

Для иллюстрации сказанного рассмотрим результаты математического моделирования. Мы анализируем типичный широкополосный сейсмический сигнал длительности 3,2 с. (рис. 1а). Частота дискретизации составляла 40 Гц. Как известно из эксперимента, исходный сигнал имеет частотные составляющие в полосе от 2 до 6 Гц и максимум на частоте 5 Гц. Периодограммная оценка сигнала не является смещенной, однако имеет 100%-ю дисперсию, поэтому мы наблюдаем ложный пик на частотах близких к 3,5 Гц (рис. 1б). Сглаживание по соседним частотам приводит к уменьшению дисперсии, однако спектральная оценка становится смещенной (рис. 1в). Применение ортогональных окон ( $L=5$ ), согласно (5), уменьшает дисперсию ( $1/N$ , где  $N=128$ ) и, несмотря на это, сохраняет максимум на частоте 5 Гц (рис. 1з), т.е. мы имеем дело с состоятельной оценкой спектра сигнала.

1. Крот А.М. Минервила Е.Б. Быстрые алгоритмы и программы цифровой спектральной обработки сигналов. Мн., 1995.
2. Марпл С.Л. (мл.) Цифровой спектральный анализ и его приложения. М., 1990.
3. Slepian D. // Bell Syst. Tech. J. 1978. V. 57. P. 1371.
4. Brillinger D. R. Time Series: Data Analysis and Theory. San Francisco, 1981.
5. Percival D.B., Walden A.T. Multitaper and Conventional Univariate Techniques. Cambridge, 1993.

Поступила в редакцию 20.03.97.

УДК 539.216.2

В.М.АНИЩИК, А.П.НОВИКОВ, В.А.ЯРМОЛОВИЧ

## ИДЕНТИФИКАЦИЯ МИНИАТЮРНЫХ АЛМАЗОПОДОБНЫХ КРИСТАЛЛОВ ПО ИХ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ

The temperature changes of heated miniature tip during it's contact with identified sample under quasi-static force was studied.

Широкое использование технических алмазов, алмазоподобных пленок, имитаторов драгоценных камней требует усовершенствования методик экспресс-анализов. Наиболее точные методы идентификации — оптические, рентгеновские и некоторые другие — иногда достаточно сложно применять для быстрой разбраковки миниатюрных кристаллов. Поэтому ряд приборов основан на измерении таких свойств, как плотность, смачиваемость жирами, твердость, теплопроводность и др. [1]. Так, "Diamond Probe" позволяет быстро идентифицировать алмазы по их теплопроводности, во много раз превышающей теплопроводность имитаций. В основу метода положено изменение температуры нагретого наконечника при его соприкосновении с кристаллом толщиной  $l$  под действием постоянной силы  $F$ , определяемой сжатием пружины. Во избежании сбоев, связанных с "металлизацией имитаторов" (вернее высокой электрической проводимостью кристаллов или их включений), оценивается порядок электросопротивления.

В данной работе рассматривается модернизация метода идентификации по теплопроводности. Суть метода заключается в том, что величина изменения температуры нагретого наконечника при его соприкосновении с идентифицируемым объектом измеряется не при одной фиксированной силе прижатия наконечника  $F$ , а в квазистатическом режиме в интервале сил от  $F_{min} \approx 0$  до  $F$  (непрерывно или в дискретных точках). При этом оценивать электропроводность объекта нет необходимости, однако время измерений увеличивается в несколько раз.

Конструкция пробника состоит из следующих основных частей (рис. 1а):  $I$ -образного молибденового нагревателя с заостренным наконечником, по которому протекает ток  $I$ , миниатюрной фольговой термопары, ветви которой изготовлены методом скоростного охлаждения из расплава [2], датчика силы

прижатия, основанного на эффекте Холла [3] (измеряется перемещение упругого элемента). В качестве *V*-образного наконечника одновременно и нагревателя использовался стандартный электрод, применяемый в установках по микросварке в режиме разогрева протекающим током. Термопара представляла собой две полоски фольги *p*- и *n*-ветви соответственно шириной 1 мм, длиной около 15 мм и толщиной 30 мкм. В качестве *n*-ветви использовалась фольга из чистого Bi, а для *p*-ветви состав: Bi — 10 ат.% Sb — 2 ат.% Sn [2]. Чувствительность фольговой термопары к температуре составляла 110 мкВ/К в используемом (300–400) К диапазоне температур.

