

Сибирское отделение Российской Академии наук
ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ им.Г.И. Будкера

Г.М. Рылов, Э.С. Ефимова, Н.В. Соболев,
Г.Н. Кулипанов, Б.П. Толочко, М.Р. Шарафутдинов,
В.И. Кондратьев.

ПРИМЕНЕНИЕ СИНХРОТРОННОГО
ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ
НЕСОВЕРШЕННЫХ КРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА

ИЯФ 2000 47

Новосибирск
2000

Применение синхротронного излучения для исследования несовершенных кристаллов алмаза.

Г.М. Рылов, Э.С. Ефимова, Н.В. Соболев, Г.Н. Кулипанов,
Б.П. Толочко, М.Р. Шарафутдинов, В.И. Кондратьев

Институт Ядерной Физики им. Г. И. Будкера
630090 Новосибирск, Россия

Аннотация

Реализован метод «лауэ-СИ» для ускоренного набора экспериментальных данных при изучении несовершенных природных и синтетических алмазов, «трудных» для изучения традиционными рентгеновскими методами.

При использовании полихроматического синхротронного излучения (СИ) в рентгеновском диапазоне длин волн ($\lambda = 0.3 - 4 \text{ \AA}$) время для получения дифракционной картины по методу «лауэ-СИ» сокращается на несколько порядков, а разрешение изображения субструктурных дефектов кристаллической решётки (по сравнению с традиционным методом Лауэ) улучшается на порядок.

Наличие особенностей СИ (высокая интенсивность в широком диапазоне λ очень малая расходимость пучка) позволяет получать одномоментные дифракционные снимки от сильно искаженных кристаллов даже с большой разориентировкой блоков (до нескольких градусов). При этом, дифракционные изображения кристалла или его фрагмента представляют собой топограммы, подобные традиционным рентгеновским топограммам (РТ).

В отличие от последних, топографическое дифракционное изображение на «лауэ-СИ» не исчезает даже при больших разориентировках или других некогерентных нарушениях кристаллической решетки.

Метод «лауэ-СИ» особенно удобен для изучения целых достаточно крупных кристаллов алмаза (до 5мм), так как алмаз имеет малый коэффициент поглощения рентгеновских лучей и является практически прозрачным в рабочем диапазоне длин волн СИ $\lambda = 0.5 - 1.5 \text{ \AA}$.

Методом «лауэ-СИ» проведена съёмка природных кристаллов алмаза с различными типами несовершенств: ростовых, деформационных и смешанных.

Установлено, что этот метод может быть с успехом применен для ускоренного изучения большого массива несовершенных природных кристаллов алмаза без какой-либо предварительной подготовки и без их разрушения, что увеличивает выход информации при исследованиях и, кроме того, значительно повышает производительность работ.

Приводятся рентгеновские топограммы несовершенных алмазов с различными типами искажений, унаследованных от природных процессов во время их образования.

G.M. Rylov, E.S. Efimova, N.V. Sobolev,
G.N. Kulipanov, B.P. Tolochko, M.P. Sharafutdinov,
V.I. Kondratjev

Synchrotron radiation usage for investigation of imperfect diamonds

Annotation

The method Laue-SR for the accelerated obtaining of experimental data is realized at learning of imperfect natural diamonds with the purpose of investigation of a nature of crystalline lattice imperfection. The characteristic properties of synchrotron radiation – small beam divergence, high intensity and optimal effective range of lengths of waves (0.3 – 1.5 Å.), at which the diamond is practically transparent up to thickness ~5 mm are used for achievement of this purpose. Other two mentioned above properties are simultaneously used, therefore the results peculiar at once to two methods to a method the Laue and topography are reached.

About 30 crystals of diamond are researched by Laue method, among which some types with a different genesis of the imperfection are detected: growth fiber-like-dendritic, deformativ and mixed.

It is shown, that at the defined conditions some crystals of diamond grows to enough large transparent and cut ones (in octahedrons, rhombododecahedrons, etc.), and then are deformed plastically at high temperatures (>1200°C).

The distinctions in character of the topographical maps of defects additionally displays, that the deformation of the crystals occurred under different conditions.

The growth conditions for cuboids from Zaire (Africa) with a radial-shaft structure also have appeared are not identical to different samples: ones have fine fiber-like, others - coarse fiber-like and even a dendrite-like structure.

Rounded diamonds of a V-type are related to deformativ-growth type with dendrite-like substructure.

The obtaining of simultaneous topographical map of crystals in several diffraction reflections allows increasing the rate of the Laue patterns decryption.

Thus, the accelerated method "Laue-SR" and its quality allows to research large amount of raw diamonds in real-time.

1. Введение

Алмаз, как уникальный по своим свойствам кристалл, приобретает всё более важное значение как в современном техническом аспекте, так и научном познании твёрдых тел, а также познании глубинных процессов в мантии Земли.

Несмотря на простоту атомной структуры, кристаллы алмаза имеют сложные аспекты физического строения, которые являются предметом пристального изучения большой армии учёных.

В настоящее время открыто и разрабатывается множество месторождений алмаза по всему Земному шару. Среди добываемых алмазов большая доля относится к несовершенным кристаллам, которые имеют плохие оптические и физические характеристики. Ювелирных алмазов добывают значительно меньше (менее 20%) и они, как правило, из-за дороговизны не попадают в руки исследователей.

Тем не менее, несовершенные природные алмазы также несут не малую информацию как о строении самих кристаллов, так и о глубинных процессах в мантии Земли.

Однако, как раз несовершенные кристаллы в большой мере выпадают из процесса исследования или исследуются крайне недостаточно.

Такие ограничения связаны с особыми физико-химическими свойствами алмазов: самой высокой твёрдостью (трудоемкостью обработки), высокой хрупкостью, высокими параметрами РТ-условий образования и др. Кроме того, ограничения связаны также с усложнениями условий экспериментов и уменьшением их разнообразия, когда, например, кристаллы являются очень несовершенными. В этих условиях затруднения возникают также и при использовании традиционных рентгеновских методов.

