

Особливості напруженого стану германієвих нанокристалів в матриці SiO_x

В.В. Курилюк^{1,*}, О.О. Коротченко¹, З.Ф. Цибрій², А.С. Ніколенко², В.В. Стрельчук²

¹ Київський національний університет імені Тараса Шевченка, фізичний факультет,
вул. Володимирська, 64/13, 01601 Київ, Україна

² Інститут фізики напівпровідників ім. В.С. Лашкарєва НАНУ, просп. Науки, 41, 03028 Київ, Україна

(Одержано 09.02.2015; опубліковано online 25.03.2015)

З використанням ІЧ Фур'є-спектроскопії, раманівського розсіювання та комп'ютерного моделювання досліджуються особливості механічних напружень в германієвих нанокристалах, синтезованих в аморфній матриці SiO_x з буферним шаром Si_xN_y. Встановлено, що германієві нанокристали зазнають суттєвих напружень стиснення величиною до 2.9 ГПа. Високі значення деформацій пояснюються частковим проникненням нанокристалів у кремнієву підкладку. Основним джерелом механічних напружень в цьому випадку слугує невідповідність решіток кремнію та германію.

Ключові слова: Нанокристал, Квантова точка, Механічні напруження, Гетероструктура.

PACS numbers: 68.65.Hb, 78.67.Hc

1. ВСТУП

Впродовж останнього десятиліття гетероструктури з германієвими нанокристалом (квантовими точками) в аморфних діелектричних матрицях отримали визнання, як перспективні матеріали для створення високоефективних світловипромінюючих пристроїв [1], детекторів випромінювання ІЧ-діапазону [2], сонячних елементів [3], термоелектричних перетворювачів [4], комірок пам'яті [5]. Основними перевагами таких наноструктур є великий коефіцієнт поглинання, більший борівський радіус Ge (25 нм), ніж Si (4 нм) і, як наслідок, сильніший прояв ефектів квантового обмеження, низькі температури синтезу германію порівняно з кремнієм. Крім того, методи створення квантових точок Ge є повністю сумісними із сучасною технологією кремнієвих інтегральних схем.

Властивості Ge нанокристалів суттєво залежать не лише від їх розмірів і форми, але й від механічних напружень (деформацій), що виникають в процесі синтезу гетероструктур. Встановлено, що деформації в нанокристалах зумовлюють зміни оптикоелектронних властивостей шляхом впливу на енергетичні зони, динаміку носіїв заряду, процеси їх рекомбінації [7]. Але питання про походження механічних напружень досі залишається відкритим. В більшості відомих робіт повідомляється, що квантові точки германію, вирощені в аморфній матриці SiO₂, зазнають напружень стиснення, величина яких залежить від методу синтезу і складає близько 1 ГПа [8, 9]. Природу цих деформацій зазвичай пов'язують з об'ємним розширенням германію ($\Delta V \sim 6\%$) при утворенні нанокристалів з рідкої фази. Показано також, що на величину напружень стиснення Ge квантових точок в матриці SiO₂ впливають їх розміри, густина і досконалість [10]. Окремі дослідження демонструють можливість появи в нанокристалах деформацій розтягу у матриці SiO₂ з підвищеною густиною [11]. Авторами роботи [12] виявлено також ефект зміни знаку механічних напружень в кванто-

вих точках залежно від стехіометрії діелектричної матриці SiO_x.

Разом з тим, практично невивченим є і питання щодо способів контрольованої зміни механічних напружень в квантових точках. Серед варіантів впливу на напружений стан нанокристалів пропонувалось, зокрема, використання нітриду кремнію в якості покриваючого шару, вибір матеріалу діелектричної матриці та техніки відпалу [13], хоча послідовні дослідження не були проведені.

В даній роботі з використанням експериментальних методик і теоретичних розрахунків проводяться дослідження напруженого стану германієвих нанокристалів в аморфній матриці SiO_x з буферним шаром Si_xN_y. Пропонується пояснення механізму появи високих напружень стиснення в нанокристалах.

