

УДК 541.183.5

©1995

ФОРМИРОВАНИЕ МЕЖФАЗОВОЙ ГРАНИЦЫ Eu-Si (111)

M.B.Кузьмин, M.B.Логинов, M.A.Митцев, T.B.Крачина

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург
(Поступила в Редакцию 12 августа 1994 г.)

Методами термодесорбционной спектроскопии и модуляции потока исследованы начальные стадии формирования межфазовой границы Eu-Si (111). Изучены термодесорбционные спектры для различных доз Eu, напыленных на подложку. Показано, что формирование поверхностной пленки происходит по механизму Странского-Крастанова с образованием поверхностного силицида Eu. Измерены энергия активации десорбции Eu с поверхности Si (4.2 eV) и энергия активации разложения силицида (3.5 eV).

В последнее время проявляется значительный интерес к изучению взаимодействия атомов редкоземельных металлов (РЗМ) с поверхностью полупроводников, в частности с традиционно привлекающей внимание исследователей поверхностью Si (111) [1]. Интерес этот вызван целым рядом причин. Во-первых, на межфазовой границе (МФГ) РЗМ-Si в силу высокой химической активности РЗМ уже при низких температурах подложки возможно образование пленок упорядоченных силицидов РЗМ, обладающих особыми физико-химическими свойствами: высокой термической стабильностью, большой термо- и электропроводностью. Такие пленки могут оказаться перспективными с точки зрения использования их в микроэлектронике при создании больших интегральных схем [2]. Во-вторых, на МФГ РЗМ-Si (111) в некоторых случаях формируется очень низкий барьер Шоттки ($<0.4\text{ eV}$ [1]), что позволяет использовать такие системы для создания оптоэлектронных приборов, работающих в инфракрасной области излучения. В-третьих, при нанесении субмонослойных покрытий РЗМ на поверхность кремния возможна ее реконструкция, зависящая от природы адсорбата и условий его нанесения. На это указывают многочисленные литературные данные (например, [3]). Реконструкция поверхности подложки может оказывать существенное влияние на формирование МФГ, а также приводить к образованию поверхностных структур с неизвестными ранее свойствами. Поэтому исследование самых ранних стадий формирования МФГ РЗМ-Si является важным.

Самостоятельный интерес представляет вопрос о влиянии заполнения 4f-электронной оболочки на процессы взаимодействия атомов РЗМ с атомами Si.

Изучению формирования МФГ РЗМ-Si, в том числе и для системы Eu-Si, посвящено значительное количество работ. Достаточно полную из библиографии, за исключением работ, выполненных в самые последние годы [4], можно найти в [1]. Подавляющее большинство исследований проведено методами ультрафиолетовой фотоэлектронной спектроскопии (УФЭС), рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) и дифракции медленных электронов (ДМЭ). Их использование позволило получить информацию о химическом взаимодействии РЗМ с поверхностью Si, о процессах формирования электронной и геометрической структуры МФГ. Было установлено, в частности, наличие критической величины поверхностного покрытия РЗМ, после достижения которой происходит образование химических соединений — силицидов РЗМ.

Однако указанный набор методов не дает возможности получить данные, например, об энергетике поверхностных процессов. Не изучена кинетика адсорбции и десорбции РЗМ, а также кинетика образования и разложения силицидов. Настоящая работа является попыткой восполнить этот пробел.

1. Методика эксперимента

Эксперименты были выполнены на комплексной экспериментальной установке, собранной на основе сверхвысоковакуумной камеры УСУ-4 с базовым давлением порядка $1 \cdot 10^{-10}$ Торр. Схема установки представлена на рис. 1. Камера была оснащена оже-электронным спектрометром 0.9-ИОСЗ с анализатором типа цилиндрическое зеркало, 90° магнитным масс-спектрометром со сдвоенным источником ионов [5], а

