

Изучение локальной дефектной структуры кристаллов CdTe–Ge методом микроиндентирования

© Л.С. Фоменко, С.В. Лубенец, П.И. Фейчук*, Л.П. Щербак*

Физико-технический институт низких температур Академии наук Украины,
310164 Харьков, Украина

* Черновицкий государственный университет,
274012 Черновцы, Украина

(Поступила в Редакцию 30 июня 1997 г.)

В окончательной редакции 23 сентября 1997 г.)

Показана эффективность использования метода микроиндентирования для контроля качества кристаллов теллурида кадмия. Неоднородное распределение структурных дефектов как вдоль направления роста, так и по диаметру слитка отчетливо фиксируется в измерениях микротвердости и длины дислокационных лучей розетки укола. Подвижность α -дислокаций более чувствительна к неоднородностям структуры по сравнению с подвижностью β -дислокаций и микротвердостью. Установлено качественное соответствие между характеристиками микропластичности и концентрацией германия: жесткость кристалла резко увеличивается, начиная с концентрации $\sim 1 \cdot 10^{17}$ ат./см³, и не чувствительна к изменению содержания Ge в интервале от $3 \cdot 10^{16}$ до $1 \cdot 10^{17}$ ат./см³. Проанализирована корреляция между величиной микротвердости и длиной дислокационных лучей розетки около отпечатка индентора. Получена оценка величины твердости чистого CdTe.

Несовершенства полупроводниковых кристаллов, такие как примеси, собственные нестехиометрические дефекты, дислокации, определяющим образом влияют на их важные для приложений характеристики [1,2]. Структура и свойства выращенных кристаллов часто оказываются переменными как по сечению, так и по длине, что для полупроводниковых материалов нежелательно. Поэтому важным является изучение дефектной структуры и степени ее однородности с целью совершенствования режимов роста.

В случае нелегированных кристаллов теллурида кадмия была установлена взаимосвязь механических, электрических и оптических свойств [3,4]. Одним из методов контроля механической прочности и пластичности материала является метод микроиндентирования, отличающийся простотой и доступностью. Помимо этих достоинств преимуществами метода являются неразрушающий и локальный характер испытания, а также, что особенно важно для наших целей, чувствительность к наличию дефектов структуры.

В данной работе измерения микротвердости и длины лучей дислокационной розетки в окрестности отпечатка индентора были использованы для изучения влияния примеси германия на микромеханические характеристики теллурида кадмия. Легирование кристаллов CdTe микропримесью германия позволяет получить высокоомный материал, по свойствам близкий к собственному [15], что делает перспективным его использование для изготовления детекторов ионизирующего излучения [6], в оптоэлектронике [7].

1. Методика эксперимента

Легированный германием слиток CdTe массой 600 г был выращен вертикальным методом Брайджмена в вакуированной графитизированной ампуле внутренним диаметром 35 мм. Скорость кристаллизации составляла

3 мм/ч, градиент на фронте кристаллизации 6–7 К/см. Начальная концентрация введенной в расплав примеси $c_0 = 1.6 \cdot 10^{19}$ ат./см³.

Контроль распределения растворенной в кристалле примеси осуществляли использованием навески германия, меченой радиоизотопом Ge⁷¹ (*K*-захват, $T_{1/2} = 7$ дней), с последующим радиометрическим анализом пластины толщиной 3 мм, вырезанной параллельно оси роста.

Ориентированная в плоскости (111) пластина толщиной 4 мм для исследований микромеханических свойств была вырезана вольфрамовой проволокой диаметром 1 мм с помощью суспензии абразивного порошка диаметром 3–5 μ м в керосине. Наклон пластины к оси роста слитка составлял 60°. Форма пластины и образца показаны на рис. 1. После шлифования на стекле поверхность пластины дважды обрабатывали в полирующем травителе *E* [8] состава $K_2Cr_2O_7 + HNO_3 + H_2O$ (4 г : 10 мл : 25 мл) сначала на глубину $\sim 20 \mu$ м, а затем после индентирования образца дополнительно на глубину $\sim 500 \mu$ м.