2. МЕТОДИКА ДОСЛІДЖЕНЬ

Для досліджень в роботі використовувались гетероструктури, що містили кремнієву підкладку з послідовно вирощеними на ній буферним шаром Si_xN_y товщиною 37 нм та плівкою Si_{0.83}Ge_{0.17} товщиною близько 300÷500 нм. В плівці методом окислення при температурі 900 °С були створені германієві нанокристали із середнім діаметром біля 4 нм та густиною $\sim 10^{12} \text{ см}^{-2}$ (за даними електронної мікроскопії), занурені в створюваний шар SiO_x і частково – в тонкий шар Si_xN_y і підкладку Si. Для порівняння вивчалися також дві структури, що містили в першому випадку кремнієву підкладку з шаром оксиду кремнію товщиною біля 350 нм, а в другому – на кремнієвій підкладці розміщувався шар Si_xN_y товщиною біля 80 нм.

Композитний аналіз досліджуваних структур здійснювався за допомогою ІЧ Фур'є-спектрометра Spectrum BX-II виробництва Perkin Elmer. Запис спектрів ІЧ пропускання (FTIR) проводився в частотному діапазоні від 400 до 1600 см^{-1} з роздільною здатністю не гіршою, ніж 0,8 см^{-1} . В якості опорного зразка використовувалась кремнієва пластина

* kuryluk@univ.kiev.ua

n-типу з питомим опором 4.5 Ом·см, аналогічна до тієї, що слугувала підкладкою в досліджуваних зразках. Спектри FTIR досліджених зразків нормувались на спектр цієї пластини.

Експериментально напружений стан нанокристалів вивчався за спектрами раманівського розсіювання. Спектри отримані в геометрії зворотного розсіювання на спектрометрі Horiba Jobin-Yvon T64000 з використанням Ar⁺ лазера ($\lambda = 514.5$ нм). Діаметр плями, в яку фокусувалось світло на поверхні зразка складав близько 0.7 мкм, а спектральна роздільна здатність – 0.15 см⁻¹. Всі вимірювання здійснювались при кімнатній температурі.

3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

На рис. 1 показано спектри ІЧ пропускання досліджуваних гетероструктур. У спектрах всіх зразків помітно є наявність смуги поглинання поблизу 615 см⁻¹, що відповідає частоті коливань розтягу (stretching-мода) Si-Si зв'язків. У FTIR-спектрі структури з плівкою SiO_x на кремніевій підкладці (крива 2 на рис. 1) проявляються три чітко виражені смуги поглинання в околі 460 см⁻¹, 820 см⁻¹ та 1090 см⁻¹, які пов'язані з трьома модами коливань Si-O зв'язків у сполуці стехіометричного складу SiO₂: розкачування (rocking-мода), згину (bending-мода) та розтягу (stretching-мода), відповідно [14]. Для зразка з плівкою Si_xN_y (крива 1 на рис. 1) спектральна смуга поблизу 460 см⁻¹ не проявляється зовсім, а смуга 1090 см⁻¹ помітно зменшується за інтенсивністю у порівнянні зі спектром зразка 2. Це може свідчити про незначний вміст кисню, інкорпорованого в гетероструктурі.

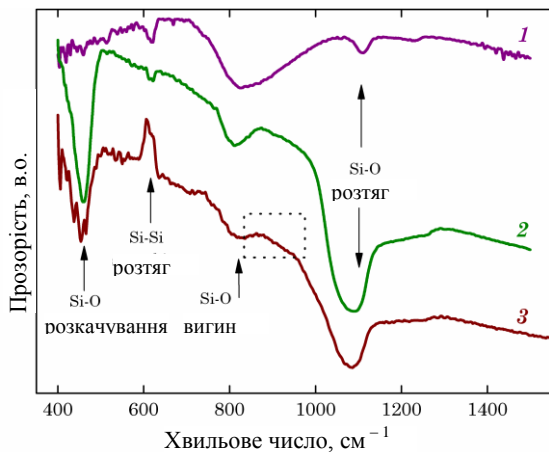


Рис. 1 – FTIR-спектри досліджуваних гетероструктур: 1 – підкладка Si / шар Si_xN_y, 2 – підкладка Si / шар SiO_x, 3 – підкладка Si / шар Si_xN_y / шар SiO_x з нанокристалами Ge діаметром 4 нм

