

13,11

Структурные фазовые превращения при твердофазной реакции в тонких двухслойных пленках Al/Pt

© Р.Р. Алтунин¹, Е.Т. Моисеенко¹, С.М. Жарков^{2,1}

¹ Сибирский федеральный университет,
Красноярск, Россия

² Институт физики им. Л.В. Киренского ФИЦ КНЦ СО РАН,
Красноярск, Россия

E-mail: raltunin@gmail.com

(Поступила в Редакцию 20 декабря 2017 г.)

Методом *in situ* дифракции электронов исследована последовательность фаз, формирующихся в процессе твердофазной реакции в тонких двухслойных пленках Al/Pt. Показано, что первой в процессе твердофазной реакции, инициированной термическим нагревом, формируется аморфная фаза PtAl₂. В ходе дальнейшего нагрева последовательно формируются кристаллические фазы: PtAl₂, Pt₂Al₃, PtAl, Pt₃Al, что качественно согласуется с моделью эффективной теплоты формирования. Проведен количественный анализ содержания фаз, формирующихся в процессе реакции, исследованы структурные фазовые превращения.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 16-33-00475 мол_а).

DOI: 10.21883/FTT.2018.07.46130.352

1. Введение

Соединения с алюминием широко используются в микроэлектронной промышленности в качестве электроконтактов, металлизующих слоев, диффузионных барьеров, а также применяются для повышения устойчивости систем к электромиграции [1–3]. Интерметаллические соединения Al–Pt применяются в микроэлектронных устройствах [4,5], обладают эффектом памяти формы [6], могут использоваться в качестве огнеупорных сплавов [7,8] и в конструкциях солнечных элементов [9].

Надежность микроэлектронных устройств определяется стабильностью физико-химических свойств тонкопленочных систем, входящих в состав электронных компонентов. В связи с этим актуально исследование процессов твердофазных реакций, протекающих на границе раздела нанослоев различного состава. В результате твердофазной реакции образуются новые соединения с физико-химическими свойствами, отличными от свойств исходной тонкопленочной системы. Например, нагрев двухслойной тонкопленочной системы Al/Pt, используемой в устройствах сегнетоэлектрической оперативной памяти (FeRAM) [10,11], до 200–300°C приводит к выходу из строя этих устройств в результате образования на границе раздела между слоями алюминия и платины интерметаллических соединений.

Необходимо отметить, что экспериментально наблюдаемая фазовая последовательность при твердофазной реакции в тонких пленках Al/Pt не поддается описанию ни одной из современных теоретических моделей. Теоретические расчеты, проведенные в рамках моделей эффективной теплоты формирования (Effective Heat of

Formation, EHF) [12] и Walser–Bene [13], показывают, что первой в процессе твердофазной реакции должна формироваться фаза Pt₅Al₂₁. Однако, в экспериментальных работах [14,15] первой наблюдали формирование аморфной фазы PtAl₂, а в [16–19] — кристаллической фазы Pt₂Al₃. Анализ литературных данных показал, что большинство исследований твердофазных реакций в пленках Al/Pt сосредоточено на начальном этапе. Существует совсем немного работ, например [18,20], посвященных исследованию полной фазовой последовательности. Возможно, это связано с тем, что при твердофазных реакциях в системе Al–Pt формируется большое количество интерметаллических соединений, идентифицировать которые достаточно сложно [18]. Стоит отметить, что большинство исследований процессов твердофазных реакций в тонкопленочных системах Al/Pt проведено после длительного термического отжига при фиксированной температуре. В этом случае исследование фазового состава проводится только на определенных этапах эксперимента, что не позволяет определить точную последовательность фаз, формирующихся в процессе твердофазной реакции. Представляет интерес и тот факт, что в тонких пленках толщиной < 100 nm, в отличие от пленок толщиной >> 100 nm, формируются не все фазы, присутствующие на равновесной фазовой диаграмме [12].

