

# Генерация отрицательных давлений и откольные явления в алмазе под действием пикосекундного лазерного импульса

С.А.Абросимов, А.П.Бажулин, А.П.Большаков, В.И.Конов, И.К.Красюк,  
П.П.Пашинин, В.Г.Ральченко, А.Ю.Семенов, Д.Н.Совык, И.А.Стучебрюхов,  
В.Е.Фортов, К.В.Хищенко, А.А.Хомич

*Представлены результаты экспериментального исследования откольных явлений в поли- и монокристаллических синтетических алмазах. Ударно-волновое воздействие на мишень создавалось на установке «Камертон-Т» лазерным импульсом длительностью 70 пс. Для достижения абляционного давления на лицевой поверхности мишени 0.66 ТПа использовалось излучение лазера на фосфатном неодимовом стекле (вторая гармоника –  $\lambda = 0.527$  мкм, энергия импульса 2.5 Дж) при интенсивности вплоть до  $2 \times 10^{13}$  Вт/см<sup>2</sup>. Достигнутая максимальная откольная прочность алмаза  $\sigma^* \approx 16.5$  ГПа составила 24% от теоретического предела прочности. Методом комбинационного рассеяния света получены указания на то, что в области откола на тыльной стороне мишени небольшое количество кристаллического алмаза графитизуется.*

**Ключевые слова:** лазерное излучение, пикосекундная длительность, абляционное давление, ударная волна, отрицательное давление, откольное явление, скорость деформирования, предельная прочность, численное моделирование, синтетический алмаз.

## 1. Введение

Изучение экстремальных состояний материалов при высоких скоростях деформирования основано на технике ударных волн (УВ) [1, 2]. Генерация УВ при облучении материалов короткими мощными лазерными импульсами [3–6] позволила накопить значительное количество экспериментальных данных о свойствах металлов, керамики, стекла, полимеров и других материалов в области высоких (до десятков гигапаскаль) давлений, в том числе измерить их динамическую прочность, значительно превышающую статическую [5, 6]. Одним из важных явлений в динамике УВ в нагружаемом материале является эффект откола слоя мишени на ее тыльной (свободной) стороне в результате отражения импульса давления, создаваемого тем или иным способом на ее лицевой поверхности [7]. Свободная поверхность мишени приходит в движение, что вызывает распространение волны растяжения навстречу волне сжатия. На некотором расстоянии от тыльной поверхности давление в мишени может стать отрицательным, причем растягивающее напряжение может превысить предел прочности материала на разрыв, что приведет к образованию откольного слоя, который отделится и отлетит от исходного образца. Интерес к исследованию вещества в области отрицательных давлений связан с тем, что при этом могут быть получены новые данные об уравнениях состояния, фазовых переходах, полиморфных превращениях и механизмах разрушения материала при

растягивающих нагрузках в ранее неизученных областях фазовых диаграмм [1]. В настоящее время наиболее интересным является использование лазерных импульсов в пикосекундном и фемтосекундном диапазонах длительностей, приводящих к весьма малым временам ударно-волнового воздействия.

Большой интерес в этой связи вызывает вопрос о поведении такого уникального материала, как алмаз, в условиях высоких динамических давлений, создаваемых УВ, и о его предельной прочности. Алмаз обладает набором рекордных физических характеристик, таких как концентрация атомов ( $1.78 \times 10^{23}$  см<sup>-3</sup>), температура Дебая (1860 К), твердость (80–140 ГПа), модуль Юнга (1050 ГПа), теплопроводность ( $\sim 2000$  Вт/мК), продольная скорость звука (18.4 км/с), окно прозрачности (225 нм – радиоволны). Статическая прочность монокристаллов алмаза на излом составляет 2.8 ГПа [8]. С помощью алмазных наковален получены самые высокие статические давления, вплоть до 0.2 ТПа [9].

В настоящей работе представлены результаты экспериментального исследования особенностей откольных явлений в мишенях из поли- и монокристаллических алмазов в области отрицательных давлений при ударно-волновом воздействии на мишень, создаваемом лазерным импульсом длительностью 70 пс. Для этих материалов впервые получены экспериментальные данные о динамической механической прочности на растяжение. Поскольку нам известно, откольный механизм разрушения алмаза ранее не исследовался. Методом комбинационного рассеяния света изучены фазовые превращения углерода в плоскости откола.