Индентирование плоскости ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)Te осуществляли на приборе ПМТ-3 стандартной пирамидой Виккерса при нагрузке на индентор $P = 0.1$ Н. Значение микротвердости H_V определяли по формуле

$$H_V = 1.854P/(2a)^2,$$

где $2a$ — длина диагонали отпечатка индентора. Ошибка измерения микротвердости составляла $\sim 3\%$.

Дислокационную структуру выявляли избирательным химическим травлением в растворе HF (концентрированная) + 50% раствор CrO₃ в воде (2:3) [9]. Средняя плотность ростовых дислокаций в изученном образце была $\sim 2 \cdot 10^5$ см⁻². В "фоновой" области (см. рис. 1) наблюдалась высокая плотность плоскодонных фигур травления, которые обычно образуются на выделениях

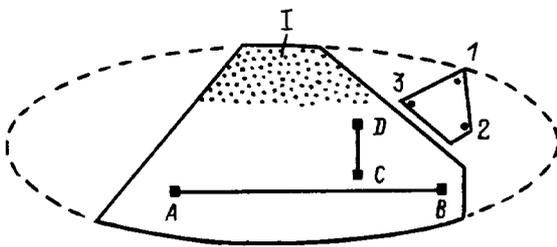


Рис. 1. Форма образца, вырезанного из цилиндрического слитка CdTe:Ge (очерчен сплошными линиями). *AB* (проекция направления роста, слева направо) и *CD* — линии, вдоль которых проводили индентирование; слева от образца — отколовшееся зерно другой ориентации, справа — осколок, на котором в точках *1, 2* и *3* измеряли концентрацию германия. *I* — "фон".

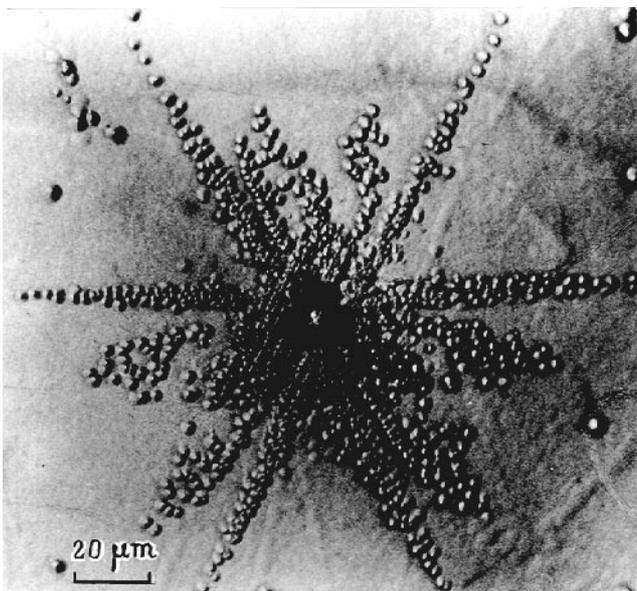


Рис. 2. Дислокационная розетка вблизи отпечатка индентора в кристалле CdTe + Ge.

точечных дефектов. Поскольку структура дислокационного ансамбля вокруг отпечатка индентора неравновесна и со временем происходит спонтанное удлинение дислокационных лучей розетки укола [10], перед травлением индентированный образец выдерживали при комнатной температуре в течение суток для релаксации напряжений в дислокационной системе.

Дислокационная розетка показана на рис. 2. Она содержит шесть двойных лучей, имеющих направление $\langle 110 \rangle$. Согласно [11], лучи образованы 60° α -дислокациями (длинные лучи) и 60° β -дислокациями (короткие лучи). Отметим, что диаметр фигур травления на β -дислокациях в 1.4 раза больше, чем на α -дислокациях. Это различие позволяет в определенной степени идентифицировать тип дислокации. В работе приведены средние значения длин α - и β -лучей в каждой розетке в зависимости от координаты отпечатка на поверхности образца.