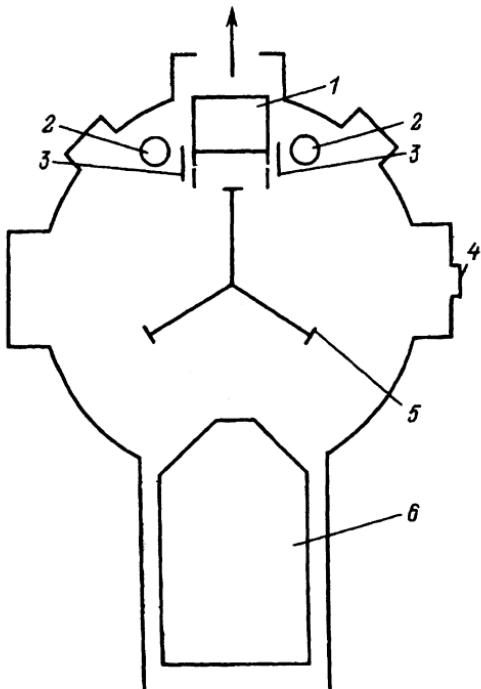


Рис. 1. Схема экспериментальной камеры.

1 — ионный источник, 2 — испаритель, 3 — заслонка, 4 — смотровое окно, 5 — держатель образцов, 6 — анализатор оже-спектра. Стрелка показывает направление к масс-анализатору.

также манипулятором, снабженным тремя держателями образцов. При масс-спектрометрическом анализе частиц сложного состава применялся источник с ионизацией электронным ударом, а для регистрации потоков атомов РЗМ — источник с поверхностной ионизацией.

Адсорбат испарялся из tantalовой ампулы, нагреваемой излучением tantalовой ленты. Калибровка интенсивности потока адсорбата, падающего на поверхность подложки, проводилась по известным [6] термодесорбционным (ТД) спектрам для адсорбционной системы Eu-W (100). Для этого в качестве одного из образцов использовались текстурированные вольфрамовые ленты, имевшие преимущественный выход на поверхность грани (100).

Исследовавшиеся образцы Si (111) в виде монокристаллических ленточек размером $40 \times 2 \times 0.3$ мм вырезались из легированных фосфором кремниевых пластин *n*-типа. Первоначальная очистка образцов проводилась путем прогрева их в вакууме до температур порядка 1500–1550 K в течение нескольких минут. Нагрев образцов в экспериментах осуществлялся прямым пропусканием через них постоянного тока. Температура измерялась с помощью оптического пирометра, а регистрировалась по току накала.

Чистота поверхности образцов контролировалась с помощью оже-спектрометра. Единственной трудноудаляемой зарегистрированной примесью на поверхности подложек был углерод. При оценке процентного содержания примеси углерода на поверхности предполагалось, что эффективная глубина выхода оже-электронов *LLV*-пика кремния (92 eV) равна двум моноатомным слоям. Элементные чувствительности для Si (*LLV*-пик) и C (*KLL*) соотносятся как 3:1. Исходя из этого можно считать, что при отношении амплитуд этих пиков в оже-спектрах 500:1 содержание углерода на поверхности составляет примерно 0.01 монослоя. По проведенным таким образом оценкам уровень загрязнения поверхности образцов углеродом в наших опытах изменялся от примерно 0.05 монослоя после предварительной очистки в вакууме до 0.01 монослоя после проведения экспериментов.

Наличие масс-спектрометра позволило использовать в исследованиях методы термодесорбционной спектроскопии (ТДС) [7] и модуляции потока (МП) [8]. Метод МП, подробно описанный ранее [5,8], заключается в следующем: на поверхность подложки, находящейся при некоторой выбранной, достаточно высокой температуре T_0 , направляется поток атомов адсорбата ν_0 и регистрируется поток ν -атомов, десорбирующихся с поверхности в процессе роста пленки. Такие зависимости могут регистрироваться как в координатах $\nu-t$, где t — время, так и в координатах $\nu-N$, где N — концентрация адсорбата. Подобные зависимости будем называть прямыми. То же самое можно делать, прерывая поток адсорбата на поверхность после достижения некоторого покрытия поверхности подложки адсорбатом. В этом случае регистрируется поток частиц, десорбирующихся в процессе испарения адсорбированного слоя (обратные зависимости). Из получаемых кривых можно извлечь информацию о временах жизни адсорбата на поверхности, об энергетических характеристиках напыляемой пленки, о кинетике ее роста и испарения.