## 2. Условия экспериментов

Эксперименты выполнены на установке на основе лазера на фосфатном неодимовом стекле «Камертон-Т» Института общей физики им. А.М. Прохорова РАН. Использовалось преобразованное во вторую гармонику из-

С.А.Абросимов, А.П.Бажулин, А.П.Большаков, В.И.Конов, И.К.Красюк, П.П.Пашинин, В.Г.Ральченко, А.Ю.Семенов, Д.Н.Совык, И.А.Стучебрюхов, А.А.Хомич. Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Россия, 119991 Москва, ул. Вавилова, 38; e-mail: krasuyuk@kapella.gpi.ru, abr@kapella.gpi.ru  
В.Е.Фортов, К.В.Хищенко. Объединенный институт высоких температур РАН, Россия, 125412 Москва, ул. Ижорская, 13, стр. 2

Поступила в редакцию 3 марта 2014 г., после доработки – 12 марта 2014 г.

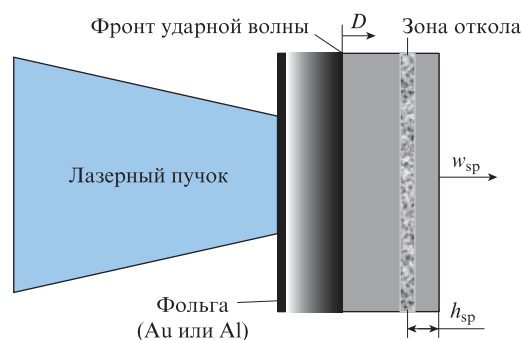


Рис.1. Схема опытов по лазерному воздействию на алмазные мишени ( $D$  – скорость фронта ударной волны;  $w_{sp}$ ,  $h_{sp}$  – скорость и толщина откольной пластины).

лучение с длиной волны 0,527 мкм. Лазерное излучение с энергией импульса 2,5 Дж фокусировалось на мишени в пятна диаметром от 0,3 до 0,8 мм. Максимальная интенсивность лазерного излучения в области фокусировки достигала  $1,9 \times 10^{13}$  Вт/см<sup>2</sup>, абляционное давление было равно 0,66 ТПа. Параметры излучения и использованных материалов приведены в табл.1. Вакуумная камера оснащена автоматизированным трехкоординатным мишенным узлом и двухкомпонентным объективом для изменения контролируемым образом интенсивности лазерного излучения на мишени. Прохождение лазерного излучения через диафрагмы пространственных фильтров контролировалось компьютеризованной видеосистемой. Схема опытов показана на рис.1.

Образцы – пластины поликристаллического алмаза – синтезированы методом осаждения из газовой фазы (CVD – chemical vapor deposition) в СВЧ разряде (2,45 ГГц) в плазмохимическом реакторе УПСА-100 (ООО «Оптосистемы») в смесях  $\text{CH}_4\text{--H}_2\text{--O}_2$  [10, 11]. Непрозрачные (черные) алмазные пленки толщиной от 140 до 400 мкм осаждали на кремниевые подложки диаметром 57 мм при следующих

Табл.1. Параметры излучения и использованных материалов.

Номер образца	Номер выстрела	$D_{\text{инп}}$ (мм)	$E$ (Дж)	$I$ ( $10^{13}$ Вт/см <sup>2</sup> )	$P$ (ТПа)	$H_0$ (мкм)
I (алмаз черный неполированный)	1	0.405	1.710	1.72	0.61	320
	2	0.314	1.155	1.93	0.66	320
II (алмаз белый неполированный)	1	0.81	0.75	1.75	0.11	300
	2	1.04	2.84	4.3	0.24	300
III (алмаз белый полированный)	1	0.73	1.5	4.6	0.24	260
	2	0.83	2.88	6.9	0.31	260
	3	0.83	2.61	6.3	0.29	260
IV (алмаз черный, полированный с одной стороны)	1	0.46	0.48	3.7	0.20	400
	2	0.46	0.69	5.4	0.26	400
	3	0.46	1.00	7.8	0.33	400
V (алмаз черный, полированный с одной стороны)	1	0.65	0.57	2.23	0.135	150
VI (алмаз черный, полированный с одной стороны)	1	0.61	1.66	7.4	0.32	140
	2	0.61	1.33	5.9	0.28	140
VII (алмаз монокристаллический)	1	0.822	1.50	3.6	0.20	266
	2	0.822	2.37	5.8	0.277	315

Примечание:  $D_{\text{инп}}$  – диаметр лазерного пятна облучения;  $E$  – энергия лазерного импульса;  $I$  – интенсивность облучения;  $P$  – абляционное давление в пятне облучения;  $H_0$  – толщина мишени.