Целью настоящей работы является установление последовательности образования фаз, формирующихся в процессе твердофазной реакции в тонких двухслойных пленках Al/Pt. Исследование проведено методом *in situ* дифракции электронов, что позволило изучить изменение фазового состава непосредственно в процессе твердофазной реакции.

2. Методы получения и исследования образцов

Тонкие двухслойные пленки Al/Pt, исследованные в настоящей работе, получены методом электронно-лучевого испарения на высоковакуумной установке MED-020 (Bal-Tec). Напыление производилось в вакууме при остаточном давлении $5 \cdot 10^{-5}$ Па. Контроль толщины пленок осуществляли при помощи кварцевого резонатора QSG-100, который позволяет контролировать интегральную толщину пленок с точностью до 0.01 nm. Толщины индивидуальных слоев алюминия и платины подбирали таким образом, чтобы получить атомное соотношение Al : Pt \approx 1 : 1. В качестве подложки использовали свежесколотый монокристалл NaCl, а также покровное стекло. Для напыления использовали материалы ADVENT [21] высокой степени чистоты: Pt (99.99%); Al (99.999%). Для проведения электронно-микроскопических исследований, пленки, напыленные на NaCl, отделяли от подложки в дистиллированной воде и высаживали на поддерживающие электронно-микроскопические сеточки, изготовленные из молибдена.

Микроструктура и элементный состав тонких пленок исследованы с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM-2100 (при ускоряющем напряжении 200 kV), оборудованного энергодисперсионным спектрометром Oxford Inca x-sight. Фазовый состав исследованных образцов определяли на основе анализа картин дифракции электронов, полученных методом микродифракции от областей диаметром \approx 0.1–1.0 μ m. Нагрев осуществляли непосредственно в колонне просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100 (базовый вакуум $1 \cdot 10^{-6}$ Па), используя специальный держатель образцов (Gatan Model 652 Double Tilt Heating Holder), предназначенный для контролируемого нагрева образцов от комнатной температуры до +1000°C. Этот метод был успешно использован для исследования процессов твердофазных реакций в тонкопленочных системах Fe/Pd [22,23], Fe/Si [24].

Экспериментально полученные картины дифракции электронов проанализированы с использованием программного комплекса Process Diffraction [25] с целью установления количественного содержания фаз, формирующихся в процессе твердофазной реакции. Как показано в работе [25], относительная погрешность определения содержания отдельной фазы при помощи данного программного комплекса составляет $\pm 10\%$. Абсолютная интенсивность дифракционных рефлексов рассчитана теоретически при помощи программного пакета Endeavour [26].

3. Экспериментальные результаты

Получена серия тонких двухслойных пленок Al/Pt с суммарной толщиной до 50 nm. Электронно-микроскопические исследования пленок Al/Pt в исходном