Напыление адсорбата в наших экспериментах производилось на одну (лицевую) сторону подложки, поэтому диффузия адсорбата на обратную сторону подложки могла вносить существенные ошибки в по-

лучаемые результаты. Наличие такой диффузии при различных значениях температуры подложки и при различных степенях поверхностных покрытий было проверено экспериментально. Проверка осуществлялась путем сравнения значений поверхностных покрытий, получавшихся при регистрации прямых и обратных зависимостей МП при одних и тех же температурах подложки. При наличии диффузии на обратную сторону значения поверхностных покрытий, получаемых при регистрации прямых зависимостей, должны были быть больше, чем при регистрации обратных. Оказалось, что во всем диапазоне исследованных температур и покрытий такая диффузия либо отсутствует, либо имеет пренебрежимо малую величину.

2. Результаты измерений и их обсуждение

Как указывалось выше, при напылении атомов РЗМ на поверхность кремния происходит образование химических соединений РЗМ-Si. Поэтому можно ожидать испарения с поверхности подложек молекул этих соединений. Для проверки этой гипотезы был проведен контроль десорбции с поверхности соединений Eu и Si различного стехиометрического состава (EuSi , EuSi_2 [9] и др.). В широком диапазоне температур подложки и концентраций адсорбированных атомов такой десорбции обнаружено не было. Однако в процессе экспериментов нами были обнаружены некоторые изменения в структуре ТД спектров, происходившие при многократном напылении Eu. Изменения эти, не очень значительные, но тем не менее заметные, носили необратимый характер. Такая эволюция спектров свидетельствует об изменении свойств поверхности в процессе проведения экспериментов. Причинами этого, видимо, может быть испарение материала подложки, вызванное как высокотемпературным ее прогревом, так и инициированное взаимодействием атомов Eu с поверхностью при высоких температурах.

Все приведенные ниже результаты, если это специально не оговаривается, получены на самых ранних стадиях работы с образцами, когда не происходило заметного изменения свойств поверхности.

На рис. 2 представлены ТД спектры для различных степеней покрытия поверхности Eu. Напыление адсорбата при получении этих спектров велось при комнатной температуре подложки. Как видно из рис. 2,а, до концентраций адсорбата порядка $5 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ (кривые 1-4) в спектрах наблюдается лишь один десорбционный максимум α , характерной особенностью которого является большая его ширина.

При увеличении концентрации адсорбата $N > 5 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ (кривые 5, 6 на рис. 2,а) в ТД спектрах появляется дополнительный десорбционный максимум β . В спектрах РФЭС, по данным работы [4], при этих концентрациях проявляется дополнительная компонента, обусловленная атомами Si, образовавшими химическую связь с атомами адсорбата.

При концентрации адсорбата $N > 7 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ в ТД спектрах регистрируется еще один низкотемпературный десорбционный максимум γ , который неограниченно растет и при больших покрытиях (рис. 2,б) становится доминирующим. Следует отметить, что в этой же области поверхностных концентраций Eu в спектрах РФЭС [4] возникает и растет компонента, появление которой авторы этой работы связывают с образованием на поверхности подложки силицида европия.

