



<연구논문>

한국표면공학회지
J. Kor. Inst. Surf. Eng.
Vol. 46, No. 1, 2013.

<http://dx.doi.org/10.5695/JKISE.2013.46.1.029>

마이크로웨이브 플라즈마 CVD에 의한 나노결정질 다이아몬드 박막 성장 시 DC 바이어스 효과

김인섭, 강찬형*

한국산업기술대학교 신소재공학과

Effect of DC Bias on the Growth of Nanocrystalline Diamond Films by Microwave Plasma CVD

In-Sup Kim, Chan Hyung Kang*

Department of Advanced Materials Engineering, Korea Polytechnic University, Kyonggi-Do 429-793, Korea

(Received January 3, 2013 ; revised February 5, 2013 ; accepted February 28, 2013)

Abstract

The effect of DC bias on the growth of nanocrystalline diamond films on silicon substrate by microwave plasma chemical vapor deposition has been studied varying the substrate temperature (400, 500, 600, and 700°C), deposition time (0.5, 1, and 2h), and bias voltage (-50, -100, -150, and -200 V) at the microwave power of 1.2 kW, working pressure of 110 torr, and gas ratio of Ar/1%CH₄. In the case of low negative bias voltages (-50 and -100 V), the diamond particles were observed to grow to thin film slower than the case without bias. Applying the moderate DC bias is believed to induce the bombardment of energetic carbon and argon ions on the substrate to result in etching the surfaces of growing diamond particles or film. In the case of higher negative voltages (-150 and -200 V), the growth rate of diamond film increased with the increasing DC bias. Applying the higher DC bias increased the number of nucleation sites, and, subsequently, enhanced the film growth rate. Under the -150 V bias, the height (h) of diamond films exhibited an $h = k\sqrt{t}$ relationship with deposition time (t), where the growth rate constant (k) showed an Arrhenius relationship with the activation energy of 7.19 kcal/mol. The rate determining step is believed to be the surface diffusion of activated carbon species, but the more subtle theoretical treatment is required for the more precise interpretation.

Keywords: Nanocrystalline diamond, Microwave plasma CVD, Nucleation and growth

1. 서 론

MPCVD(Microwave plasma chemical vapor deposition)는 고품질의 다이아몬드 박막을 재현성 있게 합성할 수 있는 대표적인 증착 방법이다. 이 방법에서 핵생성 밀도는 거울면 기판에서 10^4 cm^{-2} 정도로 매우 낮다. 이렇게 낮은 입자밀도에서는 입자가 100 μm 이상 성장한 후에 연속된 막이 이루어지고, 증착속도 또한 1 $\mu\text{m/h}$ 이하로 낮아서, 실질적인 박막을 얻는 것이 불가능하다.

이의 해결책으로 증착 전에 기판에 다이아몬드 연마제로 스크래치를 형성하여 핵생성 자리를 부여하는 방법이 널리 이용되어 왔다. 한편 MPCVD에서 낮은 핵생성 밀도 및 증착속도의 문제를 극복하기 위하여 전압인가 방법이 연구되어 왔다. 1990년대에 Yugo 등^{1,2)}과 Stoner 등^{3,4)}이 MPCVD 장치로 마이크로결정질 다이아몬드(Microcrystalline Diamond; MCD) 박막을 증착할 때에 음의 바이어스 전압을 부여함으로써 핵생성을 촉진할 수 있음을 발표하였다. 이는 BEN(bias enhanced nucleation)으로 알려져 있는데, 통상의 다이아몬드 증착 조건에서 기판 지지대에 음의 직류 전압을 인가하여 다이아몬드

*Corresponding author. E-mail : chkang@kpu.ac.kr

결정의 핵생성을 촉진하는 방법이다. 이로써 스크래치 방법에 비해서 높은 핵생성 밀도를 얻을 수 있다.

그 후 다이아몬드 증착에서 바이어스 방법은 장점과 응용 잠재력을 지니고 있어 연구되어 왔으나, 바이어스의 역할 등 그 기구에 대해서는 명확하게 밝혀지지 않은 상태이다. 현재까지는 다이아몬드 막의 성장 시 바이어스에 따른 증착 촉진 결과를 설명하는 데 있어 기관에 음의 바이어스를 인가하였을 경우 기관에 양이온을 가속 충돌시키는 것으로 인식하고 있다. 2000년대 들어와 새로 발견된⁵⁾ 나노결정질 다이아몬드(Nanocrystalline Diamond; NCD) 박막의 성장 과정에서 바이어스 효과를 재조명할 필요성이 있다.