Трудности возникают, например, тогда, когда кристаллы по своему внутреннему строению являются промежуточными между монокристаллами и поликристаллами. В этом случае, ни полихроматические (метод Лауэ), ни монокроматические (топографические) методы не дают достаточной информации.

2. Характерные особенности СИ

Вот уже несколько десятков лет существует и успешно используется в различных экспериментах синхротронное рентгеновское излучение (Кулипанов, Скринский, 1977), источником которого в Институте ядерной физики РАН в настоящее время является накопитель ВЭПП-3 (Рис.1). На большинстве каналов установлен вигглер (т.н. «змейка»), позволивший увеличить интенсивность пучка СИ на несколько порядков, что позволяет наблюдать дифракционную картину даже непосредственно на экранелюминофоре. Размеры светящегося источника («фокуса») – по вертикали ~0.1 мм, по горизонтали ~1 мм. На расстоянии ~13 м пучок сечением 4×4 мм имеет расходимость не более 10^{-4} рад., а интенсивность излучения порядка 10^{12} фотон / с / мрад.

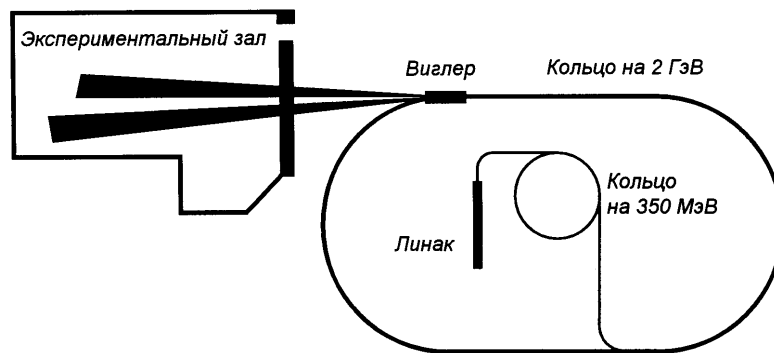


Рис. 1. Схематическое изображение кольца накопителя ВЭПП-3 и пучков синхротронного излучения.

На рисунке 2 показано распределение интенсивности по длинам волн сплошного (непрерывного) спектра, из которого видно, что максимальная интенсивность приходится на диапазон 0.3 – 4 Å. Рабочий диапазон длин волн – в пределах 0.5 – 1.5 Å. Со средним значением ~1 Å.

Указанные выше характеристики соответствуют получению качественных лауэграмм, включающих рефлексы с высоким разрешением суб-структурных дефектов на оптимальных энергиях квантов.

Кристаллы с малым коэффициентом поглощения (например, алмазы) на таких энергиях являются прозрачными даже при больших толщинах (~5 мм).

Очень высокая интенсивность излучения, позволяет применять различные устройства для мгновенной регистрации дифракционной картины, что открывает возможности автоматизации экспериментов.

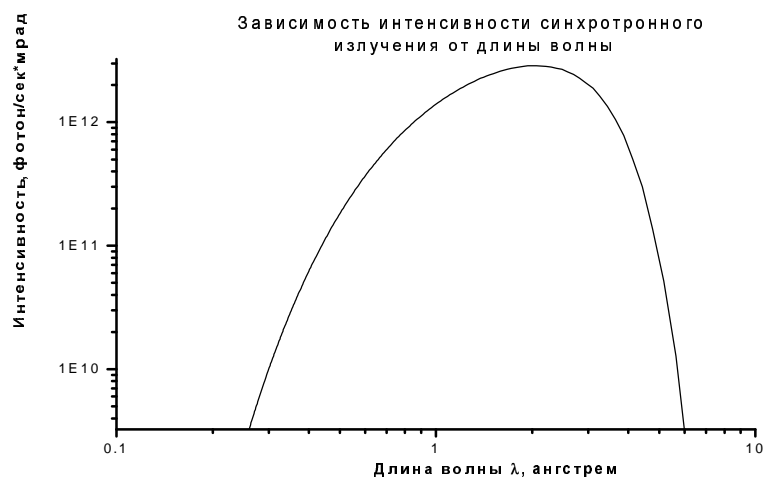


Рис. 2 .Распределение интенсивности синхротронного излучения по длинам волн на накопителях ВЭПП-3 и ВЭПП-4.

3.1. Обоснование преимущества метода «лауэ-СИ» при исследовании несовершенных кристаллов алмаза

Применение СИ для рентгеновской высокоразрешающей топографии почти совершенных кристаллов требует сложного оборудования для монохроматизации излучения. Использование же белого СИ для картографирования тонких дефектов кристаллической решётки ограничено низким разрешением метода.

С другой стороны, поскольку несовершенные кристаллы имеют высокую плотность кристаллографических и других дефектов, неразрешаемых даже при использовании высокоразрешающих топографических методов, то объектами исследования в таких кристаллах являются субструктурные образования типа полос и сеток деформации, областей изгиба и переориентировки решётки, межзёренные границы и волокна, закономерные и иррациональные двойники, полосы сброса и другие некогерентные состояния кристаллической решётки.

Для визуализации и дальнейшего изучения субструктурных образований, применение метода «лауэ-СИ» позволяет, во-первых, повысить разрешающую способность по сравнению с традиционным рентгеновским методом Лауэ примерно на порядок и, во-вторых, избежать ориентационных погасаний, свойственных монохроматическим методам.

По той причине, что рабочая область рентгеновского СИ располагается в пределах $\lambda = 0.5 - 1.5 \text{ \AA}$ со средним значением $\sim 1 \text{ \AA}$, т.е. является относительно мягким излучением, существуют ограничения для съёмки кристаллов по поглощению. Например, образцы с коэффициентом поглощения $\mu \sim 10 - 20 \text{ см}^{-1}$ будут достаточно сильно поглощать рентгеновское СИ уже при толщине кристалла (или изготовленной из него пластинки) порядка 1 мм, т.е. «ходовыми» рабочими образцами, при этом, должны быть кристаллы с размерами всего несколько десятых миллиметра. Таким коэффициентом поглощения обладают, например, большинство силикатов и других соединений.