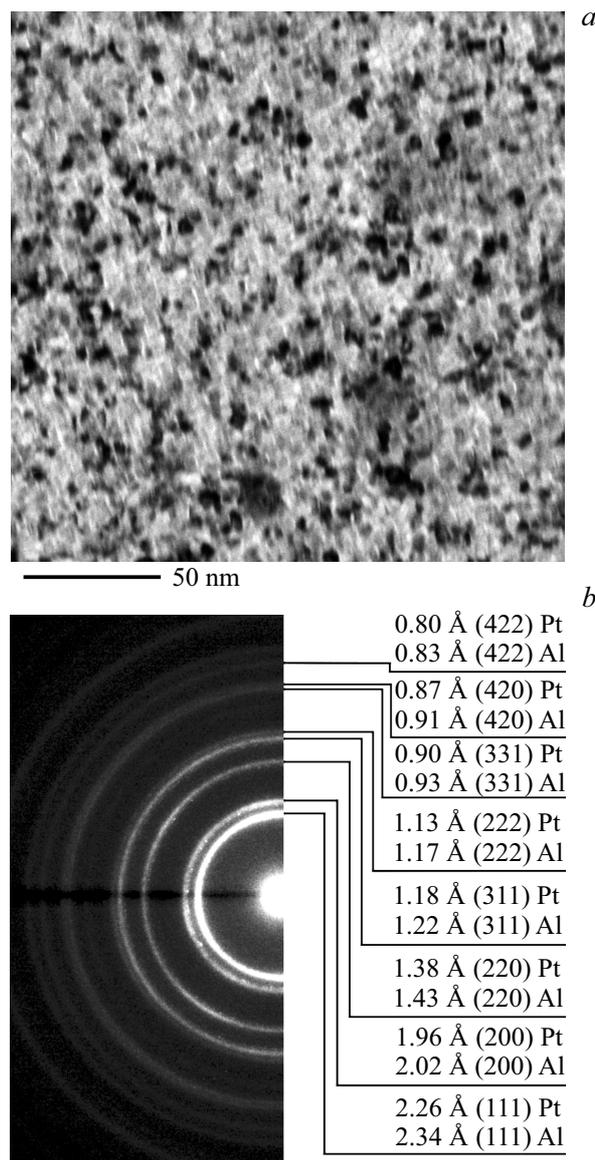


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение (а) и картина дифракции электронов (b), полученные от пленки Al/Pt в исходном состоянии.

состоянии показали, что размер кристаллитов платины составлял 4–6 nm, размер кристаллитов алюминия — 5–20 nm (рис. 1, а). Картина дифракции электронов (рис. 1, b), полученная от пленки в исходном состоянии, содержит дифракционные рефлексы, принадлежащие гранецентрированным кубическим (ГЦК) фазам: Al (пространственная группа $Fm\bar{3}m$, параметр решетки $a = 4.05$ Å) и Pt (пространственная группа $Fm\bar{3}m$, параметр решетки $a = 3.91$ Å).

С целью получения информации о процессах фазообразования при твердофазной реакции проведена серия нагревов пленок Al/Pt от комнатной температуры до 500°C со скоростью 10°C/min. Одновременно с нагревом образца производили регистрацию картин дифрак-

Структурные фазовые превращения при твердофазной реакции в тонких двухслойных пленках Al/Pt

Фаза	Температура, °C								
	25–269	270–287	288–300	301–349	350–389	390–429	430–459	460–497	498–500
Al	+	+	+						
Pt	+	+	+	+	+	+			
PtAl ₂ (аморфная)		+	+						
PtAl ₂			s	s	s	s	s		
Pt ₂ Al ₃			+	+	+	+	+	+	s
PtAl					+	+	+	+	+
Pt ₅ Al ₃						?			
Pt ₂ Al						?			
Pt ₃ Al						s	+	+	s

Примечание. Символ „+“ означает, что фаза присутствует в пленке лишь в небольшом количестве (< 10 wt.%). Символ „s“ означает, что присутствие фазы не исключено.

ции электронов со скоростью четыре кадра в минуту, таким образом, один кадр соответствовал изменению температуры образца на 2.5°C. Анализ картин дифракции электронов позволил изучить изменение фазового состава пленок. В таблице представлена информация о фазах, формирующихся в пленке в процессе твердофазной реакции.

Начало твердофазной реакции между нанослоями алюминия и платины регистрировали при температуре ≈ 270°C, что сопровождалось появлением диффузных гало слабой интенсивности на картинах дифракции электронов. Наблюдаемые гало соответствуют межплоскостным расстояниям ≈ 3.4 Å, ≈ 2.9 Å и ≈ 2.1 Å, которые могут быть приписаны дифракционным рефлексам $d(111) = 3.41$ Å, $d(200) = 2.95$ Å и $d(220) = 2.09$ Å фазы PtAl₂ (пространственная группа $Fm\bar{3}m$, параметр решетки $a = 5.91$ Å). Это согласуется с результатами работ [14,15], в которых показано, что твердофазная реакция в пленках Al/Pt начинается с образования аморфной фазы, элементный состав которой близок к PtAl₂.