2. Результаты и обсуждение

Исследования проведены на монокристалльной части пластины, выделенной на рис. 1 сплошной линией. Согласно экстраполяции данных радиометрического анализа, концентрация германия вдоль аксиального направления *AB* изменяется от $3 \cdot 10^{16}$ до $2 \cdot 10^{17}$ at./cm³. На отрезке *CD*, т.е. в радиальном направлении, содержание примеси можно считать постоянным и, согласно той же экстраполяции, равным $(1-1.5) \cdot 10^{17}$ at./cm³. Такой прогноз хорошо согласуется с результатами исследований концентрации германия на осколке образца в точках *1-3* методом лазерной масс-спектрометрии на приборе ЭМАЛ-2. Согласно измерениям, $c_1 = 3.6 \cdot 10^{-4}$, $c_2 = 4.7 \cdot 10^{-4}$, $c_3 = 9.7 \cdot 10^{-4}$ at.% Ge или $5.3 \cdot 10^{16}$, $7.0 \cdot 10^{16}$ и $1.4 \cdot 10^{17}$ at./cm³ соответственно.

Рис. 3 показывает изменение микротвердости H_V в направлении оси *x* вдоль прямой *AB* (проекция направления роста на поверхность пластины, см. рис. 1) в образце после удаления поверхностного искаженного слоя на глубину $\sim 500 \mu\text{m}$. Видно, что $H_V(x)$ не обнаруживает какой-либо выраженной закономерности. На фоне несистематических изменений величины микротвердости просматривается узкий пик в интервале $20 < x < 30 \text{ mm}$ и некоторая тенденция роста при подходе к точке *B*. Максимальное и минимальное значения $H_{V\text{max}} = 585 \text{ MPa}$ и $H_{V\text{min}} = 485 \text{ MPa}$ отличаются лишь на 17%. Измерения микротвердости вдоль линии *CD*, расположенной примерно в центральной части пластины и перпендикулярной направлению роста, показали, что величина H_V изменяется от 530 MPa в точке *C* до 610 MPa в точке *D*, т.е. примерно на 13%. Хотя эти отличия и небольшие, они превышают ошибку измерения. Это означает, что приведенные данные характеризуют структурную неоднородность в плоскости вырезанной пластины, сформировавшуюся в процессе кристаллизации слитка.

По сравнению с величиной микротвердости или размерами отпечатка индентора существенно более чувствительными к неоднородностям структуры оказались длины лучей розетки $l_{\alpha,\beta}$, которые характеризуют подвижность α - и β -дислокаций. Если диагональ отпечатка в зависимости от его положения на поверхности образца изменялась не более, чем в 1.07 раза, микротвердость в 1.2 раза, то длина лучей розетки — почти в 2 раза.

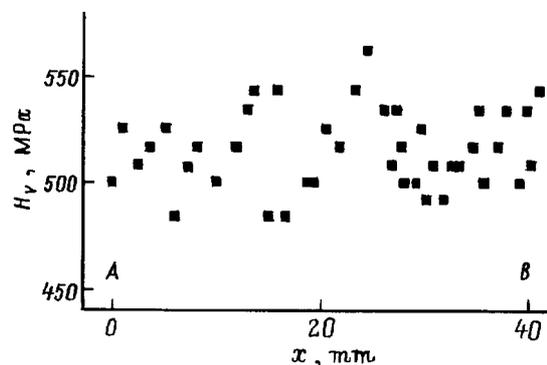


Рис. 3. Измерение микротвердости матрицы на отрезке *AB*.