Зразок із нанокристалами Ge виявляє деяке зменшення поглинання Si-Si зв'язків на 615 см⁻¹ (крива 3 на рис. 1). Характерною особливістю цього зразка є суттєве зменшення пропускання світла в області 835-975 см⁻¹ (прямокутна область на рис. 1) та відповідне розмиття смуги поглинання на 820 см⁻¹. Розширення FTIR-спектру поблизу 820 см⁻¹ спостерігається і в спектрі 1 на рис. 1, що вказує на присутність додаткових смуг поглинання в околі зазначе-

ної частоти. Розклад спектру поглинання в інтервалі 700÷1000 см⁻¹ дозволив виявити тут дві компоненти (рис. 2): перша смуга 815 см⁻¹ відповідає Si-O stretching-моді, тоді як друга – 899 см⁻¹, найімовірніше пов'язана із stretching-модою коливань Si-N зв'язків в плівці Si_xN_y [15].

Спектральне положення останньої смуги залежить від стехіометрії сполуки Si_xN_y (співвідношення *x/y*) як [16]

$$\nu_{\text{Si-N}}(x/y) = 21.4(x/y - 4/3) + 840 \text{ (см}^{-1}\text{)}. \quad (1)$$

Отримане в експериментах значення $\nu_{\text{Si-N}} = 899$ см⁻¹ дозволяє зробити висновок про те, що досліджувана плівка Si_xN_y пересичена кремнієм зі співвідношенням компонент *x : y* ≈ 4 : 1.

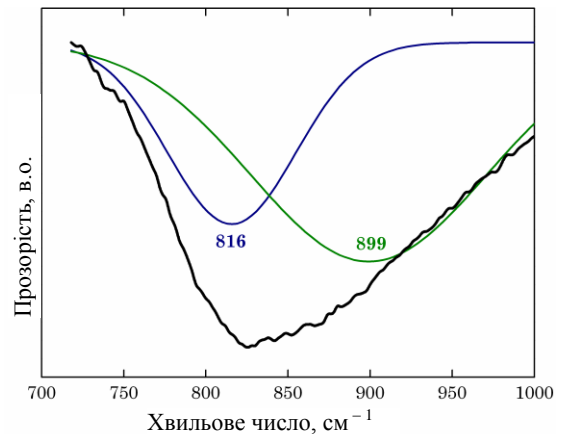


Рис. 2 – Декомпозиція FTIR-спектру зразка підкладка Si / шар Si_xN_y (крива 1 на рис. 1) поблизу Si-O bending-моди

Особливість асиметричного розширення смуги поглинання в околі 820 см⁻¹ гетероструктур з нанокристаллами германію (крива 3 на рис. 1) також засвідчує її багатокомпонентну структуру. Декомпозицією спектральної ділянки між Si-O bending та Si-O stretching модами (рис. 3) в даному інтервалі виділяються п'ять смуг: 815 см⁻¹, 882 см⁻¹, 920 см⁻¹, 1024 см⁻¹ і 1090 см⁻¹. Перша та остання з них відповідають bending- і stretching-модам коливань Si-O зв'язків в плівці SiO₂. Поява смуги 920 см⁻¹ найімовірніше зумовлена коливаннями Si-N-O зв'язків в буферному шарі Si_xN_y і вказує на присутність в ньому кластерів SiN_xO_y [17]. Інші дві смуги поглинання в спектрі (882 см⁻¹ та 1024 см⁻¹) спричинені нанокристаллами германію і пов'язуються нами відповідно з коливаннями Ge-O-Ge та Si-O-Ge зв'язків [18, 19].

Відомо, що спектральне положення $\nu_{\text{Ge-O-Ge}}$ смуги, пов'язаної з коливаннями Ge-O-Ge зв'язків, лінійно змінюється залежно від вмісту кисню *x* за співвідношенням [18]:

$$\nu_{\text{Ge-O-Ge}}(x) = 72.4x + 743 \text{ (см}^{-1}\text{)}. \quad (2)$$

Підставляючи в (2) експериментальне значення $\nu_{\text{Ge-O-Ge}} = 882$ см⁻¹, знайдемо частку кисню $x \approx 2$. Отримане значення *x*, що відповідає стехіометричній сполуці GeO₂, дає підставу припустити наявність перехідної оксидної області між германієвими квантовими точками та матрицею SiO₂.