технологических параметрах: рабочая смесь  $\text{CH}_4:\text{O}_2:\text{H}_2 = 10:1:89$ , давление 95–100 Тор, полный расход газа 1 л/мин, температура подложки 940 °С. Прозрачные пленки толщиной около 300 мкм выращивали в смеси  $\text{CH}_4:\text{H}_2 = 1.5:98.5$  при более низкой температуре (820–850 °С). После химического удаления кремниевой подложки полученные алмазные пластины разрезали излучением Nd:YAG-лазера на пластины с размерами от 5×5 до 8×8 мм. Структура поликристаллических пластин анизотропна – кристаллиты имеют колончатую форму (их оси перпендикулярны плоскости пластины). Со стороны подложки размер зерен равен ~1 мкм, на противоположной (ростовой) стороне он увеличивается до нескольких десятков микрометров. Хотя кристаллиты на ростовой стороне формируют весьма шероховатую поверхность, лишь один из образцов был отполирован с этой стороны. Для достижения откольного эффекта лазерное облучение проводили всегда с гладкой, подложечной стороны алмазных пластин (шероховатость  $R_a \sim 10$  нм).

В качестве мишени были использованы также пластины из монокристаллического синтетического алмаза типа Ib, выращенного при высоких давлениях. Эти полированные пластины с ориентацией (100) и толщиной около 300 мкм были коммерчески доступны.

Морфологию лицевой и тыльной поверхностей образцов после лазерного воздействия исследовали с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ). Рельеф зоны разрушения и глубину возникшего кратера на обеих сторонах образцов измеряли оптическим профилометром NewView 5000 (Zygo). Фазовый состав вещества на облученных и откольных поверхностях мишеней и на собранных разлетевшихся сколотых фрагментах анализировали методом комбинационного рассеяния света (КР) с помощью спектрометра LabRam HR (Horiba) со спектральным разрешением  $0.5 \text{ см}^{-1}$ , фокусируя пучок лазерного излучения на длине волны 0,488 нм в пятно диаметром ~2 мкм на поверхность образца. Для минимизации анализируемого объема материала применялась конфокальная оптическая схема с шириной щели 100 мкм.

### 3. Метод определения откольной прочности и скорости деформирования

Для определения величин откольной прочности  $\sigma^*$  и скорости деформирования  $\dot{V}/V_0$  среды ( $V_0$  – начальный удельный объем, а  $\dot{V}$  – скорость его изменения во времени) использован подход, основанный на измерении глубины откольной выемки  $h$  после импульсного лазерного воздействия на мишень с последующим математическим моделированием ударно-волнового процесса в исследуемом образце [12, 13]. Для расчета величин  $\sigma^*$  и  $\dot{V}/V_0$  использован численный код, созданный по схеме типа Куранта–Изаксона–Риса на основе уравнений гидродинамики [14]. В коде было использовано широкодиапазонное полуэмпирическое уравнение состояния алмаза [15]. Предполагалось, что форма импульса абляционного давления на лицевой поверхности мишени повторяет форму импульса лазерного излучения. Связь между амплитудой импульса абляционного давления  $P_a$  (ТПа) и интенсивностью лазерного излучения  $I_{\text{las}}$  (Вт/см<sup>2</sup>) задавалась полуэмпирической формулой [16]