При температуре 288°C на картине дифракции электронов наблюдали появление дифракционных рефлексов слабой интенсивности, соответствующих кристаллической фазе PtAl₂: $d(111) = 3.41$ Å, $d(220) = 2.09$ Å и $d(311) = 1.78$ Å, это свидетельствует о начале перехода данной фазы из аморфного в кристаллическое состояние. При $T = 291$ °C отмечали появление дифракционных рефлексов фазы Pt₂Al₃ (пространственная группа $P\bar{3}m1$; параметры решетки: $a = 4.21$ Å, $c = 5.17$ Å): $d(001) = 5.17$ Å, $d(101) = 2.98$ Å и $d(012) = 2.11$ Å. При температуре 350°C наблюдали появление рефлексов фазы PtAl (пространственная группа $Pm\bar{3}m$, параметр решетки $a = 3.04$ Å), а при 390°C рефлексов фазы Pt₃Al (пространственная группа $Pm\bar{3}m$, $a = 3.87$ Å).

Электронно-микроскопические исследования тонких пленок Al/Pt после нагрева до 500°C показали, что пленки состоят из кристаллитов со средним размером ≈ 15–25 nm (рис. 2, а). Картина дифракции электронов (рис. 2, б), полученная после нагрева пленки до 500°C,

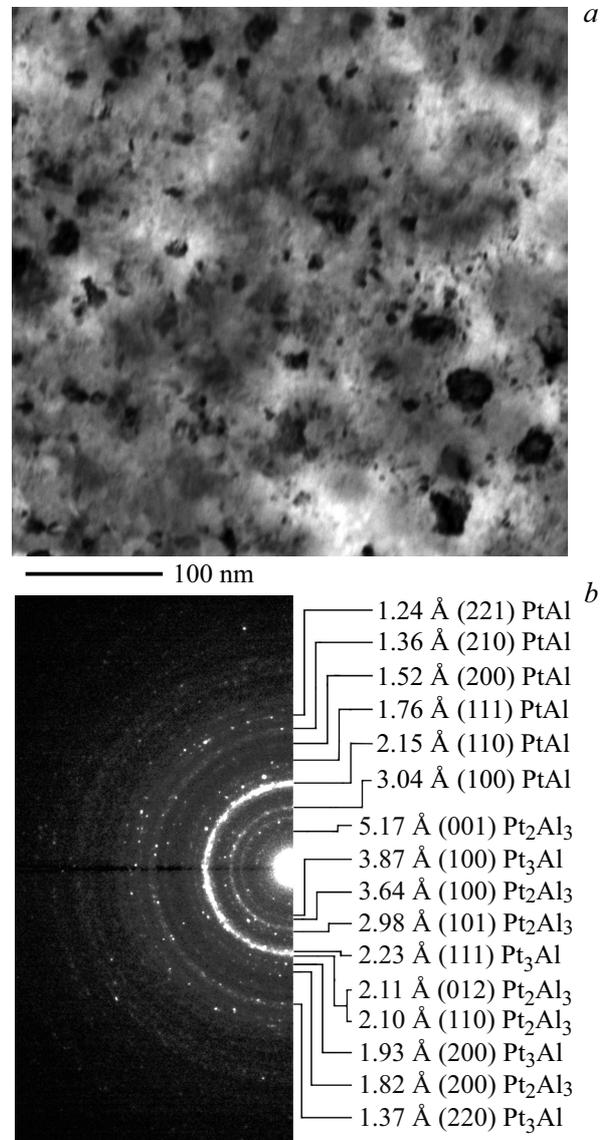


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение (а) и картина дифракции электронов (б), полученные от пленки Al/Pt после нагрева до 500°C.

