

## ИССЛЕДОВАНИЕ СПЕКТРОВ ЭЛЕКТРОННОГО ПАРАМАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА В ФУЛЛЕРИТЕ И ВЗРЫВНОМ АЛМАЗЕ

С. С. Бацанов, С. М. Гаврилкин, А. С. Лесков, И. Н. Темницкий

Центр высоких динамических давлений ВНИИФТРИ, 141570 Менделеево Московской обл.

Изучение спектров электронного парамагнитного резонанса в образцах ультрадисперсного детонационного алмаза показало наличие в них фуллерита в качестве примеси.

В работе [1] было показано, что в графитной саже присутствует небольшое количество фуллерита. Поскольку при ударном или детонационном синтезе алмаза превращение происходит лишь частично и после химической очистки продукт содержит от нескольких долей процента до нескольких процентов графита, можно ожидать наличия в нем следов фуллерита. В качестве способа индикации мы выбрали метод электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) из-за его высокой чувствительности, что позволяет получать четкие сигналы даже у зародышей фуллерита (луковичных форм) [2].

Исследовали порошки ультрадисперсного детонационного алмаза (УДА), предоставленные Ю. Е. Зайчиковым, а также порошки фуллеритов различного состава, предоставленные В. Н. Безмельничным.

Исследования проводили на модернизированном ЭПР-спектрометре РЭ 1306, снабженном следящим ЯМР-гауссметром и кольцевым резонатором, в который одновременно можно помещать два разных образца порошкообразного материала (навеска массой до 100 мг) с поочередной регистрацией спектров. Резонатор позволял также регистрировать разностный спектр в режиме одновременной противофазной модуляции магнитного поля в исследуемых образцах.

Спектр ЭПР детонационного алмаза представлен на рис. 1,а. Характеристики спектра ( $g$ -фактор и ширина линии  $\Delta H_{pp} = 0,55$  мТл) совпадают с известными из литературы [3] и типичны для дефектов в углеродсодержащих материалах. Порошки УДА подвергали одноосному статическому сжатию до давления  $p = 100$  кбар, после чего их исследовали методом ЭПР. Спектры обжатых образцов детонацион-

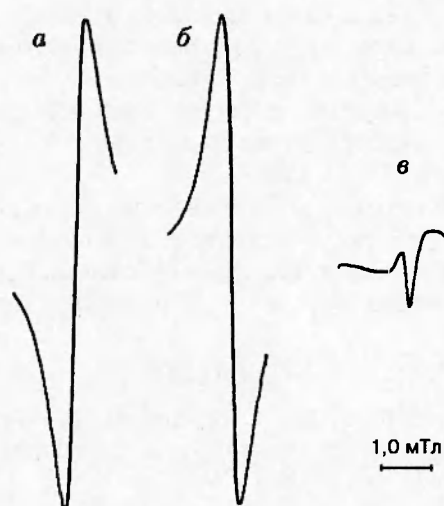


Рис. 1. Спектры ЭПР исходного образца УДА массой 100 мг (а) и образца после одноосного нагружения при  $p = 20$  кбар (б), а также разностный спектр ЭПР этих образцов (в)

ных алмазов представлены на рис. 1,б и внешне не отличаются от исходного образца, однако разностный спектр ЭПР исходного и обжатого УДА (рис. 1,в) показывает наличие узкого синглета ( $g = 2,0023$ ,  $\Delta H_{pp} = 0,14$  мТл), отсутствовавшего в исследуемых веществах или скрытого внутри широкого основного синглета.

Синглет с  $\Delta H_{pp} = 0,14$  мТл оказался тождественным спектру ЭПР фуллеритов состава  $C_{60}$  и  $C_{70}$  (рис. 2,а). Образцы фуллеритов также подвергали одноосному статическому сжатию при  $p \leq 100$  кбар. Линия поглощения в спектре ЭПР обжатого фуллерита представлена на рис. 2,б. В разностном спектре исходного и обжатых фуллеритов (рис. 2,в) появляется дополнительная линия поглощения, характерная для углеродных дефектов с  $\Delta H_{pp} =$