В то же время, алмазы толщиной ~ 5 мм и менее практически являются прозрачными для указанной выше длины волны. Большинство образцов, попадающих на исследование не превышает 5 мм в поперечнике. Поэтому имеется реальная возможность исследовать алмазы в том виде, в каком они образовались (например, в природе) без разрушения или какой-либо иной химико-механической обработки.

Более того, целые необработанные кристаллы исследовать предпочтительнее по двум важным причинам: 1) предельная твёрдость алмаза затрудняет изготовление шлифов или каких-либо других препаратов, 2) съёмка целых кристаллов увеличивает выход информации об их реальной структуре.

Подводя итоги вышесказанному, можно сформулировать основные причины, по которым применение метода «лауэ-СИ» предпочтительней при исследовании несовершенных кристаллов алмаза:

- 1) алмазы являются прозрачными для СИ в рабочем диапазоне рентгеновского излучения $\lambda \sim 0.5 - 1.5 \text{ \AA}$, поэтому съёмку дифракционных картин можно проводить без разрушения и обработки кристаллов, тем самым увеличивая выход полезной информации;
- 2) образцы не требуется обрабатывать механически для уменьшения их толщины (для приведения к условию $\mu t \sim 1$), тем самым значительно повышая производительность работы;
- 3) повышенная разрешающая способность метода «лауэ-СИ» (из-за малой расходимости рентгеновского пучка) позволяет совместить в определённых пределах полихроматический метод Лауэ и топографию;
- 4) сокращение времени экспозиции позволяет быстро производить съёмку в нескольких необходимых позициях кристалла, что облегчает расшифровку дифракционных картин;
- 5) имеется возможность применения двухкоординатных детекторов или запоминающих экранов для автоматизации исследований.

4. Разработка методики

Аппаратура, применяемая для метода «лауэ-СИ», предельно проста и основана по принципу рентгеновской камеры для съёмки неподвижного кристалла (метод Лауэ). Отличие от традиционной камеры заключается в особенностях самого СИ-пучка: 1) отсутствие обычного коллиматора, т.к. пучок СИ является автоколлимированным; 2) для наведения исследуемого образца на пучок СИ используется рентгенолюминесценция и высокая интенсивность излучения (путём теневого изображения кристалла на фоне первичного пучка); 3) регулирование экспозиции осуществляется дополнительным ослаблением дифрагированного излучения с помощью поглотителей; 4) вследствие очень высокой интенсивности излучения для устранения паразитной засветки фотопластинок применяется ловушка прямого пучка и защитный экран перед держателем образца.

Съёмка дифракционных картин производилась на рентгеновскую или фототехническую плёнку для получения предварительных данных по экспозиции и ориентации кристалла. Наиболее интересные и информативные снимки делались на высокоразрешающие ядерные фотопластинки типа МР-20 или Iford L4 (25 мкм), а затем увеличивались.

Экспозиция съёмки подбиралась в зависимости от тех или иных особенностей изучаемого образца и укладывалась в пределы 10 – 20 секунд. Без применения ослабителей время съёмки оказывается менее 1 секунды, что неудобно для отсчёта.

Таким образом, при исследовании алмазов основное время занимает подготовка кристалла к съёмке, подбор экспозиции и фотообработка снимков.

5. Описание кристаллов алмаза, использованных для апробации метода «лауэ-СИ»

Для апробации метода «лауэ-СИ» подобрано около 30 кристаллов природного алмаза, которые по тем или иным признакам могли быть отнесены к несовершенным монокристаллам.

Ниже приведена краткая характеристика наиболее интересных кристаллов, размеры которых укладывались в пределы от 2 до 4 мм.

- а) Несколько кристаллов, относящихся к V-разновидности по классификации Ю.Л. Орлова (Орлов, 1973), округлого габитуса, тёмного до почти чёрного цвета из-за большого количества чёрных включений и микротрещин.

- b) Округлый кристалл (№ СК-36) с большим количеством включений и трещин, на поверхности отмечаются следы скольжения. По минералогическим признакам можно отнести к разновидности балласов.
- c) Выколка из кристалла МР-13, почти изометрической формы, размерами до 4 мм, на поверхности визуальнo наблюдаются грубые следы пластической деформации в виде субпараллельных полос скольжения.
- d) Два монокристалла октаэдрического (№ V_n-95-13) и додекаэдрического (№ БР-1/97) габитуса, прозрачные, на поверхностях {111} одного из них наблюдаются ряды треугольных ямок естественного травления, проходящих через весь кристалл параллельно следам плоскостей {111}.
- e) Две кристаллические пластинки, вырезанные из октаэдрических прозрачных кристаллов (из трубки Айхал, Якутия). По данным двупреломления в поляризованном свете – имеют пёструю картину погасания или типа «татами».
- f) Несколько кристаллов кубического габитуса (кубоиды из Заира (Африка) с размерами по ребру 2 – 3 мм. Они непрозрачные, с неровными поверхностями {100}, наблюдаются протравленные каналы – границы блоков.

Описанные выше кристаллы наклеиваются на стержни диаметром ~1 мм любым прочным и быстросохнущим клеем, выставляются по высоте с помощью оптической трубы. Затем, правильность наведения кристалла на пучок СИ контролируется по теневому изображению на фоне первичного пучка СИ.

6. Результаты съёмки природных алмазов по методу «лауэ-СИ»

Природа несовершенств внутренней субструктуры алмазов может быть, очевидно, различного происхождения.

При быстром спонтанном росте в условиях высоких пересыщений среды кристаллы растут блочные, трещиноватые, с большим количеством захваченных включений. К таковым можно отнести и волокнистые сферолито-подобные алмазы, у которых блоками являются образования типа волокон, распространяющихся из центра кристалла к периферии.

Другой причиной возникновения несовершенств является пластическая деформация, происходящая после первичного образования кристалла, причём, до деформации кристалл мог быть сравнительно совершенным.

Нельзя исключать и такой вариант, когда происходила не одна стадия роста, а также и последующих постростовых преобразований и тогда

природа несовершенств будет комбинированной, состоящей из ростовых и деформационных явлений.