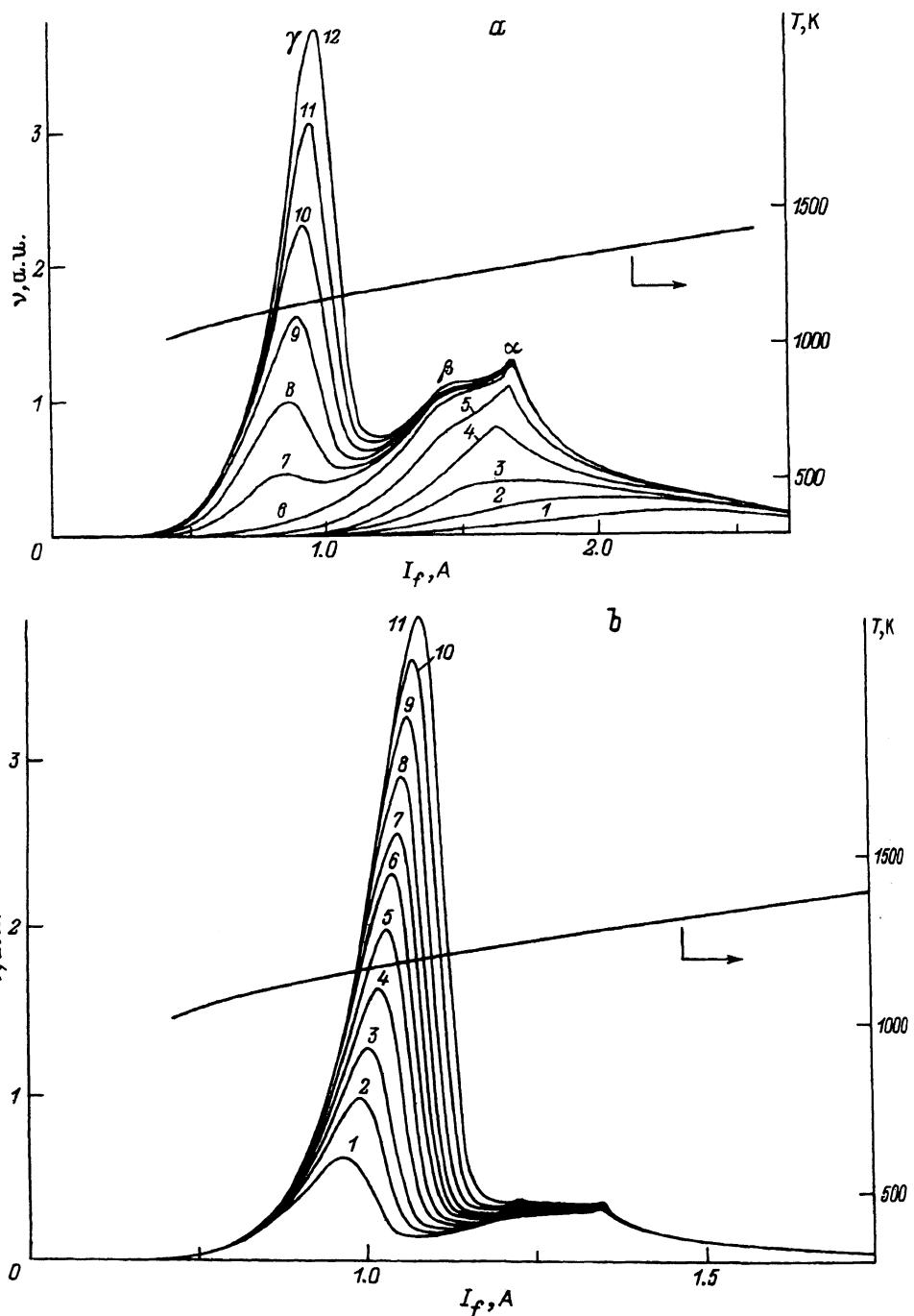


Рис. 2. Спектры ТДС для системы Eu/Si (111).

Пленка наносилась при комнатной температуре подложки. а) $N (\text{cm}^{-2})$: 1 — $1.2 \cdot 10^{14}$, 2 — $2.4 \cdot 10^{14}$, 3 — $3.6 \cdot 10^{14}$, 4 — $4.8 \cdot 10^{14}$, 5 — $6.0 \cdot 10^{14}$, 6 — $7.2 \cdot 10^{14}$, 7 — $8.4 \cdot 10^{14}$, 8 — $9.6 \cdot 10^{14}$, 9 — $1.08 \cdot 10^{15}$, 10 — $1.2 \cdot 10^{15}$, 11 — $1.32 \cdot 10^{15}$, 12 — $1.44 \cdot 10^{15}$. б) $N (\text{cm}^{-2})$: 1 — $1.2 \cdot 10^{15}$, 2 — $1.44 \cdot 10^{15}$, 3 — $1.68 \cdot 10^{15}$, 4 — $1.90 \cdot 10^{15}$, 5 — $2.15 \cdot 10^{15}$, 6 — $2.4 \cdot 10^{15}$, 7 — $2.64 \cdot 10^{15}$, 8 — $2.88 \cdot 10^{15}$, 9 — $3.12 \cdot 10^{15}$, 10 — $3.36 \cdot 10^{15}$, 11 — $3.60 \cdot 10^{15}$.