Данные измерений $l_{\alpha,\beta}$ вдоль прямых AB и CD показаны на рис. 4. Для направления x характерна немонотонная зависимость длины лучей розетки от координаты отпечатка (рис. 4, a). На зависимости $l_{\alpha}(x)$ в интервале $20 < x < 30$ мм виден провал, отвечающий пику микротвердости на рис. 3, менее выраженные провалы в областях $x \approx 5$ и 15 мм и довольно резкое уменьшение длин лучей l_{α} к концу образца. Такое волнообразное изменение $l_{\alpha}(x)$ связано, очевидно, с периодическим включением в твердую фазу примесей, оттесняемых в расплав на фронте кристаллизации. Отмеченные выше особенности, характеризующие неоднородность структуры образца, слабее выражены на зависимости $l_{\beta}(x)$, а при индентировании пластины, первоначально полированной на малую глубину, они вообще не выявляются, как видно на рисунке. Это, по-видимому, обусловлено наличием остаточных внутренних напряжений в упрочненном в процессе резки приповерхностном слое, которые ограничивают развитие дислокационной структуры под индентором. В упрочненном слое лучи розеток уколов на 25–30% короче, чем в матрице. Это наблюдение коррелирует с данными работ [12,13]. В [13] было показано, что микротвердость нелегированного кристалла CdTe по мере снятия искаженного слоя изменялась в 1.5 раза от 450 до 300–320 МПа после полировки на глубину 40–50 μm .

Качественно массив данных, представленных на рис. 4, a можно аппроксимировать двумя участками. В интервале значений $x < 20$ мм, соответствующем содержанию германия от $3 \cdot 10^{16}$ до $1 \cdot 10^{17}$ ат./см³, длина дислокационных лучей, т.е. пластичность материала изменяется мало. При дальнейшем увеличении концентрации Ge величина $l_{\alpha,\beta}$ как в упрочненном слое, так и в матрице существенно уменьшается. Такой характер концентрационной зависимости $l_{\alpha,\beta}$ коррелирует с данными [14] об изменении формы вхождения германия в решетку бриджменовских кристаллов CdTe + Ge при $c = 1 \cdot 10^{17}$ ат./см³. Согласно модели, при меньшей концентрации примесь занимает позиции Cd, образуя однократно ионизированные центры $\text{Ge}_{\text{Cd}}^{\bullet}$. Электронейтральность кристалла при этом обеспечивается двукратным содержанием двухзарядных акцепторов вакансий кадмия V_{Cd}'' . При большей концентрации примесь растворяется как в форме одиночных центров $\text{Ge}_{\text{Cd}}^{\bullet}$ так и в форме ассоциатов $(\text{Ge}_{\text{Cd}}\text{V}_{\text{Cd}})'$. В этой области концентраций германия решетка теллурида кадмия упрочняется, о чем свидетельствует уменьшение длин дислокационных лучей и некоторый рост микротвердости (рис. 3 и рис. 4, a).

Линейное уменьшение $l_{\alpha,\beta}$ вдоль прямой CD (рис. 4, b) свидетельствует об увеличении жесткости материала по мере приближения к "фоновой" области образца, обогащенной точечными дефектами, которыми, вероятно, являются комплексы вакансий и вакансионные диски. Характер зависимости $l_{\alpha,\beta}(y)$ после снятия упрочненного поверхностного слоя не изменился.

Представляет интерес сопоставить изложенные результаты с имеющимися в литературе данными о механических свойствах кристаллов CdTe с примесными