Следует также напомнить о том, что степени деформации кристаллической решётки также могут быть различными. Считается, что начальная деформация приводит к возникновению трансляционных полос деформации.

Последовательное увеличение нагрузки на кристалл вызывает множественное скольжение, переориентацию решётки в полосах скольжения, сопровождающуюся различными нарушениями когерентности в мелких областях.

Эта стадия деформации не вызывает явного астеризма дифракционных пятен, однако появляется сложное внутреннее строение.

Дальнейшее увеличение деформирующей нагрузки приводит к более грубым нарушениям кристаллической решётки, таким как сбросы, ротационные смещения, иррациональное двойникование и т.д. Эти изменения сопровождаются значительными разориентациями решетки, отображающиеся на лауэграммах в виде фрагментации, астеризма, диффузности рефлексов и т.д. В кристалле образуются блоки, изгибы, большие ротационные смещения.

Иными словами, если на лауэграмме обнаруживаются упомянутые выше эффекты, это значит кристалл является сильно деформированным и дальнейшее увеличение деформирующей нагрузки могло бы привести к хрупкому разрушению.

Таким образом, чтобы достаточно объективно охарактеризовать состояние субструктуры образца необходимо анализировать как соответствующие лауэграммы, так и внутреннее строение пятен-топограмм (или их фрагментов). Поэтому, для иллюстрации состояния внутренней субструктуры образцов, мы будем приводить лауэграммы, показывающие общее несовершенство кристаллов, а также отдельные пятна-топограммы, характеризующие детали строения, как правило, связанные с процессами образования и последующих трансформаций кристаллов.

Ориентация кристаллов алмаза в пучке СИ осуществлялась в зависимости от наличия или отсутствия внешней огранки.

Октаэдр обычно устанавливались одной из граней $\{111\}$ перпендикулярно пучку СИ или ось $\langle 100 \rangle$ направлялась вдоль СИ.

Кубоиды ориентировались так, что пучок СИ был перпендикулярен грани $\{100\}$ или вдоль направления $\langle 110 \rangle$.

Неогранённые кристаллы или с неясной огранкой устанавливались в пучке СИ произвольно.

На рисунке 3а лауэграмма образца № Бр-1/97 – прозрачного, удлинённого додекаэдроида. Как видно она соответствует нормальному монокристаллу без какой-либо фрагментации и астеризма.

Тем не менее, топографическое изображение в некоторых рефлексах показывает систему полос деформации, проходящих через весь кристалл. (Рис.3б) Волнистые субпараллельные полосы на топограммах соответствуют характеру полос волнистого скольжения, которое возникает при умеренно высоких температурах (при температурах выше $0.5 T_{III}$) [Келли, Гровс, 1974].

Образец № АС-155. На лауэграмме не наблюдается астеризма и фрагментации, рефлексы соответствуют нормальному монокристаллу. (Рис.4а).

Однако структура пятен-топограмм (Рис.4б) показывает наличие в кристалле систем скольжения в виде полос деформации, которые пересекают кристалл и пересекаются между собой под определённым углом. Дополнительно наблюдаются более сложные конфигурации, которые можно отнести к деформационным контурам.

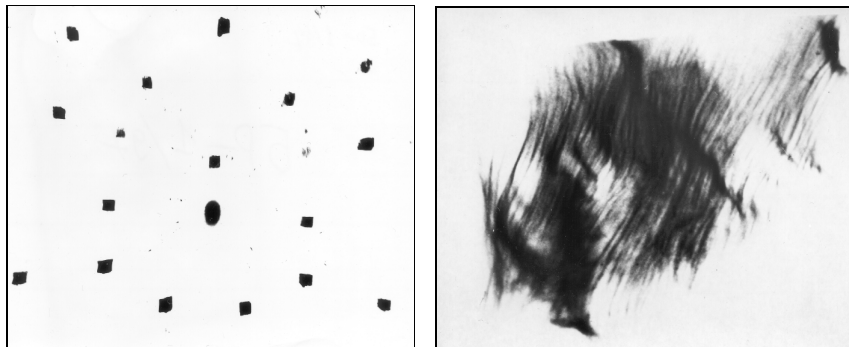


Рис. 3. Образец алмаза № БР-1/ 97. Лауэграмма получена по методу «лауэ-СИ» (а), и соответствует нормальному монокристаллу. Изображение полос пластической деформации одной системы $(111) - [110]$ (б).

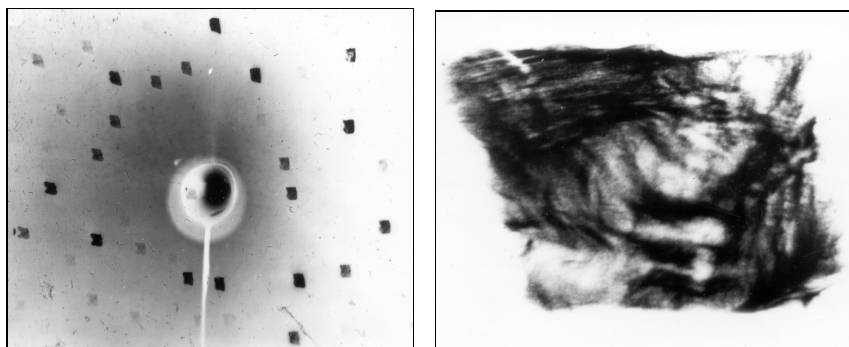


Рис. 4. Образец АС-155. Лауэграмма (а) и топограмма (б).

Указанные дифракционные эффекты свидетельствуют о значительной пластической деформации, но ещё не достигающей стадии фрагментации и астеризма.

Образец № АС-151. Этот кристалл аналогичен предыдущему. Лауэграмма соответствует монокристаллу, а на лауэ-топограммах имеются свидетельства пластической деформации в виде малоугловых границ, полос деформации и других сложных контуров контраста (Рис.5).

Образец № V_n-95-13. На лауэграммах не наблюдается фрагментации пятен. Однако, на краях лауэ-топограмм появились нитевидные «протуберанцы» – начальная стадия образования астеризма (Рис.6.).