$$P_a = 1.2(10^{-14}I_{\text{las}})^{2/3}\lambda^{-2/3}[A/(2Z)]^{3/16}$$

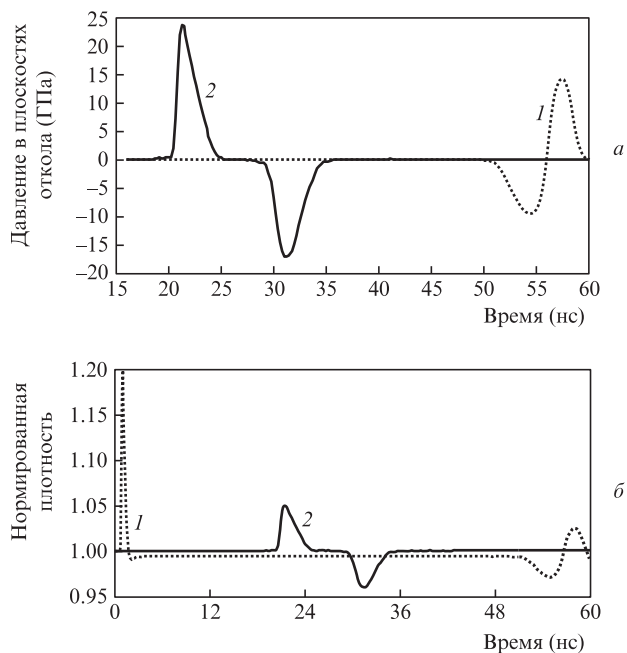


Рис.2. Расчетные зависимости давления (*a*) и нормированной плотности вещества (*б*) от времени в плоскостях откола на лицевой (*1*) и тыльной (*2*) сторонах мишени на расстояниях от лицевой поверхности мишени 13 и 266 мкм соответственно. Амплитуда абляционного импульса давления 0.66 ТПа.

при  $I_{\text{las}} \geq 10^{12}$  Вт/см<sup>2</sup>, где  $\lambda$  – длина волны лазерного излучения (мкм);  $A$  и  $Z$  – атомный вес и атомный номер вещества мишени.

В экспериментах фиксировалась величина интенсивности  $I_{\text{las}}$ , при которой происходил откол. В этом случае за откольную прочность (прочность на растяжение) при пороговых амплитудах ударного воздействия принимался модуль минимального давления (отрицательного по величине) в плоскости откола  $\sigma^* = |P_{\text{min}}|$ . Результаты одного из вариантов расчетов приведены на рис. 2. Скорость деформирования определялась по расчетной (рис.2,б) зависимости плотности от времени  $\rho(t)$  путем ее дифференцирования по времени  $\dot{V}/V_0 = |\dot{\rho}(t)/\rho_0|$ .

## 4. Результаты эксперимента

### 4.1. Морфология поверхностей мишеней

На рис.3 приведены РЭМ-изображения тыльных (откольных) сторон поликристаллических образцов и монокристаллического образца после ударно-волнового воздействия с амплитудами 0.66, 0.31 и 0.28 ТПа соответственно. Можно видеть существенную разницу в поведении поли- и монокристаллического алмазов при растяжении. В случае поликристаллического материала откол происходит практически равномерно по всем поверхностям откольных кратеров с максимальными глубинами 54.5 и 70 мкм соответственно. Дно этих кратеров имеет весьма шероховатую поверхность по сравнению с гладкими прямоугольными гранями (100) исходных (расположенных за пределами кратера) кристаллитов размером 20–30 мкм. Это является следствием разрыва алмаза по объему зерен, а не по их границам [11].

В монокристаллическом образце (рис.3,в) откол носит очаговый характер, из области откола отрываются отдельные фрагменты пирамидальной формы с поперечником