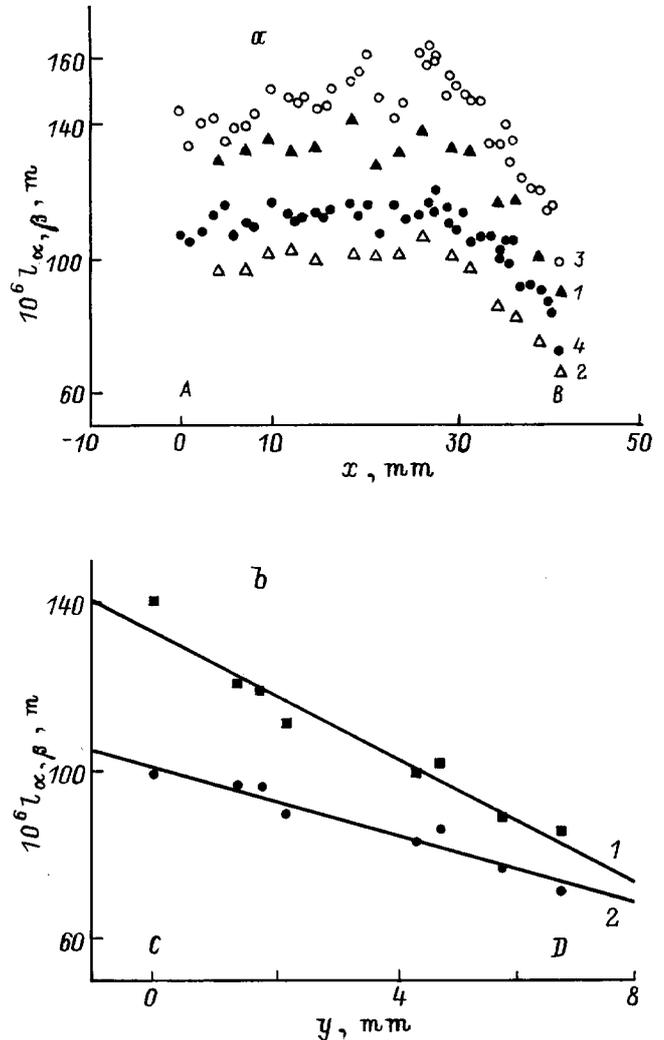


Рис. 4. Изменение длин лучей розеток уколов на отрезках AB (a) и CD (b). a) l_{α} (1) и l_{β} (2) — на поверхности образца, сполированного после резки на глубину ~ 20 μm , l_{α} (3) и l_{β} (4) — после удаления поверхностного слоя на глубину ~ 500 μm . b) l_{α} (1) и l_{β} (2) — на поверхности образца, сполированного после резки на глубину ~ 20 μm .

и собственными дефектами. Высокоомные нелегированные кристаллы стехиометрического состава показывают минимальный предел текучести. Но увеличивается почти в два раза с ростом концентрации электронов или дырок (межузельных ионов Cd_i^{\bullet} или вакантных узлов кадмия) [3]. Введение в кристалл CdTe изовалентной (Zn) [15,16] или донорной (In) [17] примеси также приводит к увеличению предела текучести [15,16] и микротвердости [17], тем большему, чем выше концентрация примеси. По величине твердости изученный нами образец CdTe + Ge находится между самым мягким образцом CdTe из известных в литературе со значением $H_V = 300$ МПа [13] и самым твердым со значением $H_V = 670$ МПа (CdTe + $1.2 \cdot 10^{17}$ In/cm³) [17] (сильно легированный CdTe + $2 \cdot 10^{18}$ In/cm³ показал максимальную твердость $H_V = 1.4$ ГПа [17]). Однако вряд ли можно

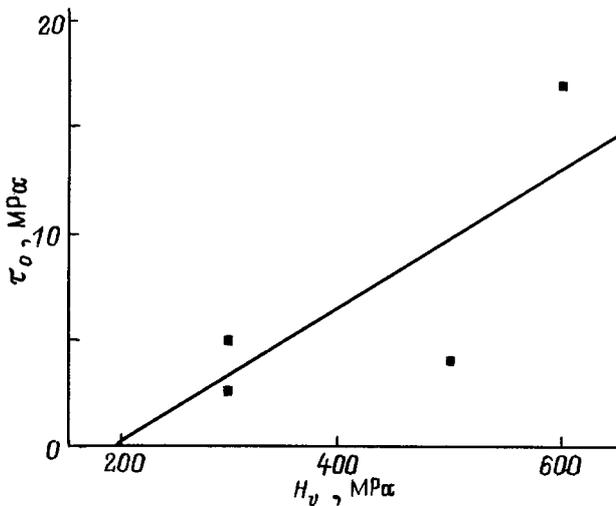


Рис. 5. График τ_0-H_V , построенный по данным измерений предела текучести τ_0 и микротвердости H_V кристаллов CdTe разной жесткости и примесного состава, полученным в работах [10,11,18-21].

утверждать, что упрочнение связано только с атомами германия. Скорее, оно обусловлено совместным влиянием дислокаций роста, примеси, вакансий и межузельных атомов на микромеханизме характеристики.