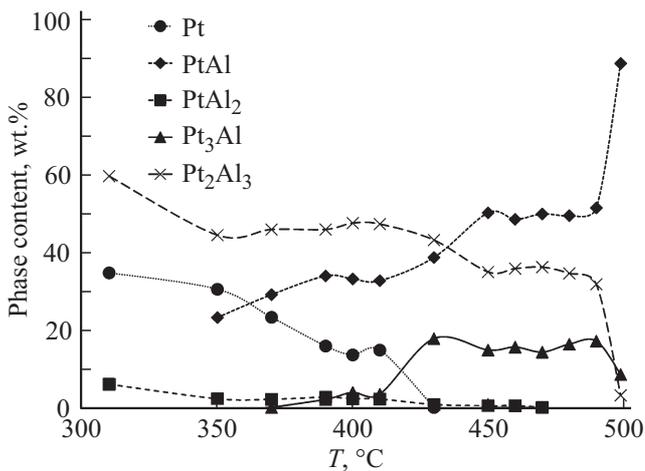


Рис. 3. Изменение фазового состава при твердофазной реакции в пленках Al/Pt (wt.%).

содержит дифракционные рефлексы фаз: PtAl, Pt₂Al₃, Pt₃Al. При этом суммарное содержание фаз Pt₂Al₃ и Pt₃Al составляет менее 10 wt.%.

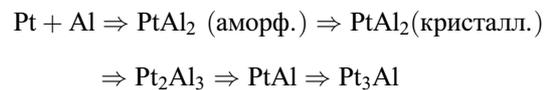
С целью исследования структурно-фазовых превращений проведен количественный анализ содержания фаз, формирующихся в процессе твердофазной реакции. Необходимо отметить, что количественная оценка содержания фазы ГЦК алюминия на основании анализа интенсивности дифракционных рефлексов на картинах дифракции электронов затруднена из-за того, что параметры кристаллических решеток ГЦК алюминия и платины отличаются всего на 3.5%, поэтому соответствующие им дифракционные рефлексы расположены достаточно близко друг к другу. При этом абсолютная интенсивность дифракционных рефлексов ГЦК алюминия почти на порядок меньше интенсивности аналогичных рефлексов платины (для Al $I_{abs}(111) = 509$, для Pt $I_{abs}(111) = 4856$). Вследствие приведенных выше причин становится невозможной количественная оценка содержания фазы ГЦК алюминия в присутствии ГЦК платины. Поэтому, до тех пор пока в образце присутствует фаза ГЦК алюминия ($\approx 300^\circ\text{C}$), невозможно проведение количественного анализа содержания формирующихся фаз.

Количественный анализ содержания фаз, формирующихся в процессе твердофазной реакции, проведен в температурном диапазоне от 310 до 500°C. На рис. 3 представлено изменение фазового состава в процессе твердофазной реакции в пленках Al/Pt, содержание индивидуальных фаз приведено в весовых процентах. Необходимо отметить, что количественный анализ становится возможным только после того, как дифракционные рефлексы формирующихся фаз достигнут достаточной интенсивности. В случае фазы PtAl абсолютная интенсивность дифракционного рефлекса, обладающего максимальной интенсивностью, $I_{abs}(110) = 709$, что значительно меньше абсолютной интенсивности рефлек-

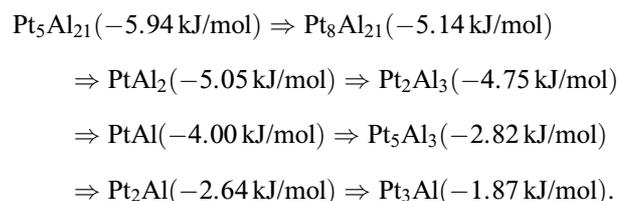
сов: Pt — $I_{abs}(111) = 4856$, PtAl₂ — $I_{abs}(220) = 16148$, Pt₂Al₃ — $I_{abs}(110) = 1682$, также обладающих максимальной интенсивностью для данных фаз. При этом дифракционные рефлексы фаз PtAl, ГЦК платины, Pt₂Al₃ и PtAl₂, обладающие максимальной интенсивностью, расположены на картине дифракции электронов достаточно близко друг к другу. Поэтому не удастся определить точную температуру начала формирования фазы PtAl, а анализ содержания данной фазы становится возможным только при достижении температуры 350°C (см. рис. 3), когда содержание фазы PtAl составляет ≈ 20 wt.%.