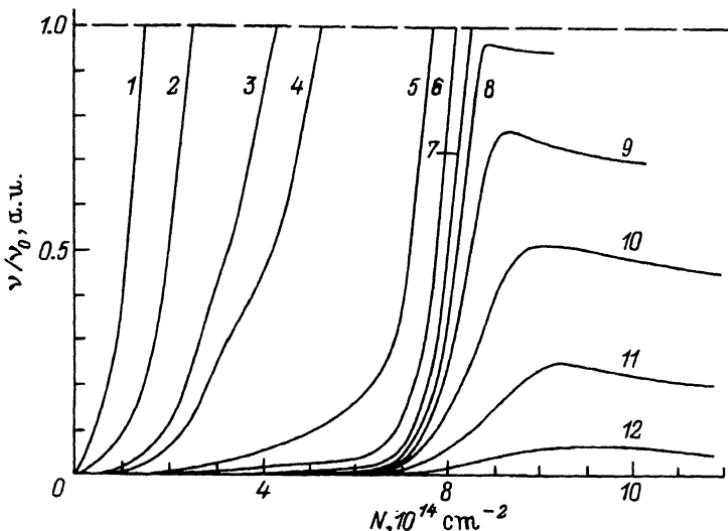


Рис. 3. Прямые изотермические зависимости десорбирующегося потока атомов Eu при напылении их на поверхность Si (111).

$\nu_0 = 1.2 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$, T_0 (К): 1 — 1348, 2 — 1290, 3 — 1242, 4 — 1225;

$\nu_0 = 4.5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$, T_0 (К): 5 — 1205, 6 — 1170, 7 — 1150, 8 — 1125, 9 — 1105, 10 — 1080, 11 — 1055, 12 — 1030.

Неограниченный рост максимума γ , а также корреляция его появления в ТД спектрах с появлением дополнительной составляющей в спектрах РФЭС позволяют идентифицировать его как максимум, обусловленный испарением Eu из поверхностного силицида. При высоких концентрациях адсорбата ($N > 2.4 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$) кинетика испарения на переднем фронте этого десорбционного максимума может быть описана уравнением нулевого порядка

$$\nu = K \exp(-E_d/kT), \quad (1)$$

где E_d — энергия активации разложения силицида. Это уравнение дает возможность определить величину E_d , что и было сделано в настоящей работе. Полученное значение $E_d = 3.55 \text{ eV}$ примерно на 1.7 eV выше значения теплоты сублимации металлического Eu (1.85 eV [10]).

Для выяснения влияния начальной температуры подложки T_0 на кинетику термодесорбции регистрировались ТД спектры для слоев Eu, нанесенных на подложку при повышенных T_0 . Оказалось, что эти спектры во всем интервале исследованных концентраций тождественны ТД спектрам адсорбированных слоев, нанесенных на подложку при комнатной температуре.

На рис. 3 представлены прямые зависимости $\nu = f(N)$, полученные методом МП. Зависимости эти обладают следующими характерными особенностями.

Во-первых, на них отсутствуют более или менее ярко выраженные ступени, что наблюдалось, например, для системы Cd-Ge [11]. Это свидетельствует об отсутствии предстояний при адсорбции Eu на поверхности Si (111).