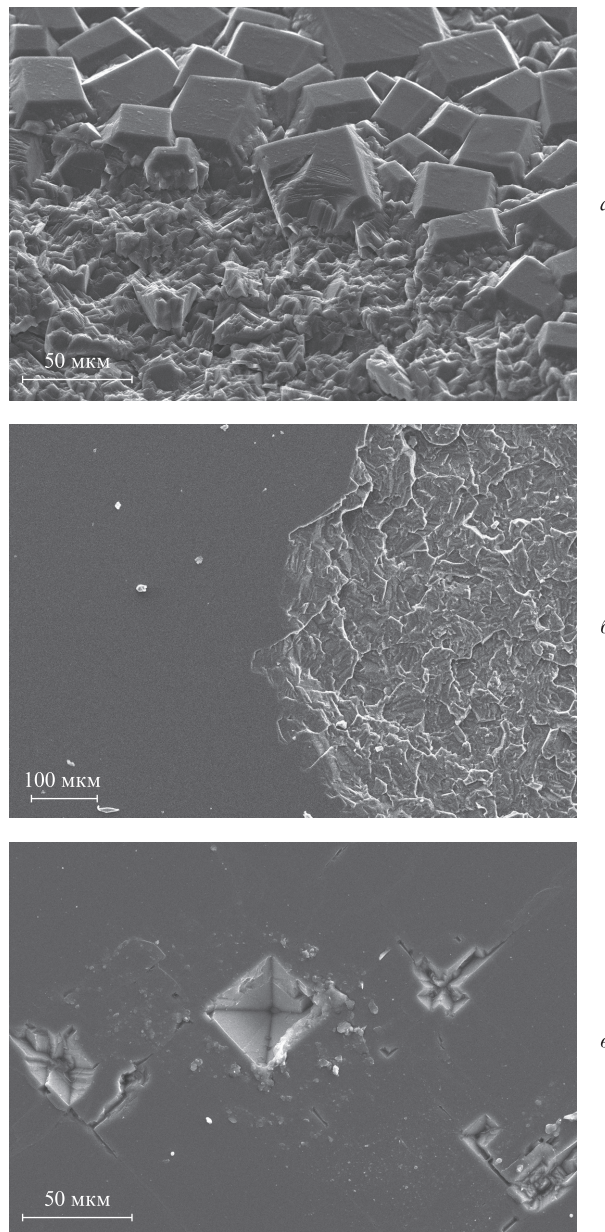


Рис.3. РЭМ-изображения откольных поверхностей алмазных мишеней: край кратеров в неполированном черном толщиной 320 мкм (*a*) и полированном прозрачном толщиной 260 мкм (*б*) поликристаллических алмазах (амплитуды абляционного давления на лицевых поверхностях мишеней 0.66 и 0.31 ТПа соответственно); *в* – монокристаллический алмаз толщиной 315 мкм, грань (100), с амплитудой абляционного давления на лицевой поверхности мишени 0.28 ТПа.

от 20 до 40 мкм; глубина выемок составляет ~30 мкм. Наклонные грани инвертированных пирамид образованы плоскостями (111), которые являются плоскостями спайности в алмазе, наиболее легко подверженными сколу. Сплошной кратер не сформирован, по-видимому, из-за того, что условия облучения были близки к порогу разрушения. Зависимость максимальной глубины откольного кратера от плотности энергии лазерного импульса приведена на рис.4. Для поликристаллического алмаза наблюдается тенденция увеличения толщины откольного слоя с увеличением плотности энергии, для монокристалла же она выражена слабее.

На рис.5 приведено РЭМ-изображение поперечного сечения (скола) мишени из черного поликристаллическо-



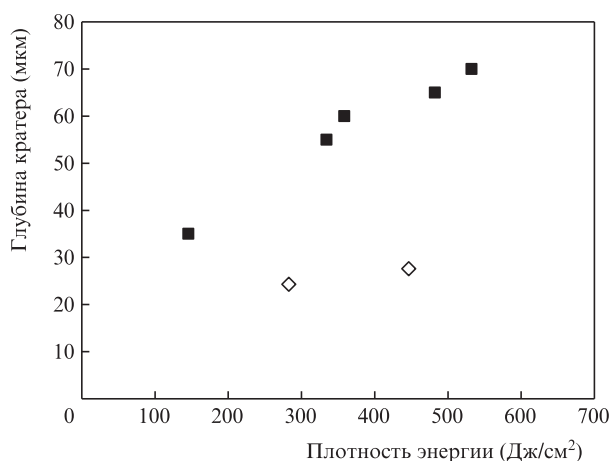


Рис.4. Зависимости максимальной глубины откольного кратера от плотности энергии в лазерном импульсе для прозрачного поликристаллического алмаза (■) и монокристаллического алмаза (◇).