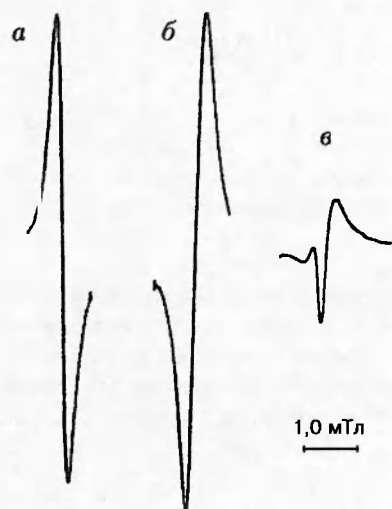


Рис. 2. Спектры ЭПР исходного фуллерита  $C_{60}/C_{70}$  (а) и образца после одноосного нагружения при  $p = 20$  кбар (б), а также разностный спектр ЭПР этих образцов (в)

0,55 мТл, обусловленная структурными изменениями, которые начинаются в этом диапазоне давлений у фуллерита [4].

Из вышеизложенного видно, что высокое статическое давление выявляет тонкую структуру спектра ЭПР детонационного алмаза, один из компонентов которого (с  $\Delta H_{pp} = 0,14$  мТл) характерен для парамагнитных центров в фуллерите. Возникает вопрос, нельзя ли каким-либо другим способом выявить этот сигнал. В процессе регистрации разностных спектров ЭПР обжатых образцов УДА мы обратили внимание на зависимость огибающей узкого синглета от ориентации образца в поляризующем магнитном поле. Этот факт заставил нас предпринять исследование спектров ЭПР при вариации мощности СВЧ-поля. Оказалось, что для УДА эффект насыщения сигнала ЭПР при максимальной мощности СВЧ-поля в 50 мВт еще не проявляется, но достаточно отчетливо наблюдается в случае фуллеритов (рис. 3), что является дополнительным аргументом в пользу приведенной выше трактовки узкого синглета в обжатом УДА.

Таким образом, по данным метода ЭПР в детонационном алмазе содержится фуллерит, причем выявление характерной для него линии поглощения требует применения механических воздействий или повышения мощности СВЧ-поля. Заметим в заключение, что наличие в де-

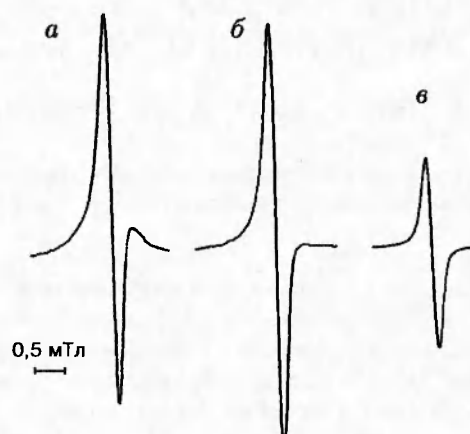


Рис. 3. Спектры фуллерита  $C_{60}/C_{70}$  массой 15 мг при  $P_{свч} = 50$  мВт (амплитуда магнитной модуляции 0,15 мТл) (а), при уменьшении  $P_{свч}$  на 6 дБ (б) и на 24 дБ (в)

тонационных алмазах парамагнитных центров разной природы маскируется сигналом от источника парамагнитных центров с наибольшей концентрацией.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (код проекта 98-03-32142).

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Kratschmer W., Lamb L. D., Fostropoulos K., Huffman D. R.  $C_{60}$ : new form of carbon // Nature. 1990. V. 37. P. 354.
2. Kosaka M., Ebbesen T. W., Hiura H., Tanigaki K. Electron spin resonance of carbon nanotubes // Chem. Phys. Lett. 1994. V. 225. P. 161.
3. Тацкий В. Ф., Ананьин А. В., Брусков О. Н. и др. Сравнительное исследование свойств детонационных алмазов, синтезированных из сажи и из графита // Докл. Всесоюз. совещания по детонации, 5–12 августа 1991 г., Красноярск. Т. 2. С. 306–310.
4. Башкин И. О., Ращупкин В. И., Кобелев Н. П. и др. Обратимый фазовый переход I рода с большим скачком объема в фуллерите  $C_{60}$  под давлением // Письма в ЖЭТФ. 1994. Т. 59. С. 258.

Поступила в редакцию 23/X 1997 г.,  
в окончательном варианте — 9/II 1999 г.