Во-вторых, при относительно высоких температурах подложки и малых степенях покрытия поверхности (кривые 1-7) поток атомов Eu,

десорбирующихся с поверхности подложки, возрастает по мере увеличения покрытия до значения, равного потоку ν_0 , падающему на поверхность. Концентрация адсорбата при этом достигает некоторого равновесного значения N_0 , и рост пленки прекращается. Устанавливается состояние адсорбционного равновесия между адсорбированным слоем и падающим потоком. При понижении температуры подложки (кривые 8-12) наступает момент, когда такое равновесие не достигается ни при каких концентрациях напыленного на поверхность Eu. Происходит неограниченный рост пленки. Зависимости, соответствующие стадии неограниченного роста, проходят через максимум, положение которого на оси концентраций слабо изменяется с температурой от $8.8 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ при $T = 1125 \text{ К}$ до $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ при $T = 1055 \text{ К}$. При этих концентрациях адсорбата в ТД спектрах уже присутствует хорошо заметный силицидный пик γ (кривая 7 на рис. 2, а). Подобные зависимости МП наблюдались также для адсорбционных систем Cd-Ge (111) [11] и Bi-Si (110) [12].

Наличие максимумов на зависимостях МП свидетельствует о существовании барьера для начала роста силицидной пленки в этой адсорбированной системе. Такое поведение может быть интерпретировано в рамках классических теорий гетерогенного зародышеобразования [13, 14]. В соответствии с ними рост тонких пленок на поверхности проходит через стадию образования зародыша критического размера, который обладает максимальной свободной энергией. В рамках этих теорий поток, десорбирующийся с поверхности, должен иметь максимальное значение при концентрации адсорбата, при которой на поверхности возникают зародыши критического размера. После этого по мере разрастания зародышей десорбирующийся поток будет уменьшаться. Таким образом, в свете вышесказанного можно утверждать, что в области концентраций Eu порядка $(9-10) \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ на поверхности Si (111) создаются условия для возникновения и дальнейшего разрастания зародышей силицида критического размера. В пользу этой модели роста свидетельствует и тот факт, что при концентрациях адсорбата, соответствующих максимумам на переходных кривых рис. 3, в ТД спектрах отчетливо регистрируется силицидная фаза.

Следует отметить также еще одну особенность зависимостей МП, не нашедшую своего отражения в представленных графических результатах. В интервале поверхностных концентраций $N < 4 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ прямые и обратные зависимости МП совпадают между собой, что свидетельствует в пользу гомогенности адсорбированного слоя. При больших концентрациях возникает гистерезис, т.е. прямые и обратные зависимости перестают совпадать. Появление гистерезиса говорит о явном распаде адсорбированного слоя на несколько фаз [15].

Описанные результаты показывают, что процесс формирования границы раздела Eu-Si (111) можно четко разделить на две стадии: адсорбционную и стадию силицидообразования. Для первой из них полученные в настоящей работе ТД спектры, а также прямые и обратные зависимости МП дают возможность определить энергию активации десорбции атомов Eu с поверхности для различных N . Такие определения были проведены в интервале концентраций $3 \cdot 10^{13} < N < 3 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ путем анализа прямых зависимостей МП. Этот анализ основывался на двух предположениях. Во-первых предполагалось, что скорости

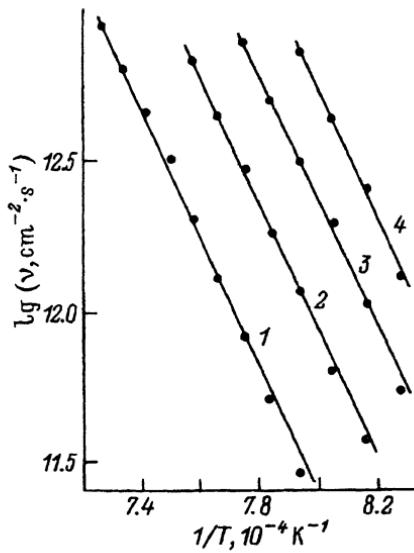


Рис. 4. Графики Аррениуса для ряда значений N концентраций атомов Eu на поверхности подложки.

$N(\text{cm}^{-2})$: 1 — $9.27 \cdot 10^{13}$, 2 — $1.55 \cdot 10^{14}$, 3 — $2.16 \cdot 10^{14}$, 4 — $2.78 \cdot 10^{14}$.