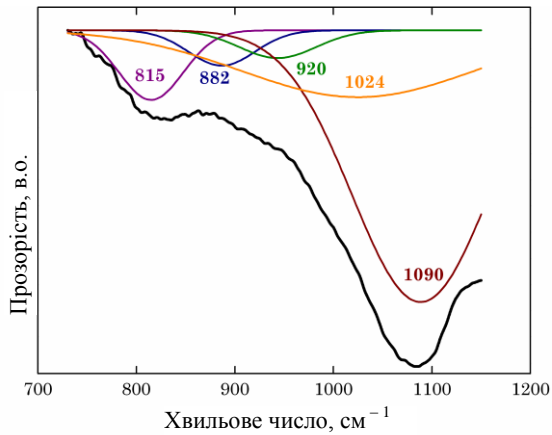


Рис. 3 – Декомпозиція FTIR-спектру зразка підкладка Si / шар Si_xN_y / шар SiO_x (крива 3 на рис. 1) в інтервалі між Si-O bending- та Si-O stretching-модами

Для характеристики напруженого стану германієвих нанокристалів використовувалась раманівська спектроскопія. В спектрі раманівського розсіювання кремнієвої підкладки із плівкою SiO_2 в досліджуваному діапазоні реєструється лише слабка фононна смуга (крива 1 на рис. 4) з максимумом близько 305 cm^{-1} , що пов'язана з розсіюванням другого порядку на акустичних фононах підкладки кремнію. Аналогічний вигляд спектру має і зразок з плівкою Si_xN_y (не показано на рис. 4). В раманівських спектрах зразків із включеннями в матрицю SiO_2 германієвих нанокристалів реєструється інтенсивна коливна смуга (криві 2, 3 на рис. 4) з максимумом $\sim 303 \text{ cm}^{-1}$, ідентифікована як Ge-Ge фононна мода. В деяких зразках в залежності від точки реєстрації проявлялась також лінія з максимумом поблизу 407 cm^{-1} (спектр 3 на рис. 4), яку ми пов'язуємо із Si-Ge фононною модою, зумовленою залишком $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ твердого розчину.

Детальний аналіз раманівських спектрів в області Ge-Ge коливань для великої кількості спектрів засвідчує високочастотний зсув та чітко виражений двокомпонентний характер даної фононної смуги. Виходячи із особливостей деформації у розглядуваній структурі, високочастотний зсув максимуму спектру можна пов'язати із виникненням стискуючих напружень в германієвих нанокристалах, а наявність двох компонент – з існуванням просторових областей, що знаходяться в суттєво різних напружених станах. В даній роботі аналіз проводився в рамках двокомпонентної структури раманівського піку.

Перша компонента, що має більшу інтенсивність, виявляє максимум в діапазоні $302\div 304 \text{ cm}^{-1}$ в залежності від точки реєстрації на поверхні зразків і, найімовірніше, зумовлена нанокристалом Ge, вбудованими в SiO_2 . Максимум другої компоненти меншої інтенсивності зміщений в область більших хвильових чисел ($309\div 311 \text{ cm}^{-1}$). Варіація спектрального положення та співвідношення інтенсивностей смуги оптичних фононів свідчать про нерівномірний розподіл механічних напружень в зразку.

Величину механічних напружень σ та їх знак в структурі можна встановити виходячи зі співвідношення [9]:

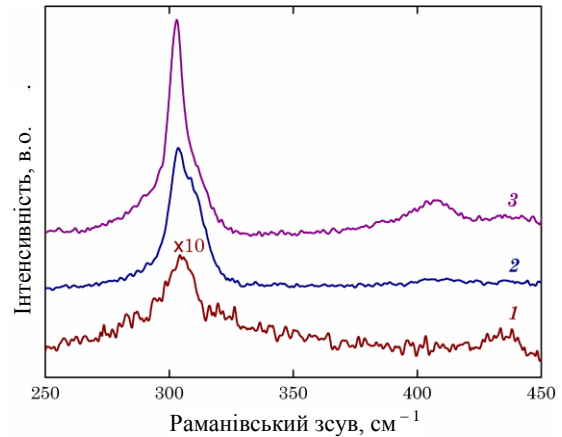


Рис. 4 – Спектри раманівського розсіювання досліджуваного структур: 1 – підкладка Si / шар Si_xN_y , 2, 3 – підкладка Si / шар Si_xN_y / шар SiO_x з нанокристалом германію діаметром 4 та 13 нм, відповідно. Інтенсивність спектру 1 збільшено в 10 разів