В заключение рассмотрим связь между измеренными величинами H_V и $l_{\alpha,\beta}$. В теории [18], в которой рассмотрена эволюция дислокационной структуры в полупроводниковом кристалле вблизи укола индентора, получено соотношение

$$l_0 = \left(\frac{ANP}{\tau_T} \right)^{1/2},$$

где l_0 — установившаяся длина луча розетки, $A = (1 - 2\nu)/\pi\sqrt{\sigma}$, $N = 1 + \frac{3}{4}\beta \left(\cos \alpha + \frac{\sin \alpha}{1-\nu} \right)$, ν — коэффициент Пуассона, постоянная $\beta > 1$, $\alpha = 60^\circ$ — угол между линией дислокации и вектором Бюргерса, P — нагрузка на индентор, τ_T — дальнедействующая компонента предела текучести τ_0 или стартовое напряжение для движения дислокаций. Между пределом текучести τ_0 и микротвердостью H_V имеется определенное соотношение. Для хрупких и сильно деформационно-упрочненных материалов оно простое: $\tau_0 \approx H_V/3$ [19]; для пластичных материалов его необходимо устанавливать в специальных исследованиях. Для ряда щелочно-галогенидных кристаллов показано, что в широком интервале концентраций примесей $\tau_0 = C(H_V - H_{V0})$ [20], где $C = \text{const}$, H_{V0} — твердость чистого кристалла. Имеющиеся разрозненные данные о пределе текучести и микротвердости [12,13,15–17,21–23] и измерения в этой работе позволяют лишь констатировать факт, что для кристаллов теллурида кадмия разной жесткости это последнее соотношение между τ_0 и H_V качественно выполняется.

График τ_0-H_V (рис. 5), на котором минимальным (из известных) значениям $\tau_0 = 5 \pm 2$ [21], 2.5 [22,23] и 4.8 ± 0.5 МПа [24] сопоставлено минимальное значение твердости $H_V = 300$ МПа [13], а значениям $\tau_0 = 4$ МПа [25] для CdTe и $\tau_0 = 17$ МПа [15] для CdZnTe — измеренные нами значения твердости $H_V = 500$ и 600 МПа, дает ориентировочную зависимость $\tau_0 = C(H_V - H_{V0})$, где $C = 0.03$, а величина $H_{V0} = 190$ МПа должна отвечать значению твердости чистого кристалла CdTe. Тогда приведенное выше соотношение между l_0 и τ_T можно заменить соотношением между l_0 и микротвердостью в виде

$$(H_V - H_V^*) - H_{V0} = a l_0^{-2},$$

где $H_V - H_V^* = H_{VT}$, H_V^* — компонента твердости, зависящая от температуры, H_{VT} — атермическая компонента твердости (аналог τ_T), $a = \frac{ANP}{C} \approx 0.5$ N (здесь принято $\nu = 0.3$, $\beta = 1.5$).

По условиям эксперимента измеренные длины лучей розеток $l_{\alpha,\beta}$ соответствуют установившимся значениям, дислокационная структура около отпечатка индентора успевала стабилизироваться за сутки отдыха при комнатной температуре. Временная зависимость $l_{\alpha,\beta}(t)$ выходит на насыщение в течение 1–2 h [10]. Предварительные исследования показывают, что при комнатной температуре зависимость $H_V(T)$ еще сильная и далека до выхода на атермичность, когда должно выполняться условие $H_V(T) = H_{VT} = \text{const}$.

На рис. 6 показана зависимость между микротвердостью и соответствующими данному отпечатку индентора длинами дислокационных лучей l_α при измерении вдоль направлений AB и CD. Для β -дислокационных лучей зависимости аналогичны. Наклоны прямых линий, проведенных по методу наименьших квадратов, имеют следующие значения: 0.66 N для лучей α -дислокаций и 0.46 N для лучей β -дислокаций. По порядку величины