десорбции атомов Eu в этом интервале концентраций может быть описана кинетическим уравнением первого порядка

$$\nu = CN \exp(-E/kT), \quad (2)$$

где C — предэкспоненциальный множитель, E — энергия активации десорбции, N — концентрация занятых адсорбционных мест. Такое предположение равносильно допущению, что атомы Eu десорбируют с поверхности из одинаковых адсорбционных центров. Необходимость такого допущения вызвана тем, что на грани Si (111) имеются адсорбционные места различных типов, характеризующиеся своими значениями E и C . Поэтому в общем случае скорость десорбции необходимо записывать в виде суммы скоростей (2), каждый член которой имеет свой набор величин E , C и N . Очевидно, что анализировать экспериментальные результаты с помощью такого выражения достаточно сложно. В нашем случае основанием для первого предположения может служить то, что ТД спектры в рассматриваемом интервале концентраций содержат только один пик α .

Во-вторых, предполагается, что состояние поверхности подложки с нанесенной на нее пленкой Eu зависит от концентрации адсорбата, но практически не зависит от температуры при $N = \text{const}$. Последнее допущение не является очевидным, так как поверхность Si (111), как правило, реконструируется [3], а характер этой реконструкции может зависеть от температуры.

Семейства зависимостей, $\nu = f(N)_{T=\text{const}}$, подобные представленным на рис. 3, перестраивались при анализе экспериментальных результатов в зависимости $\lg \nu = f(1/T)_{N=\text{const}}$ для ряда значений N (так называемые графики Аррениуса), из наклона которых в соответствии с уравнением (2) определялась величина E для соответствующей концентрации N адсорбированных атомов. Примеры таких графиков представлены на рис. 4. Следует отметить, что при всех N эти зависимости были линейными, что свидетельствует в пользу справедливости второго предположения.

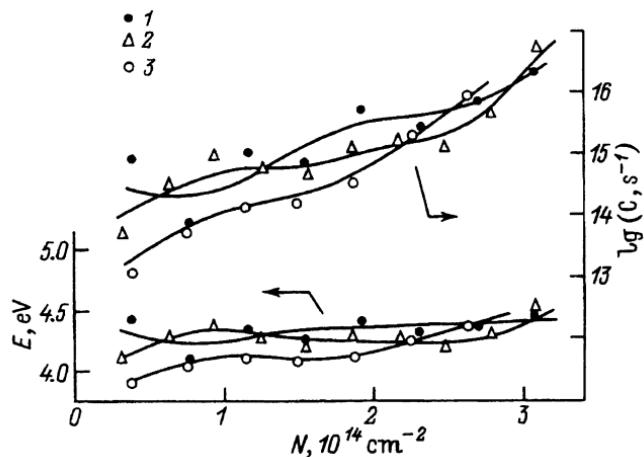


Рис. 5. Концентрационные зависимости энергии активации десорбции и предэкспоненциального множителя, полученные для различных случаев состояния поверхности подложки.

1 — сразу после очистки в вакууме, 2 — тот же образец после трансформации спектров ТДС, 3 — второй образец, подвергнутый первоначальной высокотемпературной обработке.

На рис. 5 представлены зависимости $E = f(N)$ для двух образцов Si. Зависимость 1 получена сразу после очистки поверхности первого образца высокотемпературным прогревом. Зависимость 2 — для того же образца, но уже после того, как ТД спектры претерпели описанные выше трансформации. Зависимость 3 является контрольной. Она получена для второго образца при тех же условиях, что и зависимость 1.

На этом же рисунке представлены концентрационные зависимости предэкспоненциального множителя C в уравнении (1) (кривые 1'-3'). Величина C вычислялась с помощью уравнения (2) по известным значениям ν , N , E и T .

Следует обратить внимание на ряд особенностей результатов, представленных на рис. 5. Во-первых, предэкспонента C во всем интервале концентраций имеет «нормальные» для мономолекулярной десорбции [16] значения $10^{14} < C < 10^{17} \text{ s}^{-1}$. Этот экспериментальный факт является подтверждением справедливости двух вышеизложенных предположений, положенных в основу анализа этих экспериментов.

Во-вторых, сравнение зависимостей 1 и 2 для величины E и зависимостей 1' и 2' для функции $\lg C = F(N)$ показывает, что полученные результаты в пределах погрешности измерений не зависят для рассматриваемого интервала N от состояния поверхности образца.