4. Обсуждение

На основании анализа полученных экспериментальных результатов установлено, что в процессе твердофазной реакции в тонких двухслойных пленках Al/Pt интерметаллические соединения формируются в следующей последовательности (см. таблицу):



Показано, что в тонких двухслойных пленках Al/Pt в процессе нагрева при достижении температуры $\approx 270^\circ\text{C}$ начинается формирование аморфной фазы PtAl₂. В экспериментальных работах [14,15] в процессе твердофазной реакции первой формируется аморфная фаза PtAl₂ при нагреве до температуры 200°C [15] и 300°C [14], в работах [16–19] первой формируется кристаллическая фаза Pt₂Al₃ после отжига при температуре 200–300°C. Однако, как было показано ранее, формирование фазы PtAl₂ в качестве первой фазы не согласуется с теоретическими расчетами моделей ЕНФ [12] и Walser–Vene [13], которые предсказывают, что в процессе твердофазной реакции на границе раздела Al/Pt первой должна формироваться фаза Pt₅Al₂₁. Необходимо отметить, что модель ЕНФ [12], в отличие от модели Walser–Vene [13], учитывает кинетические (эффективная концентрация) и термодинамические (теплота формирования) параметры, что позволяет ей предсказывать не только первую фазу, но и полную фазовую последовательность. Последовательность формирования фаз в процессе твердофазной реакции, согласно модели ЕНФ, выглядит следующим образом (в скобках приведены значения эффективной теплоты формирования для данной фазы) [12]



Фазы с наименьшей эффективной теплотой формирования должны формироваться раньше остальных.

Фазы Pt_5Al_{21} и Pt_8Al_{21} имеют наименьшие значения эффективной теплоты формирования, однако, как показано в работе [12], из-за существования нуклеационного барьера формирование данных фаз в тонких пленках может быть затруднено. Возможно, поэтому в настоящей работе первой наблюдается образование фазы $PtAl_2$, формирующейся в аморфном состоянии. В ходе дальнейшего нагрева практически одновременно формируются кристаллические фазы $PtAl_2$ и Pt_2Al_3 , что объясняется небольшой разницей ($\approx 6\%$) значений эффективной теплоты формирования данных фаз (соответственно -5.05 и -4.75 kJ/mol). Подобное явление наблюдали ранее при твердофазной реакции в тонких пленках Al/Au [27]: значительный рост интерметаллических соединений Al_2Au_5 и $AlAu_2$ начинался практически одновременно, что также связано с минимальной разницей значений эффективной теплоты формирования (соответственно -20.0 и -19.8 kJ/mol). Последовательное формирование фаз $Pt_2Al_3 \Rightarrow PtAl \Rightarrow Pt_3Al$, наблюдаемое в настоящей работе в процессе твердофазной реакции, соответствует фазовой последовательности, полученной в работе [18], и объясняется увеличением эффективной теплоты формирования фаз $Pt_2Al_3 (-4.75$ kJ/mol) $\Rightarrow PtAl (-4.00$ kJ/mol) $\Rightarrow Pt_3Al (1.87$ kJ/mol).

Количественный анализ содержания фаз в процессе твердофазной реакции показал, что в температурном диапазоне $310-410^\circ\text{C}$ происходит уменьшение содержания фаз ГЦК платины, Pt_2Al_3 и $PtAl_2$ (см. рис. 3). Также на этом этапе происходит образование фазы $PtAl$, однако из-за слабых абсолютных интенсивностей дифракционных рефлексов данной фазы ее однозначная идентификация становится возможной только при достижении температуры 350°C . Увеличение содержания фазы $PtAl$ в температурном диапазоне $310-410^\circ\text{C}$ происходит за счет снижения содержания фаз Pt_2Al_3 , $PtAl_2$ и ГЦК платины. В ходе дальнейшего нагрева увеличение содержания фазы $PtAl$ происходит преимущественно за счет уменьшения содержания фазы Pt_2Al_3 в температурном диапазоне $410-500^\circ\text{C}$ и фазы Pt_3Al в температурном диапазоне $490-500^\circ\text{C}$. Дальнейший отжиг при температуре 500°C в течение 30 min привел лишь к незначительному увеличению содержания фазы $PtAl$.