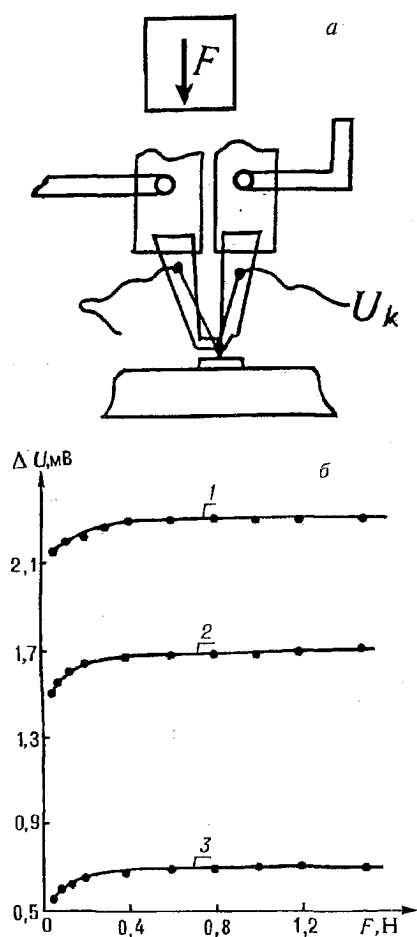


Рис.1. *a* — схема измерительного пробника; *б* — зависимость изменения выходного сигнала фольговой термопары  $\Delta U$  от силы прижатия наконечника к телу: 1 — алмаз, 2 — GaAs, 3 — стекло,  $l=0,8$  мм

При выделяющейся в области острия наконечника мощности  $P=U \cdot I=0,6$  Вт температура острия в стационарном состоянии без контакта с кристаллом составляла 381К и уменьшалась при соприкосновении наконечника с измеряемым объектом. Изменения температуры зависели как от теплопроводности исследуемого объекта, так и от силы прижатия  $F$  наконечника к нему. На рис.1б представлена разность ЭДС термопары, когда наконечник находился в воздухе ( $U_b$ ) и при контакте ( $U_k$ ), т.е.  $\Delta U=U_b-U_k$  от силы прижатия наконечника  $F$  для ряда материалов: алмаза, полуизолирующего арсенида галлия, стекла. Видно, что при величине  $F$  менее 0,5 Н разность ( $U_b-U_k$ ) сильно зависит от силы прижатия наконечника, что объясняется изменением площади фактического контакта наконечника с плоской поверхностью образца.

Согласно [4], вначале контактирование осуществляется на самых высоких микронеровностях, расположенных на вершинах волн шероховатостей. Силовые взаимодействия передаются элементам микроволнистости поверхности и вызывают их деформацию. Обычно деформация элементов волнистости поверхности упругая. В нашем случае это подтверждается отсутствием гистерезиса в зависимостях  $\Delta U$  от  $F$  при нагружении и разгрузении образцов. Выход зависимости  $\Delta U(F)$  на плато соответствует полностью сформированному максимальному тепловому контакту поверхностей, величина  $\Delta U$

определяется преимущественно теплоотводом от разогретого наконечника в глубь образца. Учитывая миниатюрность площади касания  $\sim 10 \times 20$  мкм<sup>2</sup>, можно считать, что  $\Delta U$  определяется коэффициентом теплопроводности  $\chi$  измеряемого образца (параметры наконечника фиксированы). Следовательно, должна наблюдаться корреляция величин коэффициентов теплопроводности  $\chi$  и значений  $\Delta U$ , а именно: большим  $\chi$  должны соответствовать и большие значения  $\Delta U$  (рис.1б). Известно, что коэффициент удельной теплопроводности при  $T=300$ К у алмазов, в том числе синтетических, более  $410 \text{ Вт} \cdot \text{м}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$ , у кристаллов GaAs —  $45\text{--}35 \text{ Вт} \cdot \text{м}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$  при различной степени легирования

$N_d$  (величина  $N_d$  изменяется в пределах  $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3} - 6 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$ ) [5], а у стекол  $\chi=0,6-0,9 \text{ Вт} \cdot \text{м}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$ . Таким образом, для ряда материалов по величине  $\Delta U$  можно качественно оценивать величину теплопроводности даже при одной фиксированной силе прижима  $F$ , что и осуществлено в "Diamond Probe", если быть уверенным в существовании плато на зависимостях  $\Delta U(F)$ , а искомая сила прижима выбрана правильно, например в нашем случае  $0,5 \text{ Н} < F < 1,5 \text{ Н}$ .