Можно предположить, что в образце во время пластической деформации образовались более грубые нарушения когерентности кристаллической решётки, хотя разделения на отдельные блоки ещё не произошло.

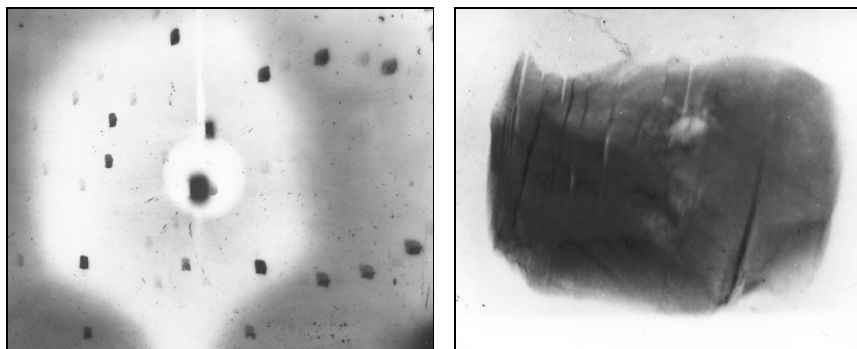


Рис. 5. Образец АС-151 .Лауэграмма (а) и характерное изображение мало угловых границ (б).

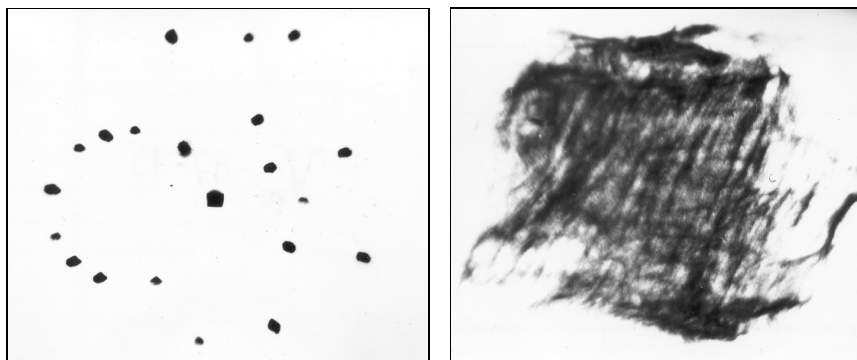


Рис. 6. Образец V_n-97-15. Лауэграмма (а) и топограмма (б) с сеткой двух систем полос пластической деформации.

Структура пятен-топограм представляет собой сложное переплетение полос деформации (Рис.6б.). Основной мотив структуры состоит из прямых линий двух направлений, пересекающихся между собой под углом $\sim 70^\circ$. Видны также изогнутые участки этих линий, которые на границе топограммы превращаются в нитеподобные мазки, выходящие за пределы оформленного изображения. Они, очевидно, являются началом проявления астеризма.

Образец № МР-13. Лауэграммы образца показывают, что субструктура его значительно более несовершенна, чем у предыдущих кристаллов. Несовершенство проявляется прежде всего в том, что обнаруживается фрагментация пятен лауэграммы (Рис. 7а), а фрагменты их имеют диффузный вид и очень сложное строение. Налицо, также, развитой астеризм с нитеподобными перемычками между некоторыми фрагментами. В целом, всё же, лауэграммы смотрятся как от монокристалла, хотя и очень несовершенного.

Внутреннее строение пятен-топограмм не одинаково у различных рефлексов и свидетельствует об анизотропии деформированного состояния. Однако, чёткой направленности деформационных полос не наблюдается. Скорее всего присутствует разнообразие систем скольжения, а также, возможно, других нарушений когерентности решётки, таких как, сбросы, иррациональное двойникование, ротационные сдвиги и т.д., за счёт которых разориентация достигает десятков минут и даже градусов (при фрагментации, Рис.7б).

В целом, образец МР-13 можно отнести к сравнительно сильно деформированным кристаллам с множественным проявлением пластической деформации.

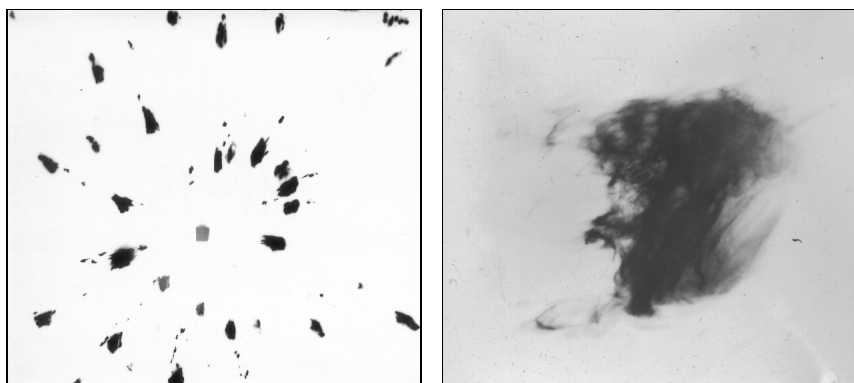


Рис. 7. Образец МР-13. Умеренно–сильная пластическая деформация с образованием астеризма и фрагментации пятен лауэграммы (а и б).

Образцы алмазов V-разновидности. Основной целью съёмки серии кристаллов алмаза V-разновидности было установить общее несовершенство различных образцов с помощью метода «лауэ-СИ» и сравнить их друг с другом.

На лауэграмме образца R-101 (Рис.8а) наблюдаем относительно компактные пятна с «пустой» сердцевинкой. Причина отсутствия изображения в центре пятна является разориентация по отношению к периферийной части кристалла ($\sim 1 - 3^\circ$). Центральная и небольшие другие области кристалла имеют иную ориентацию, позволяющую говорить о том, что образец блочный. Длинные хвосты нитевидного облика отходят от основной (головной) части изображения и свидетельствуют о значительном астеризме. Съёмка лауэграмм при других ориентациях кристалла показала наличие анизотропии астеризма (Рис.8б и 8в), что вызвано, вероятно, анизотропией деформации. Периферийная часть кристалла (Рис.8б) имеет радиально-лучистое строение и, очевидно, образовалась в результате волокнистого роста [Шацкий, Рылов и др.].