Таким образом, в температурном диапазоне $350-500^\circ\text{C}$ происходит структурное фазовое превращение $Pt_2Al_3 \Rightarrow PtAl$, а в температурном диапазоне $490-500^\circ\text{C}$ — $Pt_3Al + Pt_2Al_3 \Rightarrow PtAl$. Количественный анализ содержания фаз (рис. 3) показал, что в температурном диапазоне $410-430^\circ\text{C}$ увеличение содержания фазы Pt_3Al происходит за счет структурного фазового превращения $Pt + PtAl \Rightarrow Pt_3Al$, одновременно происходит структурное фазовое превращение $Pt_2Al_3 \Rightarrow PtAl$, обеспечивая увеличение содержания фазы $PtAl$.

Стоит отметить, что в настоящей работе в процессе твердофазной реакции не обнаружено формирование следующих интерметаллических соединений: Pt_5Al_{21} , Pt_8Al_{21} , Pt_5Al_3 и Pt_2Al . Отсутствие фаз Pt_5Al_{21} и Pt_8Al_{21}

можно объяснить с точки зрения существования нуклеационных барьеров [12]. Что касается фаз Pt_5Al_3 и Pt_2Al , то, согласно модели ЕНФ, они должны формироваться раньше, чем Pt_3Al , однако основные дифракционные рефлексы всех трех фаз совпадают. Различить их можно только в том случае, когда они присутствуют в достаточном количестве и на картине дифракции электронов наблюдается полный набор рефлексов. В температурном диапазоне от 390°C до 429°C наблюдаются дифракционные рефлексы слабой интенсивности, которые могут соответствовать как одной из фаз Pt_3Al , Pt_5Al_3 , Pt_2Al , так и их смеси. И только при достижении 430°C можно однозначно утверждать, что в пленке присутствует фаза Pt_3Al с содержанием ≈ 18 wt.%.

5. Заключение

Исследованы структурные фазовые превращения и установлена последовательность формирования фаз в процессе твердофазной реакции в тонких двухслойных пленках Al/Pt (суммарная толщина до 50 nm, атомное соотношение Al : Pt $\approx 1 : 1$). Исследование проведено методом *in situ* дифракции электронов непосредственно в процессе твердофазной реакции, инициированной термическим нагревом в колонне просвечивающего электронного микроскопа. Показано, что при температуре $\approx 270^\circ\text{C}$ в результате реакции между слоями алюминия и платины первой формируется аморфная фаза $PtAl_2$. В ходе дальнейшего нагрева последовательно формируются кристаллические фазы $PtAl_2$, Pt_2Al_3 , $PtAl$, Pt_3Al , что качественно согласуется с моделью эффективной теплоты формирования. Проведен количественный анализ содержания фаз, формирующихся в процессе твердофазной реакции. Показано, что в температурном диапазоне $310-410^\circ\text{C}$ происходит образование фазы $PtAl$ за счет снижения содержания фаз ГЦК платины, Pt_2Al_3 и $PtAl_2$. В температурном диапазоне $410-430^\circ\text{C}$ за счет структурного фазового превращения $Pt + PtAl \Rightarrow Pt_3Al$ происходит увеличение содержания фазы Pt_3Al , одновременно происходит структурное фазовое превращение $Pt_2Al_3 \Rightarrow PtAl$, обеспечивая увеличение содержания фазы $PtAl$. В ходе дальнейшего нагрева увеличение содержания фазы $PtAl$ (до ≈ 90 wt.%) происходит за счет уменьшения содержания фаз Pt_2Al_3 и Pt_3Al .