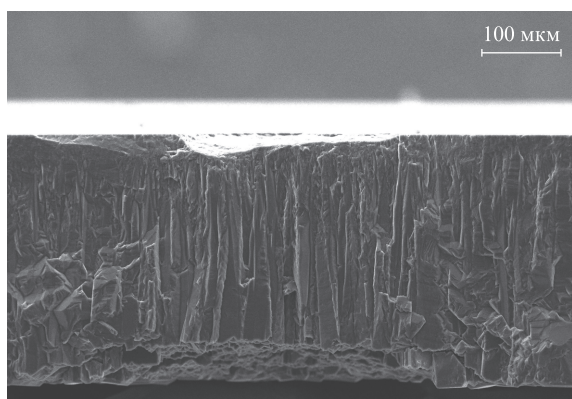


Рис.5. РЭМ-изображение поверхности скола поликристаллической чёрной алмазной мишени, проходящего по диаметру кратера: верхний кратер – абляционный, нижний – откольный. Амплитуда абляционного давления на лицевой поверхности мишени 0.66 ТПа. Изображение откольной поверхности мишени показано на рис.3.а.

го алмаза толщиной 320 мкм, на котором хорошо видны как абляционный кратер сверху, так и откольный кратер несколько большего диаметра на противоположной стороне. Максимальная глубина откольного кратера составляет ~20 мкм. В некоторых случаях откол наблюдался не только на тыльной стороне мишени, но и на ее лицевой стороне. Причину этого следует искать в последовательном воздействии на лицевую поверхность мишени абляционного импульса давления с амплитудой 0.66 ТПа и спустя 50 нс – отрицательного (растягивающего) импульса давления величиной 10 ГПа. Детальный анализ этого явления, наблюдаемого при определенных условиях как в алмазе, так и в алюминии, свинце и графите [5], будет опубликован дополнительно.

#### 4.2. Зависимость откольной прочности алмазных образцов от скорости деформирования

На рис.6 приведены зависимости откольной прочности  $\sigma^*$  поли- и монокристаллических синтетических алмазов от скорости деформирования  $\dot{V}/V_0$ . Данные для образцов обоих типов укладываются на единую кривую, описываемую выражением  $\sigma^* = 1.17 \times 10^{-5} (\dot{V}/V_0)^{0.915}$ . Неточности в определении откольной прочности  $\sigma^*$  и скорости деформирования  $\dot{V}/V_0$  связаны, главным образом, с

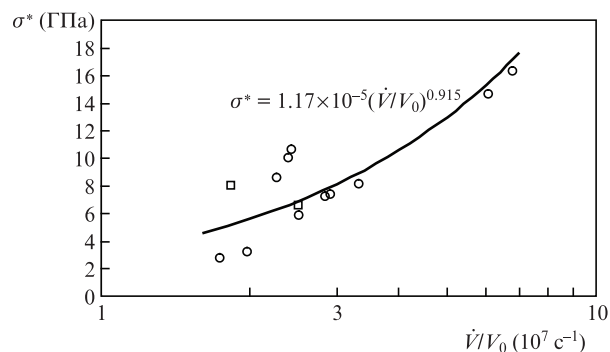


Рис.6. Зависимости откольной прочности поликристаллического (○) и монокристаллического (□) алмазов от скорости деформирования.

конечной шириной зоны откола. Анализ полученных экспериментальных данных и результатов расчетов показывает, что максимальные ошибки в определении величин откольной прочности и скорости деформирования составляют 14% и 20% соответственно. Достигнута откольная прочность  $\sigma^* \approx 16.5$  ГПа, что составляет 24% предельного теоретического значения 69.5 ГПа, которое следует из использованного уравнения состояния алмаза [15], но существенно больше статической прочности алмаза. Для сравнения: измеренная прочность на излом  $\sigma$  для аналогичных пластин поликристаллического алмаза толщиной 140–400 мкм составляет 0.4–0.5 ГПа [11].

#### 4.3. Фазовые превращения углерода в плоскостях откола

Поиск следов графитизации поверхности образцов проводили с помощью спектроскопии КР в пределах абляционных и откольных кратеров, а также на собранных осколках – продуктах откола. Исследовали только мишень из прозрачного поликристаллического алмаза, т. к. в этом случае в исходном (необлученном) материале присутствие включений аморфного графитоподобного углерода было минимальным. Образцом являлась неполированная пластина алмаза размером 4×8 мм и толщиной 300 мкм (табл.1, образец П). На ростовой поверхности (тыльной по отношению к области лазерного воздействия) хорошо различимы четко ограниченные кристаллиты, что обуславливает значительную шероховатость поверхности. Облучение осуществлялось с гладкой (лицевой) стороны, покрытой пленкой из сусального золота. Получены два кратера на лицевой стороне мишени от двух «выстрелов» с энергиями  $E = 0.8$  и 2.8 Дж, причем большей энергии соответствует больший диаметр кратера. Этим энергиям отвечают абляционные давления 0.11 и 0.24 ТПа соответственно. На тыльной стороне мишени в результате откола также образовались два кратера.