Проведенные исследования показали, что для ряда металлических материалов величина  $\Delta U$  не коррелирует с величиной коэффициента теплопроводности, являясь функцией  $F$ , а плато на графиках  $\Delta U(F)$  практически отсутствует (рис.2). Это является спецификой как тепловых, так и прочностных свойств контактирующих тел (таблица). Так, в зависимости от механических характеристик взаимодействующих тел (наконечника и исследуемого образца) в зоне фактического касания будет происходить смятие микронеровностей или их внедрение в поверхность более мягкого тела. При смятии деформируемый материал равномерно распределяется по всей поверхности микронеровностей, и область такого контактирования характеризуется как ненасыщенный контакт [4]. При увеличении силы  $F$  в зоне касания микронеровностей появляются пластические деформации. Взаимодействие твердых тел при этом будет осуществляться в условиях упругопластических деформаций, когда в одних зонах контакта микронеровности будут иметь место упругие, а в других — пластические деформации. В зависимостях  $\Delta U(F)$  плавно меняется наклон к оси абсцисс, и после снятия нагрузки в месте контакта появляется характерный след (микровмятина).

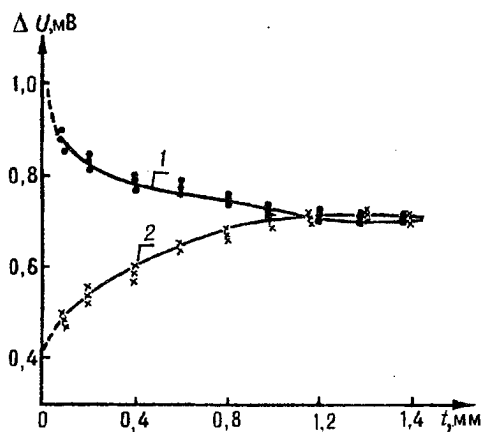
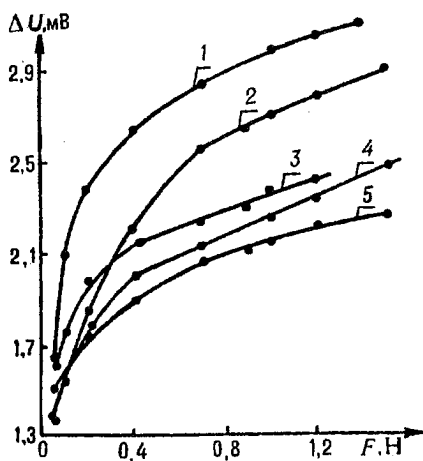


Рис.2. Зависимость изменения выходного сигнала фольговой термопары  $\Delta U$  от силы  $F$  прижатия наконечника к металлам:

1 — Sn, 2 — Zn, 3 — Cu, 4 — Bi, 5 — Fe,  $t=0,8 \text{ мм}$

Рис.3. Зависимость изменения выходного сигнала фольговой термопары  $\Delta U$  от толщины стеклянных образцов  $t$ , расположенных на массивных подложках из Cu — 1 и фторопласта — 2,  $F=1 \text{ Н}$ .

#### Тепловые и механические свойства контактирующих тел [5]

| Химический элемент | Коэффициент удельной теплопроводности $\chi$ , $\text{Вт} \cdot \text{м}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$ | Число Бриннелли | Модуль упругости, ГПа |
|--------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|-----------------------|
| Sn                 | 63,1                                                                                               | 5,2             | 54                    |
| Bi                 | 8,4                                                                                                | 9,6             | 34,1                  |
| Zn                 | 113                                                                                                | 42              | 92,2                  |
| Cu                 | 385–406                                                                                            | 35              | 129                   |
| Fe                 | 73,3                                                                                               | 50              | 211                   |
| Mo                 | 158                                                                                                | 150             | 310–320               |

Таким образом, имитации алмаза материалом, содержащим металлические добавки или включения, можно распознать по характерному отсутствию плато на зависимостях  $\Delta U(F)$ , хотя величина сигнала  $\Delta U$  значительна. Дополнительным преимуществом является возможность применения этого метода для проводящих алмазоподобных структур микроэлектроники.