Список литературы

- [1] E.G. Colgan. Mater. Sci. Rep. **5**, 1 (1990).
- [2] The Chemistry of Metal CVD / Eds T.T. Kodas, M.J. Hampden-Smith. John Wiley&Sons (2008). 562 p.
- [3] А.С. Рогачев. Успехи химии **77**, 22 (2008).
- [4] D.P. Adams. Thin Solid Films **576**, 98 (2015).
- [5] B.K. Crone, I.H. Campbell, P.S. Davids, D.L. Smith, C.J. Neef, J.P. Ferraris. J. Appl. Phys. **86**, 5767 (1999).
- [6] T. Biggs, M.B. Cortie, M.J. Witcomb, L.A. Cornish. Platin. Met. Rev. **47**, 142 (2003).

- [7] R. Volkl, Y. Yamabe-Mitarai, C. Huang, H. Harada. *Met. Mater. Trans. A* **36**, 2881 (2005).
- [8] W.S. Walston. *Proc. X Int. Symp. Superalloys-2004* / Ed. K.A. Green, T.M. Pollock, H. Harada, T.E. Howson, R.C. Reed, J.J. Schirra, S. Walston, 579 (2004).
- [9] Y. Noh, O. Song. *Korean J. Met. Mater.* **52**, 61 (2014).
- [10] K.W. Cho, T.W. Hong, S.Y. Kweon, S.K. Choi. *Korean J. Mater. Res.* **14**, 688 (2004).
- [11] Y.S. Hwang, J.W. Lee, S.Y. Lee, B.J. Koo, D.J. Jung, Y.S. Chun, M.H. Lee, D.W. Shin, S.H. Shin, S.E. Lee, B.H. Kim, N.S. Kang, K.N. Kim. *Jpn. J. Appl. Phys.* **37**, 1332 (1998).
- [12] R. Pretorius, T.K. Marais, C.C. Theron. *Mater. Sci. Rep.* **10**, 1 (1993).
- [13] R.W. Bene. *Appl. Phys. Lett.* **41**, 529 (1982).
- [14] P. Gas, C. Bergman, G. Clugnet, P. Barna, A. Kovacs, J. Labar. *Defect Diffus. Forum* **194–199**, 807 (2001).
- [15] J.L. Labar, A. Kovacs, P.B. Barna. *J. Appl. Phys.* **90**, 6545 (2001).
- [16] X.A. Zhao, E. Ma, H.Y. Yang, M.A. Nicolet. *Thin Solid Films* **153**, 379 (1987).
- [17] E. Ma, M.A. Nicolet. *Phys. Status Solidi A* **110**, 509 (1988).
- [18] E.G. Colgan. *J. Appl. Phys.* **62**, 1224 (1987).
- [19] M. Nastasi, L.S. Hung, J.W. Mayer. *Appl. Phys. Lett.* **43**, 831 (1983).
- [20] S.P. Murarka, I.A. Blech, H.J. Levinstein. *J. Appl. Phys.* **47**, 5175 (1976).
- [21] ADVENT Research Materials Ltd, Oxford, U.K., www.advent-rm.com.
- [22] С.М. Жарков, Е.Т. Моисеенко, Р.Р. Алтунин, Н.С. Николаева, В.С. Жигалов, В.Г. Мягков. *Письма в ЖЭТФ* **99**, 472 (2014).
- [23] Е.Т. Моисеенко, Р.Р. Алтунин, С.М. Жарков. *ФТТ* **59**, 1208 (2017).
- [24] S.M. Zharkov, R.R. Altunin, E.T. Moiseenko, G.M. Zeer, S.N. Varnakov, S.G. Ovchinnikov. *Solid State Phenom.* **215**, 144 (2014).
- [25] J.L. Labar. *Microsc. Microanal.* **15**, 20 (2009).
- [26] H. Putz, J.C. Schön, M. Jansen. *J. Appl. Crystallogr.* **32**, 864 (1999).
- [27] G. Majni, C. Nobili, G. Ottaviani, M. Costato. *J. Appl. Phys.* **52**, 4047 (1981).

Редактор Е.Ю. Флегонтова