Лауэграммы других образцов из этой серии показывают в целом похожие картины, но свидетельствуют о меньшем совершенстве их субструктуры.

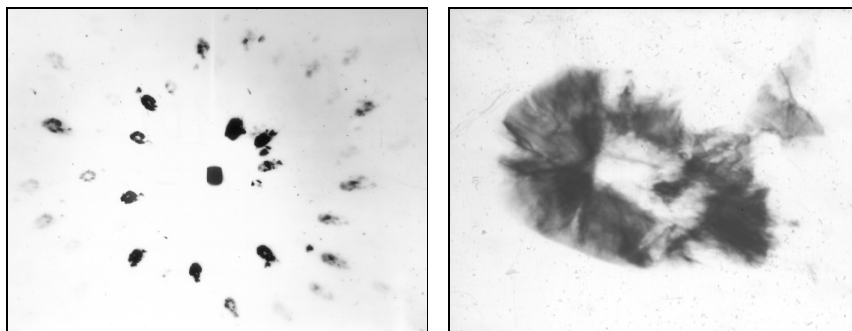


Рис. 8. Образец R-101 (V-разновидность). Значительный астеризм и фрагментация (а), однако некоторые пятна лауэграммы имеют компактный вид (б).

Образец R-100. Лауэграмма (Рис.9а) имеет как сильно удлинённые, так и компактные пятна, но повсеместно наблюдаются нитевидные «хвосты» и перемычки между более крупными фрагментами. На рисунке 9б показано пятно с такой перемычкой, напоминающей схематическое изображение [Мокиевский и др.] излома (Рис.9в) кристаллической решётки типа «сброса». Более сильный астеризм и фрагментация указывают на то, что, вероятно, этот кристалл подвергался более сильной пластической деформации.



Рис. 9. Образец R-100. Усиление степени пластической деформации (а и б). Схематическое изображение «сброса» в алмазе (б и в), (по Мокиевскому).

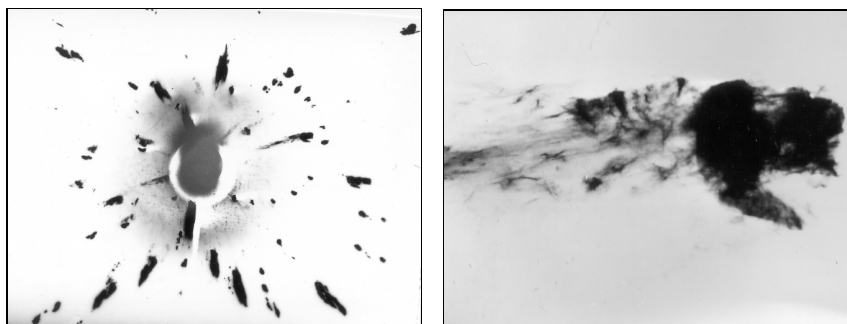


Рис. 10. Образец R-102. Снимок по методу «лауэ-СИ» представляет собой наложение двух лауэграмм от сильно разориентированных фрагментов (а), некоторые пятна имеют весьма длинные «хвосты», показывающие сильную пластическую деформацию образца (б).

Образец R-102. Лауэграмма (Рис.10а) и структура пятен-топограмм указывает на ещё большее несовершенство этого образца: сильный астеризм, диффузность многих рефлексов, большая протяжённость нитевидных «хвостов», а также разориентация фрагментов от одного до нескольких градусов (Рис.10б).

Внимательное рассмотрение лауэграмм и внутреннего строения пятен-топограмм большого количества образцов алмазов V-разновидности позволяет предположить, что соответствующие дифракционные картины являются отображением, как минимум, двух процессов, происходивших в глубинах мантии Земли, а также при движении алмазов к поверхности: волокнистого радиально-лучистого роста и последующей высокотемпера-

турной ($>1200^{\circ}\text{C}$) пластической деформации, которая, по нашему мнению, в большей степени приводит к явлениям сильного астеризма и фрагментации.

Образец СК-36. Этот образец алмаза по минералогическим характеристикам может быть отнесён к V-разновидности (округлые) или VI-разновидности (шаровидной формы, «баллас»).

По данным съёмки по методу «лауэ-СИ» обнаруживается весьма несовершенное строение этого кристалла. (Рис.11а). Пятна представляют собой сочетание мелких точек, штрихов, узлов кривых коротких линий и т.д., занимающих большие площади на фотоснимке (Рис.11б). Расширение пятен как в радиальном, так и в азимутальном направлениях, свидетельствует о том, что фрагменты кристалла разориентированы почти хаотично и, следовательно, весь «кристалл» представляет собой поликристаллический агрегат, зёрна которого имеют преимущественную ориентацию с тенденцией к монокристаллическому сложению. Сложное строение пятен, напоминающее сетку морской пены, приводит к выводу о дендрито-подобном росте алмазных образований этого типа. Поликристаллическое строение образца СК-36 вплотную приближает его к VI-разновидности алмазов («балласам»).

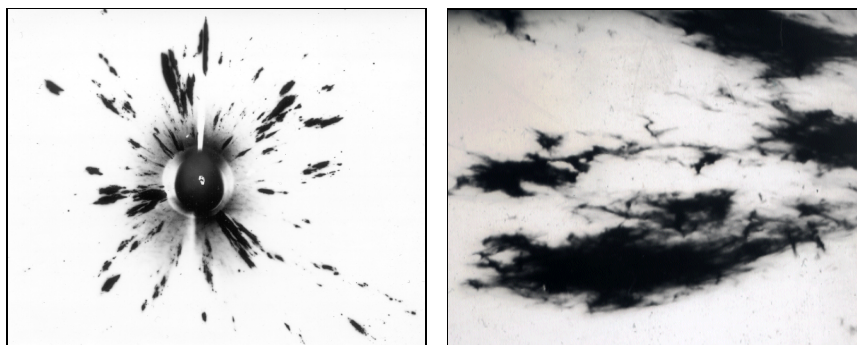


Рис. 11. Образец СК-36. Лучеобразная лауэграмма (а), пятна которой сложены из множества мелких рефлексов.