Представляет интерес вопрос о влиянии толщины  $l$  исследуемого образца и матрицы, в которую он вставлен (либо на какой подложке образец размещается при измерениях), на уровень выходного сигнала термопары, что особенно важно для пленочных структур. Другие линейные размеры образца в меньшей степени, чем толщина, влияют на  $\Delta U$ , поскольку их характерные размеры обычно больше толщины и много больше размеров поверхностного теплового источника (наконечника). В качестве подложки использовались массивные бруски меди и фторопласта, а объектом были стекла различной толщины но одинаковой площади  $S = 10 \text{ мм} \times 5 \text{ мм} = 50 \text{ мм}^2$ . Выбор подложек обуславливался двумя предельными случаями коэффициентов теплопроводности по отношению к  $\chi$  стекла, а именно:  $\chi_{\text{Cu}} > \chi$  стекла и  $\chi$  фторопласта  $< \chi$  стекла. На рис.3 представлены типичные зависимости  $\Delta U$  от толщины стекла  $l$  при фиксированной мощности нагревателя  $P$  для двух массивных подложек из меди и фторопласта. Видно, что размерные эффекты для стекол практически исчезают при  $l \geq 1 \text{ мм}$ . Наличие зависимости  $\Delta U$  от толщины образца накладывает дополнительные ограничения на миниатюрность кристаллов при их идентификации по методу теплопроводности в датчиках, построенных по принципу "Diamond Probe".

1. Корнилов Н. И., Солодова Ю. П. Ювелирные камни. М., 1986.
2. Шепелевич В. Г. // Изв. АН СССР. Неорганические материалы. 1988. Т.24. №4. С.542.
3. Устройства автоматики и робототехники на эффекте Холла: Учебн. пособие / В.И.Прокошин, В.Г.Шепелевич, В.А.Ярмолович. Мн., 1991.
4. Справочник по триботехнике / Под ред. М.Хебды, А.В.Чичинадзе. М., 1989. Т.1.
5. Справочник по электротехническим материалам / Под ред. Ю.В.Корицкого, В.В.Пасынкова, Б.М.Тареева. Л., 1988. Т.3.

Поступила в редакцию 19.05.97.

УДК 621.315.592

П.И.ГАЙДУК, В.С.ТИШКОВ, С.Ю.ШИРЯЕВ, А.Н.ЛАРСЕН (ДАНИЯ), Ф.Ф.КОМАРОВ

## ЭВОЛЮЦИЯ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ В ИМПЛАНТИРОВАННЫХ МЫШЬЯКОМ СЛОЯХ $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

The transformation of structural defects in high-dose arsenic-implanted, epitaxially grown, relaxed  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  ( $x \leq 0,5$ ) during rapid thermal annealing (RTA) has been investigated by TEM as a function of the composition  $x$ . The formation of the monoclinic GeAs precipitates was revealed at high RTA temperature. The precipitates were found to be coexisted with dislocations in the alloys with  $x=0,15-0,25$  but not coexisted in the alloys with  $x=0,4-0,5$ . The three-dimensional defects of a new type (so called hair-like defects) were registered in the alloys with  $x=0,15-0,25$ . Such defects were not observed earlier in silicon and are supposed to be a result of comprehensive interaction between dislocations and GeAs precipitates.

Зависимость типа и концентрации дефектов структуры от стехиометрического состава сплавов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  после ионной имплантации ионов мышьяка и быстрого термического отжига (БТО) интересна по ряду причин. Во-первых, существуют серьезные различия в накоплении и отжиге дефектов в имплантированных слоях Si и Ge. Хорошо известно, что БТО аморфизованных при имплантации слоев Si сопровождается формированием мелких дислокационных петель (ДП) при  $700-800^\circ\text{C}$ , которые трансформируются в большие ДП и дислокации при  $900-1000^\circ\text{C}$  и полностью отжигаются при