В спектре КР, зарегистрированном вне области лазерного воздействия ( $E = 2.8$  Дж) на мелкозернистую подложечную сторону мишени, доминирует узкий пик алмаза вблизи  $1332.5 \text{ см}^{-1}$  (рис.7, спектр 1). Также в спектре в области  $1500–1530 \text{ см}^{-1}$  присутствует очень слабая широкая G-полоса, свидетельствующая лишь о небольшом содержании в образце аморфного углерода. В спектре КР, зарегистрированном в абляционном кратере, присутствуют широкие D- и G-полосы вблизи  $1350$  и  $1550–1590 \text{ см}^{-1}$  соответственно, что свидетельствует об образовании значительного количества неупорядоченной графитовой фазы (рис.7, спектр 2). Аналогичные результаты получены и для малого кратера ( $E = 0.8$  Дж).

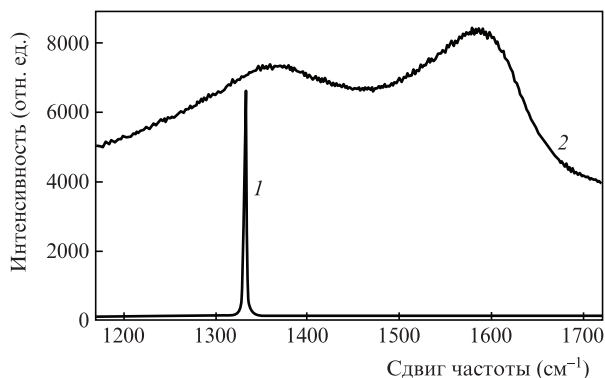


Рис. 7. Спектры КР исходной, неповрежденной области (1) и области в пределах абляционного кратера (2) прозрачного поликристаллического алмаза на подложечной (абляционной) стороне. Энергия в импульсе  $E = 2.8$  Дж.

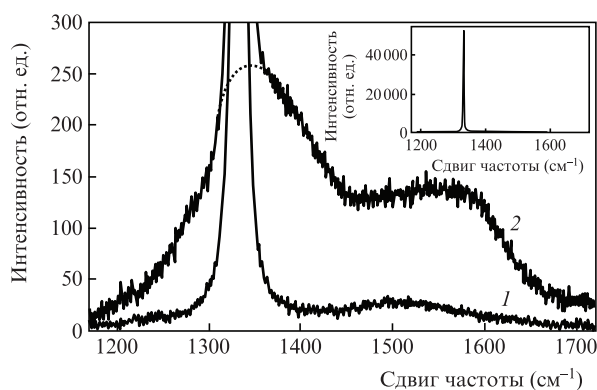


Рис. 8. Спектры КР исходной, неповрежденной области на ростовой (откольной) стороне прозрачного поликристаллического алмаза (1) и осколка, выброшенного из откольного кратера (2), растянутые по вертикали для обнаружения слабых линий неалмазной фазы. На вставке – полный спектр КР того же осколка.

На рис.8 приведены для сравнения спектры КР исходного материала мишени (табл.1, образец III, выстрел 2) на крупнозернистой (откольной) стороне (спектр 1) и осколков откольной пластины (спектр 2). Выбитый материал отлетел от тыльной поверхности мишени в виде компактной совокупности осколков. Осколки сохранились, прилипнув к полоске скотча за облучаемой пластиной. В спектре осколков кроме линии алмаза появляются хорошо выраженные D- и G-пики вблизи  $1350$  и  $1590$   $\text{cm}^{-1}$  соответственно. Интенсивности всех линий усилены для наблюдения слабых линий графитоподобной фазы, полный спектр КР того же осколка показан на вставке рис.8. Спектры нормированы на интегральную интенсивность линии алмаза, что соответствует равному объему исследованного материала. Интенсивность линий графитоподобного углерода, находящегося на поверхности осколков, на порядок выше, чем у исходного материала, а их форма ближе к наблюдаемой на лицевой поверхности в абляционном кратере [17], где вследствие сильного нагрева алмаз неизбежно превращается в графит [17,18]. Это указывает на частичную трансформацию алмаза на сколе в неупорядоченную графитовую фазу при деформировании и отрыве алмазного слоя.