$$\Delta\omega = 3.85 \cdot \sigma - 0.039 \cdot \sigma^2, \quad (3)$$

де $\Delta\omega = \omega - \omega_0$, ω_0 , ω – частотне положення раманівського піку Ge-Ge в недеформованому та деформованому кристалі, відповідно. Підставляючи в (3) $\omega_0 = 300.6 \text{ cm}^{-1}$ та експериментальні значення $\omega = 309\div 311 \text{ cm}^{-1}$, отримуємо $\sigma = -(2.4\div 2.9)$ ГПа. Це відповідає середній деформації $\varepsilon = -(1.1\div 1.4)\%$. Знак «-» означає, що германієві квантові точки зазнають стискуючих напружень.

Відомо, що напруження в германієвих нанокристалах в аморфній матриці можуть спричинюватись декількома основними джерелами: (а) зміна об'єму германію в процесі високотемпературних обробок та утворенні нанокристалів з рідкої фази; (б) структурна невідповідність решітки германію та матриці SiO_2 ; (в) неоднорідності складу матриці довкола нанокристалів; (г) неповна реконструкція поверхні в процесі вирощування квантових точок [9, 20, 21]. Але всі перелічені фактори спричинюють в нанокристалах деформації, величина яких, як правило, складає десятки долі відсотка.

Завищені значення ε , отримані в даній роботі, можна пов'язати з тим фактом, що при невеликій товщині буферного шару Si_3N_4 нанокристали здатні частково проникати в кремнієву підкладку з утворенням при цьому гетеропереходу Ge нанокристал / Si підкладка. На користь даного припущення може свідчити поява ліній Si-Ge в деяких раманівських спектрах (спектр 3 на рис. 4). За таких умов квантові точки зазнають суттєвих стискуючих деформацій (до 4 %) через невідповідність решіток кремнію та германію. Величина напружень визначатиметься глибиною занурення нанокристалів в підкладку та їх розмірами. Ці квантові точки з підвищеною деформацією вноситимуть вклад в спектри раманівського розсіювання, що реєструється по поверхні зразка, зумовлюючи високочастотний зсув ліній оптичних фононів германію.

Для підтвердження запропонованого механізму в роботі проводилось моделювання напруженого стану германієвих нанокристалів. Розглядалась структура, яка містила кремнієву підкладку, шари нітриду та

оксиду кремнію і сферичний нанокристал германію діаметром D , занурений на глибину h в підкладку (вставка на рис. 5). Для цієї структури з використанням методу скінченних елементів розв'язувалась система рівнянь теорії пружності [22]:

$$\frac{d\sigma_{ij}}{dx_i} = 0, \quad (4a)$$

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}(\varepsilon_{kl} - \varepsilon_{0kl}), \quad (4б)$$

$$\varepsilon_{0kl} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_k}{\partial x_l} + \frac{\partial u_l}{\partial x_k} \right), \quad (4в)$$

де u_i – вектор пружних зміщень, ε_{kl} , σ_{ij} , C_{ijkl} – тензори деформацій, механічних напружень та пружних сталих, відповідно. Через ε_{0kl} в рівнянні (4б) позначено початкові деформації. Для частини Ge нанокристалу, що знаходиться в кремнієвій підкладці ε_0 визначається невідповідністю решіток Si та Ge і дорівнює $\varepsilon_0 = -0.04$ [22]. В іншій частині квантової точки, локалізованій в нітриді кремнію, можливі два джерела деформацій: 1) об'ємне розширення Ge при утворенні нанокристалу з рідкої фази, якому відповідає деформація $\varepsilon_0 = -0.02$ [9]; 2) різниця $\Delta\alpha$ коефіцієнтів термічного розширення германію і нітриду кремнію з відповідним значенням деформації $\varepsilon_{02} = \Delta\alpha \Delta T$ (ΔT – зміна температури). Оскільки різниця $\Delta\alpha = 1.8 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ [22], то при типових значеннях $\Delta T = 500\text{-}900 \text{ } ^\circ\text{C}$, ε_{02} не перевищуватиме 0.002, що на порядок менше, ніж ε_{01} , тому цим джерелом деформацій можна знехтувати.