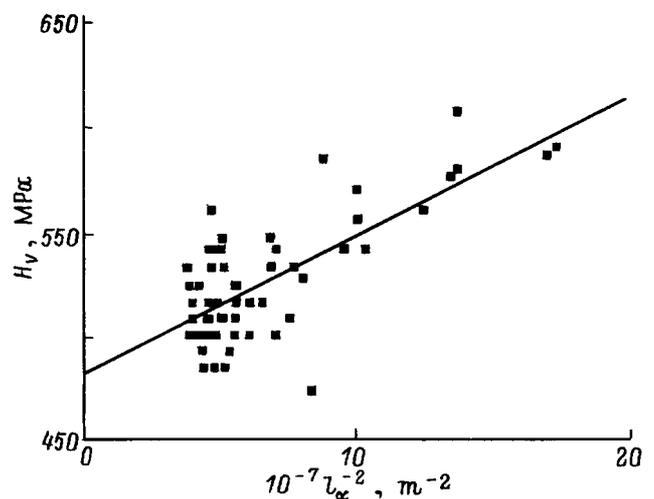


Рис. 6. Зависимость между микротвердостью H_V и длиной α -дислокационных лучей розеток l_α , измеренных на отрезках AB и CD (см. рис. 1).

они достаточно хорошо согласуются с вычисленным на основании теории [18] значением $a = 0.5N$. Отрезок, отсекаемый на оси H_V , соответствует суммарной величине $H_V^* + H_{V0}$.

Можно сделать вывод о качественной корреляции между длиной дислокационных лучей и величиной микротвердости. Однако длины лучей, которые характеризуют подвижность дислокаций в кристалле, более чувствительны к несовершенствам структуры. Твердость — более сложная характеристика, определяемая не только сопротивлением движению дислокаций, но и процессами зарождения и размножения дислокаций в материале под индентором, которые в теории учесть трудно. Поэтому полного соответствия между $l_{\alpha,\beta}$ и H_V в зависимости от локальных свойств материала вряд ли следует ожидать.

Относительно полученной из рис. 5 величины $H_{V0} = 190$ МПа, которая может характеризовать твердость чистого теллурида кадмия, заметим следующее. Ранее сообщалось, что для поликристаллических металлов кубической симметрии хорошо выполняется эмпирическое соотношение $H_{V0} \simeq 2 \cdot 10^{-3}E$ [26], а для ряда щелочно-галогидных кристаллов $H_{V0} \simeq 5 \cdot 10^{-3}E_{111}$ [27], где E — модуль Юнга поликристалла, а E_{111} — модуль Юнга кристалла в направлении [111]. Воспользуемся этими соотношениями для оценки твердости чистого теллурида кадмия, понимая, что в первом случае она будет заниженной, а во втором случае завышенной, учитывая различие в природе сил межатомных связей соответствующих твердых тел. Следует отметить, что для CdTe характерна высокая степень ионности связей [28]. Вычислив модули для температуры 300 К $E = 5.34 \cdot 10^{10}$ Н/м² и $E_{111} = 5.23 \cdot 10^{10}$ Н/м², используя упругие жесткости c_{ij} для кристаллов CdTe, измеренные в работах [29,30], получим для H_{V0} значения 106.8 и 261.5 МПа. Величина H_{V0} , отсекаемая на оси абсцисс на рис. 5, находится между вычисленными значениями. Учитывая очевидную приближенность принятого подхода, отметим, однако, что полученная оценка твердости чистого теллурида кадмия 190 МПа кажется вполне разумной.

Авторы Л.Ф. и С.Л. выражают благодарность В.Д. Назику и В.П. Солдатову за полезные дискуссии и критическое прочтение рукописи.