Методом «лауэ-СИ» получены сведения о субструктуре серии образцов из Заира (Африка), представляющих собой кристаллы алмаза кубоидной формы (8 кристаллов).

Образец Z-1. Лауэграмма этого образца соответствует нормальному монокристаллу – астеризм, фрагментация и другие признаки пластической деформации – отсутствуют.

Основную информацию несёт внутреннее строение пятен-топограмм, которое также не содержит следов пластической деформации (Рис.12). Зато многие рефлексы показывают радиально-лучистое строение, которое

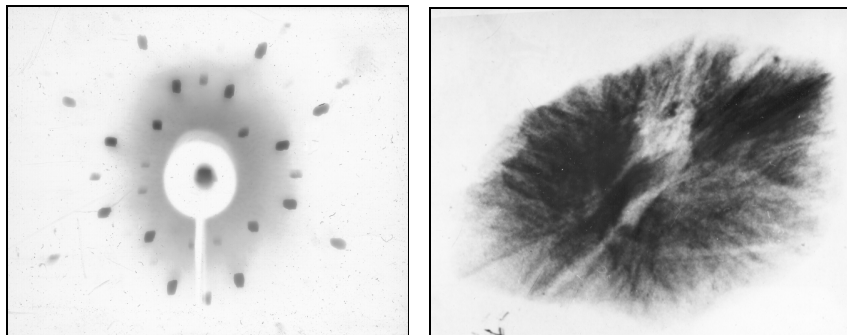


Рис. 12. Образец Z-1 (кубического габитуса). Представляет собой монокристалл. Структура пятен состоит из тонких, радиально расходящихся волокон.

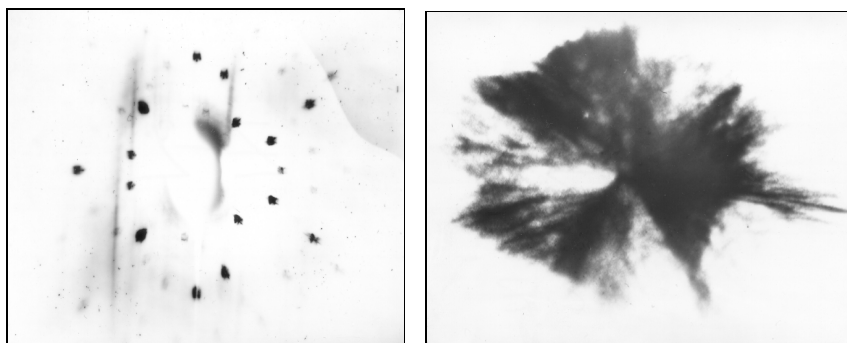


Рис. 13. Образец Z-2, подобен Z-1, однако, волокна более грубые.

свидетельствует, что рост кристалла происходил из центра к периферии в виде волокон или радиально направленных тонких блоков..

Наблюдаемое топографическое изображение не является пучками дислокаций, так как не испытывает погасаний при взаимных поворотах вектора дифракции \mathbf{g} относительно вектора Бюргерса \mathbf{b} (правило $\mathbf{g}\mathbf{b} = 0$). Это видно из того, что на различных пятнах (т.е. с различными (hkl) , а значит и резко различными векторами дифракции \mathbf{g}), контраст «лучей» не меняется, хотя при этом резко меняются направления векторов дифракции.

Образец Z-2. По внутреннему строению образец аналогичен предыдущему. Однако волокна в нём имеют большую толщину (Рис.13), и более усложнённую форму. Анализ всех рефлексов позволил сделать вывод что этот образец является грубоволокнистым с большей разориентацией секторов роста.

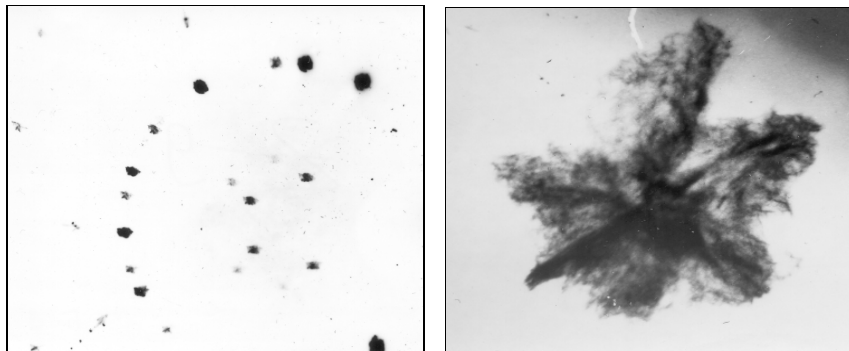


Рис. 14. Образец Z-9. Структура представляет собой «звёздчатое» образование с дендрито-подобным строением.

Образец Z-9. Лауэграмма также соответствует монокристаллу (Рис.14а). Как и у предыдущего образца, отсутствуют какие-либо признаки пластической деформации.

Пятна-топограммы показывают радиально-лучистое строение. Однако, в отличие от предыдущего, (тоже с радиально-лучистым обликом) явно выражено секториальное строение (Рис.14б), а лучи имеют более сложную форму, в результате чего топограммы приобретают вид звёздочек, каждая грань (или луч) которых представляет отдельный сектор. В пределах одного сектора дифракционное изображение выглядит сеткой извилистых линий, в целом, напоминающих кисею морской пены. Секториальные области заметно разориентированы, поэтому проекционные топограммы иногда приобретают причудливую форму. Тем не менее, обнаруженное радиально-лучистое строение кристалла имеет ростовое происхождение.

7 Обсуждение результатов

Целью данной работы было показать высокую эффективность метода «лауэ-СИ» при исследовании большого массива несовершенных кристаллов алмаза, образующихся, как известно, на больших глубинах в мантии Земли. Природные кристаллы после завершения ростового процесса могут подвергаться различным физико-химическим воздействиям прежде, чем попасть в лабораторию на исследование.