На рис. 5 показано розраховані залежності механічних напружень σ в Ge нанокристалі від глибини їх проникнення h в підкладку та діаметру D . Результати розрахунків засвідчують, що при збільшенні h величина напружень в квантових точках збільшується в декілька разів відносно аналогічних значень для нанокристалів в аморфній матриці SiO_x чи

Si_xN_y (крива 1 на рис. 5). При одній і тій же глибині проникнення h в кремнієву підкладку напруження в нанокристалі будуть тим більшими, чим менший їх діаметр (крива 2 на рис. 5). В сукупності ці результати підтверджують запропоноване пояснення високих значень механічних напружень в квантових точках, одержані зі спектрів раманівського розсіювання.

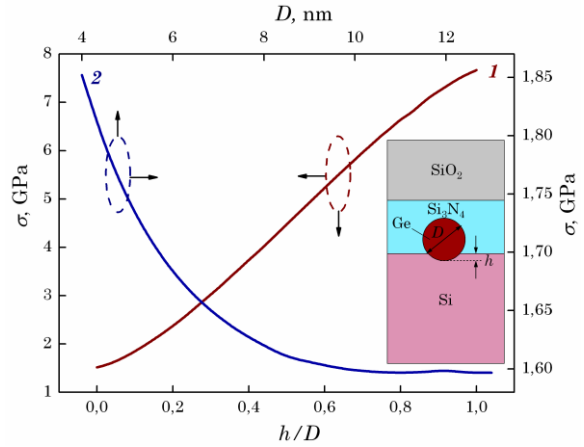


Рис. 5 – Залежність величини механічних напружень в Ge нанокристалі від безрозмірної глибини проникнення h/D в підкладку (крива 1) та від його діаметру D при фіксованому значенні $h = 1$ нм (крива 2). На вставці – геометрія структури, для якої розраховувались механічні напруження

Підсумовуючи, в даній роботі виконано експериментальні і теоретичні дослідження напруженого стану германієвих нанокристалів в аморфній матриці оксиду кремнію з буферним шаром нітриду кремнію. Виявлено, що квантові точки зазнають суттєвих стискуючих напружень з боку матриці, що пояснюється частковим проникненням нанокристалів в підкладку монокристалічного кремнію.

Особенности напряженного состояния германиевых нанокристаллов в матрице SiO_x

В.В. Курилюк¹, О.А. Коротченко¹, З.Ф. Цибрий², А.С. Николенко², В.В. Стрельчук²

¹ *Київський національний університет імені Тараса Шевченка, фізический факультет, ул. Владимирская, 64/13, 01601 Київ, Україна*

² *Інститут фізики полупроводников ім. В.Е. Лашкарева НАНУ, просп. Науки, 41, 03028 Київ, Україна*

С использованием ИК Фурье-спектроскопии, рамановского рассеивания и компьютерного моделирования исследуются особенности механических напряжений в германиевых нанокристаллах, синтезированных в аморфной матрице SiO_x с буферным слоем Si_3N_4 . Установлено, что германиевые нанокристаллы испытывают существенные напряжения сжатия величиной до 2.9 ГПа. Столь высокие значения деформаций объясняются частичным проникновением нанокристаллов в кремниевую подложку. Основным источником механических напряжений в этом случае является несоответствие решеток кремния и германия.

Ключевые слова: Нанокристалл, Квантовая точка, Механические напряжения, Гетероструктура.

Features of Stress State of Germanium Nanocrystals in SiO_x Matrix

V.V. Kuryliuk¹, O.A. Korotchenkov¹, Z.F. Tsybrii², A.S. Nikolenko², V.V. Strelchuk²

¹ Taras Shevchenko National University of Kyiv, 64/13, Volodymyrska Str., 01601 Kyiv, Ukraine

² Lashkaryov Institute of Semiconductor Physics NAS of Ukraine, 41, Nayki Prosp, 03028 Kyiv, Ukraine

Features of mechanical stress in germanium nanocrystals synthesised in amorphous SiO_x matrix with Si_xN_y buffer layer were studied by means of Fourier transform infrared absorption spectroscopy, Raman scattering and computer modeling. It was found that the germanium nanocrystals are under significant compressive stress with a magnitude of up to 2.9 GPa. Such a high strain value can be explained by a partial penetration of the nanocrystals in the silicon substrate. In this case the principal source of mechanical stress is the lattice mismatch between silicon and germanium.