В-третьих, энергия активации десорбции E при уплотнении адсорбированной пленки остается постоянной и равной 4.2 eV. Эта величина существенно выше энергии активации разложения силицида.

Такое соотношение величин E и E_d противоречит мнению авторов работы [17], которые считают, что энергия связи атомов РЗМ с поверхностью Si должна быть меньше энергии связи РЗМ-Si в объемных соединениях.

В-четвертых, предэкспонента C возрастает при увеличении N . При концентрациях $N > 2 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ этот рост усиливается. Последнее можно связать с тем, что при концентрациях $N = 2.5 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ в системе

Eu-Si (111) происходит переход от структуры 7×7 к 1×1 ^[4]. Поскольку величина E в рассматриваемом интервале концентраций, соответствующих пику α в ТД спектрах, остается постоянной, возрастанием величины C при уплотнении адсорбированной пленки и определяется большая ширина этого пика.

Резюмируя результаты настоящей работы, следует отметить, что комбинированное использование методов ТДС и МП дало возможность получить новые данные о различных стадиях процесса формирования границы раздела Eu-Si (111). Анализ полученных результатов показывает, что первой стадией процесса является адсорбционная. Она характеризуется высокой энергией активации десорбции атомов Eu с поверхности. Так, в интервале концентраций $3 \cdot 10^{13} < N < 3 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ эта энергия равна 4.2 eV. В интервале концентраций $3 \cdot 10^{14} < N < 7 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ измерения величины E не проводились. Однако положение пика β , формирующегося в ТД спектрах в этом интервале концентраций, относительно пика γ указывает на то, что и на этой стадии величина E превышает энергию активации разложения силицида E_d .

После завершения формирования адсорбированного слоя Eu на поверхности Si (111) начинается рост скорее всего островковой пленки силицида. Такая последовательность формирования границы раздела Eu-Si (111) соответствует росту тонких пленок по механизму Странского-Крастанова [18].

Список литературы

- [1] Rossi G. Surf. Sci. Rep. **7**, 1/2, 1 (1987).
- [2] Madar R., Bernard C. Appl. Surf. Sci. **53**, 1 (1991).
- [3] Wigren C., Andersen J.N., Nyholm R. Phys. Rev. **B48**, 15, 11014 (1993).
- [4] Henle W.A., Ramsey M.G., Netzer F.P., Horn K. Surf. Sci. **254**, 182 (1991).
- [5] Логинов М.В., Митцев М.А. ФТТ **20**, 8, 2420 (1978).
- [6] Логинов М.В., Митцев М.А. ФТТ **22**, 5, 1411 (1980).
- [7] Гринлер Р. Новое в исследовании поверхности твердого тела. М. (1977), В.2. С. 136–163.
- [8] Cho A.Y., Hendrics C.D. J. Appl. Phys. **40**, 8, 3339 (1969).
- [9] Гладышевский Е.И. Кристаллохимия силицидов и германидов. М. (1971), 296 с.
- [10] Савицкий Е.М., Терехова В.Ф. Металловедение редкоземельных металлов. М. (1975), 272 с.
- [11] Voorhoeve R.J.H., Wagner R.S., Carides J.N. J. Cryst. Growth. **13/14**, 167 (1972).
- [12] Oyama T., Ohi S., Kawazu A., Tominaga G. Surf. Sci. **109**, 1, 82 (1981).
- [13] Хирс Дж., Паунд Г. Испарение и конденсация. М. (1966), 196 с.
- [14] Хирс Дж., Моазед К.М. Образование зародышей при кристаллизации тонких пленок: Физика тонких пленок. М. (1970). Т. 4, 440 с.
- [15] Логинов М.В., Митцев М.А. ФТТ **22**, 6, 1701 (1980).
- [16] Жданов В.П., Павличек Я., Кирпичникова З. Поверхность, **10**, 41 (1986).
- [17] Fujimori A., Grioni M., Weaver J.H. Phys. Rev. **B33**, 2, 726 (1986).
- [18] Bauer E., Poppe H. Thin Solid Films. **12**, 1, 167 (1972).