Поскольку эпигенетические процессы пока что во многом являются для нас «чёрным ящиком», желательно накапливать различные сведения о строении и свойствах, которыми обладают вынутые из Земли кристаллы, т.е. в процесс исследования включать статистические данные, обрабатывая большие массивы образцов.

Ввиду высокой трудоёмкости традиционных рентгеновских методов, им не под силу пропускать через себя сотни и тысячи образцов.

С другой стороны, рентгеновские методы, особенно с применением синхротронного излучения, обладают большим информативным потенциалом и во многом не требуют жёстких условий к подготовке образцов для исследования. Например, в случае алмазов, кристаллы могут быть исследованы в том виде, в каком они были найдены на месторождении.

Проведённая работа со всей очевидностью доказывает, что методом «лауэ-СИ» можно исследовать любые образцы природных алмазов с высокой эффективностью получения информации о состоянии кристаллической решётки.

В частности, могут быть распознаны чисто ростовые субструктурные дефекты, деформационные с различной степенью искажений, смешанные нарушения, когда некогерентные состояния решётки вызваны как ростовыми, так и деформационными процессами, а также высокотемпературным отжигом.

Большим преимуществом метода «лауэ-СИ» является возможность массовой обработки образцов, что позволяет исследовать тот или иной массив в реальном масштабе времени.

Кроме того, уже в этой, по сути методической работе, получены научные данные о реальной структуре образцов алмаза, поступивших как из различных месторождений, так и обладающих, вероятно, различным генетическим прошлым.

Например, сравнение реальной структуры кристаллов из Заира (Африка), имеющих волокнистое радиально-лучистое строение, с кристаллами V-разновидности также с волокно-подобным строением, позволяет предположить, что последние после роста были ещё и деформированы с образованием областей с сильными искажениями кристаллической решётки (сильный астеризм на лауэграммах), образованием блочной субструктуры (фрагментация), а также проявлениями высокотемпературного отжига (данные получены ранее).

Волокнистое строение, обнаруженное во всех восьми исследованных кристаллах из Заира, не вызывает таких дифракционных эффектов, как астеризм и фрагментация, и, следовательно, они не подвергались пластической деформации.

Ряд образцов (группа I: БР-1/97; АС-151; АС-155; V_n-95-13 и др.) по минералогическим данным и рентгеновским снимкам относятся к нормальным монокристаллам. Однако, «лауэ-СИ»-топограммы показывают, что кристаллы были пластически деформированы, причём характер деформации в образцах различный. Тем не менее, степень деформированности не была слишком высока, так что фрагментации и астеризма практически не наблюдается.

Образец МР-13 по данным метода «лауэ-СИ» является промежуточным между слабо- и сильно деформированными кристаллами, так как астеризм и фрагментация оказались умеренными. По сравнению с кристаллами группы I более высокая степень деформации вызвала диффузность рефлексов, нитевидные полосы между ними и на их краях, а также присутствие некоторых, более мелких, чем основное, пятен, показывающих начало блокирования.

Образец СК-36 является наиболее несовершенным, так как лауэ-пятна состоят из множества мелких и более крупных рефлексов, хаотически ориентированных, образуя как бы облако в направлении, в котором должен быть направлен соответствующий рефлекс монокристалла. В промежутках между отдельными рефлексами и на краях растянутых пятен наблюдаются нитевидные полосы, соответствующие изогнутым (возможно, сильно напряжённым) участкам кристалла, таким как сбросы, области переориентации, аккомодации и др. Хотя характер дифракционной картины приближает образец СК-36 к разновидности алмазов типа «баллас», всё же детали рефлексов соответствуют скорее V- или VII-разновидности.

В целом, исследованные кристаллы алмаза можно выстроить в ряд по степени усиления пластической деформации: БР-1/97; АС-151; АС-155; V_n-95-13; МР-13; R-101; R-100; R-102; СК-36. В этом ряду можно наглядно видеть, как изменяется картина лауэ-дифракции и постепенно появляются грубые признаки пластической деформации – астеризм и фрагментация пятен, а затем и множественное дробление их.

Можно представить и такой ряд от образцов с чисто волокнистым строением к образцам с волокно-подобным строением, но дополнительно деформированным пластически: Z-1; Z-2; Z-9; R-101; R-102; СК-36.

Экспериментальный материал делает явным тот факт, что некоторые образцы сначала выросли в прозрачные кристаллы октаэдрической или додекаэдрической формы, а затем уже были деформированы пластически (группа I).

Поскольку, во всех преобразованиях просматривается дислокационный механизм, необходимо всегда помнить, что комбинируя различные границы из различных типов дислокаций (краевых, винтовых, смешанного типа и т.д.), можно дать модель любого несовершенного кристалла. Отсюда следует генетическое родство всех типов расщеплённых, волокнистых, грубоблочных, скрученных и т.д. кристаллов, и следовательно, возможен непрерывный переход между ними, что и констатируется в нашей работе фактическими данными.

Таким образом, применение синхротронного излучения может дать толчок к массовому просмотру и исследованию несовершенных кристаллов алмаза, которые составляют более половины всех добываемых природных алмазов [Марфунин и др.].

Литература

1. Кулипанов Г.Н., Скринский А.Н. Использование синхротронного излучения: состояние и перспективы. УФН, т.122, вып.3, с.369-418, 1977.
2. Орлов Ю.Л. Минералогия алмаза. М. Наука, 221 стр.1973.
3. Келли А., Гровс Г. Кристаллография и дефекты в кристаллах. М. Мир, 496с., 1974.
4. Шацкий В.С., Рылов Г.М. и др. Морфология и реальная структура микроалмазов из метаморфических пород кокчетавского массива, кимберлитов и аллювиальных россыпей. Геология и геофизика, т.39, №7, 1998.
5. Мокиевский В.А., Титова В.М., Бартошинский З.В. Проявление пластической деформации в алмазе и некоторые вопросы, связанные с пластичностью кристаллов. Записки Всес. минер. Общества, ч.91, вып.4, 1962.
6. Марфунин А.С., Кононов О.В., Шелементьев Ю.Б. Минералогия, физика, геммология и мировой рынок алмаза: современное состояние. Вестник московского ун-та, сер.4, Геология, №5, 1998.