Keywords: Nanocrystal, Quantum dot, Mechanical stress, Heterostructure.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. J. Liu, M. Beals, A. Pomerene, S. Bernardis, R. Sun, J. Cheng, L.C. Kimerling, J. Michel, *Nat. Photon.* **2**, 433 (2008).
2. S. Cosentino, P. Liu, S.T. Le, S. Lee, D. Paine, A. Zaslavsky, D. Pacifici, S. Mirabella, M. Miritello, I. Crupi, A. Terrasi, *Appl. Phys. Lett.* **98**, 221107 (2011).
3. T. Tayagaki, N. Usami, W. Pan, Y. Hoshi, K. Ooi, Y. Kanemitsu, *Appl. Phys. Lett.* **101**, 133905 (2012).
4. A. Kanjilal, J. Hansen, P. Gaiduk, A.N. Larsen, P. Normand, P. Dimitrakis, D. Tsoukalas, N. Cherkashin, A. Claverie, *Appl. Phys. A* **81**, 363 (2005).
5. R. Ang, T.P. Chen, M. Yang, J.I. Wong, M.D. Yi, *J. Phys. D* **43**, 015102 (2010).
6. Y. Wu, Y. Cui, L. Hynh, C.J. Barrelet, D.C. Bell, C.M. Lieber, *Nano Lett.* **4**, 433 (2004).
7. Y. Sun, S. Thompson, T. Nishida, *Strain Effects in Semiconductors* (Springer, New York, 2010).
8. I.D. Sharp, et al., *Appl. Phys. Lett.* **86**, 063107 (2005).
9. A. Wellner, V. Paillard, C. Bonafos, H. Coffin, A. Claverie, B. Schmidt, K.H. Heinig, *J. Appl. Phys.* **94**, 5639 (2003).
10. W.K. Choi, H.G. Chew, F. Zheng, W.K. Chim, Y.L. Foo, E.A. Fitzgerald, *Appl. Phys. Lett.* **89**, 113126 (2006).
11. K. Kleovoulou, P.C. Kelires, *Phys. Rev. B* **88**, 085424 (2013).
12. G. Zatoryb, J. Misiewicz, P.R.J. Wilson, J. Wojcik, P. Mascher, A. Podhorodecki, *Thin Solid Films* **571**, 18 (2014).
13. F. Zheng, W.K. Choi, F. Lin, S. Tripathy, J.X. Zhang, *J. Phys. Chem. C* **112**, 9223 (2008).
14. P.G. Pai, S.S. Chao, Y. Takagi, G. Lucovshy, *J. Vac. Sci. Technol. A* **4**, 486 (1986).
15. S. Alexandrova, E. Halova, A. Szekeres, E. Vlaikova, M. Gartner M. Anastasescu, *J. Phys.: Conf. Ser.* **356**, 012031 (2012).
16. O. Debieu, R.P. Nalini, J. Cardin, X. Portier, J. Perrière, F. Gourbilleau, *Nanoscale Res. Lett.* **8**, 131 (2013).
17. J.A. Diniz and P.J. Tatch, *Appl. Phys. Lett.* **69**, 7 (1996).
18. S. Witanachchi, P.J. Wolf, *J. Appl. Phys.* **116**, 174103 (2014).
19. E.W.H. Kan, W.K. Choi, W.K. Chim, E.A. Fitzgerald, D.A. Antoniadis, *Appl. Phys. Lett.* **95**, 171105 (2009).
20. P.K. Giri, S. Bhattacharyya, K. Das, S.K. Roy, R. Kesavamoorthy, B.K. Panigrahi, K.G.M. Nair, *Semicond. Sci. Technol.* **22**, 1 (2007).
21. X.L. Wu, T. Gao, X.M. Bao, F. Yan, S.S. Jiang, et al., *J. Appl. Phys.* **82**, 2704 (1997).
22. V.V. Kuryliuk, *Ukr. J. Phys.* **58**, 780 (2013).