.

Известен способ образования H3-центров окраски в алмазе (патент US 4638484, МПК H01S 3/16, опубл. 20.01.1987), заключающийся в облучении алмаза с дефектами А ионизирующим излучением с последующим отжигом, в том числе электронами с энергией более 1 МэВ, в том числе плотностью 20-50 мкА/см², в том числе с последующим нагревом выше 900 К, в том числе с облучением гамма и рентгеновским излучением.

Недостатком способа является ограничение концентрации центров окраски допустимой дозой облучения.

Известен способ образования H2-центров окраски в алмазе (патент US 4949347 А, МПК H01S 3/16, опубл. 14.08.1990), включающий отбор алмаза с концентрацией азота в форме дефектов С 10^{17} - 8.5×10^{19} см⁻³, облучение электронами с энергией 0.5-5 МэВ, дозой $5 \cdot 10^{17}$ част./см², отжиг алмаза в инертной среде при температуре 1400-1850°С.

Недостатком способа является ограничение концентрации центров окраски допустимой дозой облучения, работа полученного материала в ИК-диапазоне.

Известен способ образования N-V и H3 центров окраски в алмазе (патент US 4880613 А, МПК H01S 3/16, опубл. 14.11.1989), включающий отбор алмаза с концентрацией азота в форме дефектов С и А 10^{17} - 2×10^{20} см⁻³, облучение электронами с дозой 10^{17} - 1×10^{18} эл./см², отжиг при температуре выше 1.700°С с давлением выше 3.0 ГПа, облучение пучком электронов или нейтронов, отжиг при температуре от 500° до 1.500°С с давлением ниже 1 Торр.

Недостатками способа являются ограничение концентрации центров окраски допустимой дозой облучения и низкая воспроизводимость оптических характеристик материала вследствие естественной неоднородности исходного материала.

Известен способ образования H3-центров окраски в алмазе (патент РФ 1676409, МПК H01S 3/16, опубл. 27.02.1996, бюл. №6, 1996), принятый за прототип, включающий облучение алмаза с однородным распределением по объему А-агрегатов азота и с их концентрацией не менее 10^{18} см⁻³ ионизирующим излучением с энергией не менее 1 МэВ, дозой ионизирующего излучения 100-120 част./см² на каждый А-агрегат, облучение алмаза в течение 0.1-1 ч и инфракрасным излучением с длиной волны 7.12 мкм, при этом разогревают алмаз до температуры 700 800 К и отжигают алмаз в инертной среде при температуре 1200-2000 К в течение 0.5-2 ч.

Недостатком способа является ограничение концентрации центров окраски допустимой дозой облучения.

Технический результат заключается в получении сверхвысоких концентраций примесно-вакансионных центров окраски в алмазе.

Технический результат достигается тем, что облучение с промежуточным отжигом при температуре 850-900 К проводят многократно до получения заданной концентрации

центров окраски, затем проводят отжиг алмаза в инертной среде при температуре 1200-2000 К в течение 0.5-2 ч.

Способ осуществляется следующим образом: проводится отбор образцов с однородным распределением дефектов кристаллической структуры: 1) для получения алмаза с центрами окраски НЗ отбирают образцы с концентрацией азота в форме дефектов А в диапазоне 0.02-0.04%, при концентрации азота в форме дефектов В1 менее 0,005%; 2) для получения алмаза с центрами окраски Н4 отбираются образцы с концентрацией азота в форме А мене 0.005%, с концентрацией азота в форме дефектов В1 в диапазоне 0.04-0.08%. Однородность исходного вещества контролируется методом инфракрасной спектроскопии поглощения с использованием микроскопа так, чтобы вариации в изменении концентрации азота не превышали 10%.

Затем образцы подвергаются облучению ионизирующим излучением с энергией выше 1 МэВ и дозой 100-120 част./см² на каждый А-агрегат. Затем проводят отжиг алмаза в инертной среде при температуре 850-900 К в течение 1 ч. Затем проводят повторный цикл обработки «облучение-отжиг». Далее проводится контрольная регистрация спектров поглощения в видимой области в диапазоне 400-800 нм и в инфракрасной области 7000-500 см⁻¹ для определения концентрации НЗ центров, остаточной концентрации дефектов А и определения концентрации радиационных дефектов. При необходимости повышения концентрации НЗ центров цикл обработки облучение-отжиг повторяется. При достижении необходимой концентрации центров НЗ алмаз отжигают при температуре 1200-2000 К в инертной среде в течение 0.5-2 ч для восстановления структуры матрицы.

Пример

Исходный материал представлял собой пластину природного алмаза размером 3×4.5×0.5 мм с концентрацией азота в форме дефектов А 0.025%, в форме В1 0.0022%, и вариациями концентрации дефектов по площади пластины менее 10%, по результатам исследования методом локальной ИК-спектроскопии. Пластина облучалась в реакторе нейтронами с энергией более 1 МэВ и дозой 100 част./см² на каждый А-агрегат. После облучения пластина стала визуально черной, зеленой на просвет. Затем образец отжигался в течение 1 ч при температуре 850 К. Затем зарегистрировали спектр поглощения видимой области и рассчитали концентрацию центров НЗ, которая составила $3,2 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$. Затем провели повторный цикл облучения в реакторе нейтронами с энергией более 1 МэВ и дозой 100 част./см² на каждый А-агрегат и отжига в течение 1 ч при температуре 850 К. По спектру поглощения в видимой области определили концентрацию центров НЗ, как $4,6 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$. Затем провели еще один цикл облучения в реакторе нейтронами с энергией более 1 МэВ и дозой 100 част./см² на каждый А-агрегат и отжига в течение 1 ч при температуре 870 К. По спектру поглощения в видимой области определили концентрацию центров НЗ, как $6.6 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$. В результате обработки концентрация азота в форме дефектов А снизилась до 0,009%. Затем провели отжиг в инертной среде при температуре 1800 К в течение одного часа. Заявленный способ позволяет получать более высокие концентрации оптически-активных центров по сравнению с аналогом, проводить снижение концентрации центров тушения люминесценции за счет перевода их в центры окраски НЗ и Н4.

Представленный способ позволяет получать сверхвысокие концентрации примесно-вакансионных центров окраски НЗ и Н4 с одновременным снижением концентрации центров тушения люминесценции и может найти применение при создании новых

устройств фотоники, квантовой электроники и оптики.

(57) Формула изобретения

5 Способ образования центров окраски в алмазе, включающий облучение алмаза с
однородным распределением по объему А-агрегатов и с их концентрацией не менее
10¹⁸ см⁻³ ионизирующим излучением с энергией не менее 1 МэВ дозой 100-120 част./см²
на каждый А-агрегат, отличающийся тем, что облучение с промежуточным отжигом
при температуре 850-900 К проводят многократно до получения заданной концентрации
10 центров окраски, затем проводят отжиг алмаза в инертной среде при температуре 1200-
2000 К в течение 0,5-2 ч.

15

20

25

30

35

40

45