Список литературы

- [1] F.A. Kroeger. The Chemistry of Imperfect Crystals. North-Holland Publ. Corp., Amsterdam (1964). (Ф. Крегер. Химия несовершенных кристаллов. Мир, М. (1969)).
- [2] Yu.A. Osip'yan, V.F. Petrenko, A.V. Zaretskii, R.W. Whitworth. Adv. Phys. **35**, 2, 115 (1986).
- [3] L. Carlsson, C.N. Ahlquist. J. Appl. Phys. **43**, 6, 2529 (1972).
- [4] F. Buch, C.N. Ahlquist. J. Appl. Phys. **45**, 4, 1756 (1974).
- [5] Л.П. Щербак, Е.С. Никонюк, О.Э. Панчук, А.В. Савицкий, П.И. Фейчук, В.В. Матлак. Изв. АН СССР. Неорган. материалы **13**, 3, 415 (1977).
- [6] P. Feichuk, L. Shcherbak, D. Pljuta, P. Moravec, S. Franc, E. Belas, P. Hoeshl. Abstr. Int. Conf. "Material Science and Material Properties for Infrared Optoelectronics". Uzhgorod, Ukraine (30 Sept.–2 Oct. 1996). P. 17.
- [7] K. Shcherbin, A. Shumeljuk, S. Odoulov, P. Feichuk, G. Brost. Proc. SPIE **2797/237**, 236 (1996).
- [8] M. Inoue, I. Teramoto, S. Takayanagi. J. Appl. Phys. **33**, 2578 (1962).
- [9] Г.В. Инденбаум, Р.П. Бароненкова, Н.М. Бойных. Физика и химия обраб. материалов, 2, 91 (1971).
- [10] С.В. Лубенец, П.И. Фейчук, Л.С. Фоменко, Л.П. Щербак. ФТТ **31**, 7, 246 (1989).
- [11] C. Braun, H.W. Helberg, A. George. Phil. Mag. **A53**, 277 (1986).
- [12] Н.Я. Горидько, Н.Н. Новиков, В.С. Власов. УФЖ **33**, 1, 78 (1988).
- [13] С.А. Медведев, С.Н. Максимовский, Ю.В. Клевков, П.В. Шапкин. Изв. АН СССР. Неорган. материалы **4**, 7, 1179 (1968).
- [14] О.Э. Панчук, Л.П. Щербак, Е.С. Никонюк. Изв. АН СССР. Неорган. материалы **16**, 4, 638 (1980).
- [15] С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко. ФТТ **31**, 2, 145 (1989).
- [16] D. Imhoff, A. Zozime, R. Triboulet. J. Phys. III (France) **1**, 1841 (1991).
- [17] V. Swaminathan, F.A. Selim, F.A. Kroeger. Phys. Stat. Sol. (a) **30**, 2, 721 (1975).
- [18] I.V. Gridneva, Yu.V. Milman, V.I. Trefilov, S.I. Chugunova. Phys. Stat. Sol. (a) **54**, 1, 195 (1979).
- [19] D. Tabor. The Hardness of Metals. Clarendon Press, Oxford (1951).
- [20] G.Y. Chin, L.G. van Uiter, M.L. Green, G.J. Zidzik, T.Y. Kometani. J. Am. Cer. Soc. **56**, 7, 369 (1973).
- [21] K. Maeda, K. Nakagava, S. Takeuchi. Phys. Stat. Sol. (a) **48**, 2, 586 (1978).
- [22] E.Y. Gutmanas, N. Travitsky, U. Plitt, P. Haasen. Scr. Metall. **13**, 4, 293 (1979).
- [23] E.Y. Gutmanas, P. Haasen. Phys. Stat. Sol. (a) **63**, 1, 193 (1981).
- [24] R. Balasubramanian, W.R. Wilcox. Mater. Sci. Eng. **B16**, 1 (1993).
- [25] В.Г. Лирцман, С.В. Лубенец, В.Д. Назик, Л.С. Фоменко. ФНТ **18**, 8, 904 (1992); V.G. Lirtsman, S.V. Lubenets, V.D. Natsik, L.S. Fomenko. Mater. Sci. Eng. **A164**, 1–2, 367 (1993).
- [26] E.R. Petty, H. O'Neill. Metallurg'a (Jan. 1961). P. 25 (цит. в [23]).
- [27] G.Y. Chin, L.G. van Uiter, M.L. Green, G. Zydzik. Scripta Metall. **6**, 6, 475 (1972).
- [28] J.C. Phillips. Rev. Mod. Phys. **42**, 3, 317 (1970).
- [29] Ю.Х. Векилов, А.П. Русанов. ФТТ **13**, 4, 1157 (1971).
- [30] R.D. Greenough, S.B. Palmer. J. Phys. **D6**, 5, 587 (1973).