## 5. Заключение

Основной результат выполненных исследований состоит в том, что впервые получены данные о динамической прочности мишеней из поли- и монокристаллических алмазов при больших (до  $10^8$   $\text{с}^{-1}$ ) скоростях деформирования. Достигнутая максимальная откольная прочность алмаза  $\sigma^* \approx 16.5$  ГПа, что составляет 24% теоретического предела прочности. Получены свидетельства того, что в области откола на тыльной стороне мишени некоторая часть кристаллического алмаза графитизуется. Более детальное изучение этого факта потребует дальнейших теоретических и экспериментальных исследований.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (гранты №12-02-00625, 12-02-00746, 13-02-91057 и 14-08-00967), Президиума РАН (программы №13П «Экстремальные световые поля и их приложения» и 2П «Вещество при высоких плотностях энергии») и грантов Президента РФ государственной поддержки ведущих научных школ РФ НШ-451.2014.2 и НШ-6614.2014.2. Авторы благодарны Е.Е.Ашкинази, С.Г.Рыжкову и Е.В.Заведееву за приготовление и профилометрию образцов. Электронно-микроскопический анализ образцов выполнен на оборудовании Центра коллективного пользования им. Д.И.Менделеева.

1. Канель Г.И., Фортов В.Е., Разоренов С.В. *УФН*, **177** (8), 809 (2007).
2. Канель Г.И., Разоренов С.В., Уткин А.В., Фортов В.Е. *Ударно-волновые явления в конденсированных средах* (М.: Янус-К, 1996, с. 408).
3. De Ressaiguier T., Cuq-Lelandais, J.P., Boustie M., et al. in *Wave Propagation in Materials for Modern Applications* (Croatia: INTECH, 2010, p. 419).
4. Juodkazis S., Nishimura K., Tanaka S., et al. *Phys. Rev. Lett.*, **96**, 166101 (2006).
5. Абросимов С.А., Бажулин А.П., Воронов В.В. и др. *Квантовая электроника*, **43**, 246 (2013).
6. Anisimov S.I., Inogamov N.A., Petrov Y.V., et al. *Appl. Phys. A*, **92** (4), 797 (2008).
7. Зельдович Я.Б., Райзер Ю.П. *Физика ударных волн и высокотемпературных гидродинамических явлений* (М.: Физматлит, 2008, с. 530).
8. Balmer R.S., Brandon J.R., Clewes C.L., et al. *J. Phys. Condens. Matter*, **21**, 364221 (2009).
9. Mao W.L., Mao H.K., Yan C.S., et al. *Appl. Phys. Lett.*, **83**, 5190 (2003).
10. Ральченко В.Г., Савельев А.В., Попович А.Ф. и др. *Микроэлектроника*, **35** (4), 243 (2006).
11. Ralchenko V.G., Pleuler E., Lu F.X., Sovyk D.N., et al. *Diamond Relat. Mater.*, **23**, 172 (2012).
12. McQueen R.G., March D. *J. Appl. Phys.*, **33** (2), 654 (1962).
13. Батани Д., Вовченко В.И., Канель Г.И. и др. *Докл. РАН*, **389** (3), 328 (2003).
14. Куликовский А.Г., Погорелов Н.В., Семенов А.Ю. *Математические вопросы численного решения гиперболических систем уравнений* (М.: Физматлит, 2012, с. 656).
15. Ломоносов И.В., Фортов В.Е., Хищенко К.В. *Химическая физика*, **14** (1), 47 (1995).
16. Вовченко В.И., Красюк И.К., Пашинин П.П., Семенов А.Ю. *ДАН СССР*, **338** (3), 322 (1994).
17. Kononenko T.V., Ralchenko V.G., Vlasov I.I., et al. *Diamond Relat. Mater.*, **7**, 1623 (1998).
18. Андреев В.Д. *ФТТ*, **41** (4), 695 (1999).