NCD 증착에서 BEN 효과에 관한 연구가 일부 있었지만^{6,7)} 다이아몬드 입자 생성 단계부터 박막 형성 단계까지의 성장 과정에 대한 연구는 소홀히 다루어져 왔다. NCD 입자 및 박막의 성장기구와 그 응용에 대해서 연구해 온 본 연구팀⁸⁻¹⁰⁾은 이번 연구에서 MPCVD 방법을 이용한 NCD 박막의 단점 중 하나인 낮은 성장속도를 개선하기 위하여 직류 바이어스를 인가하여 높은 핵생성 밀도를 유지하고 성장속도를 높여 완전한 박막을 형성하는 시간을 단축하는 연구를 수행하고, 나노결정질 다이아몬드 박막 증착 시 직류 바이어스가 다이아몬드 입자의 핵생성 밀도와 성장속도에 미치는 영향을 알아보았다.

2. 실험방법

본 연구에서는 (100) 방향의 2인치 n형 Si 웨이퍼를 기관으로 사용하였다. Si 웨이퍼를 BOE(HF : H₂O : NH₄F, Buffered Oxide Etch) 용액에 넣고 1분간 초음파처리를 하여 표면산화층을 제거하고 아세톤과 메탄올로 각 3분간 초음파 세정을 하였다. Si 웨이퍼 표면에 다이아몬드 입자의 핵생성 자리를 만들기 위하여 100~200 nm 크기의 다이아몬드 분말을 분산시킨 에탄올에서 1시간 동안 초음파 처리를 한 후 기관 표면에 남아 있을 다이아몬드 분말과 불순물을 제거하기 위하여 메탄올을 사용하여 1시간 동안 초음파 세척을 하였다. 전처리 후, 기관은 질소 가스를 사용하여 건조시켰다.

MPCVD 시스템을 사용하여 나노결정질 다이아몬드 박막을 증착하였다. 전처리 후 실리콘 기관을 기관지지대 중앙에 위치시키고 로터리 펌프를 사용하여 초기 진공을 약 5.0×10^{-3} torr 이하까지 배기하여 진공을 유지시킨 후, Ar과 CH₄ 가스를 MFC를

Table 1. Deposition condition of diamond film

Base pressure (Torr)	5.0×10^{-3}
Working pressure (Torr)	110
Microwave power (kW)	1.2
Temperature (°C)	400, 500, 600, 700
Gas flow rate (sccm)	Ar/CH ₄ = 200/2
Deposition time (h)	0.5, 1, 2, 4
Negative DC bias (V)	0, 50, 100, 150, 200

이용하여 챔버 내부로 주입하였다. 이때 압력은 110 torr를 유지하도록 조절하였고, 플라즈마를 형성한 후에 온도조절기를 사용하여 원하는 온도까지 기관온도를 증가시켰다. 기관의 온도는 폴리브덴(Mo) 기관지지대 아래에 설치된 후연 가열체를 사용하여 조절하였으며, 기관지지대 중앙 아래에 K-type의 열전대를 위치시켜 기관온도를 측정하였다. 기관 지지대가 음(-), 챔버가 양(+), 되도록 직류 바이어스를 인가하여 실험을 진행하였다. Microwave 인가전력, 작업압력, Ar/CH₄ 비율, DC bias 인가전압 등의 증착조건들을 표 1에 나타내었다.

시편의 표면과 단면의 형상과 미세구조를 관찰하고 다이아몬드 입자 및 박막의 두께를 관찰하기 위하여 히타치 S-4700 전계방사주사전자현미경(FESEM)을 사용하였다. 다이아몬드 박막의 표면거칠기를 시마즈 SPA-400 원자간력현미경(AFM)을 사용하여 $10 \mu\text{m}^2$ 면적을 스캔하여 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

기관 온도를 600°C로 하고 바이어스를 0에서 -200 V까지 50 V 간격으로 변화시키고 증착시간을 0.5, 1, 2 h로 변화시키며 증착한 시편의 단면 FESEM 사진을 그림 1에 나타내었다.

먼저 바이어스를 가하지 않은 상태(0 V)에서 증착한 시편을 보면, 증착시간이 증가함에 따라 Si 기관 위에 있는 입자의 크기(높이)가 증가하고 있다. 한 시편 내에서 각 입자들의 높이는 거의 같고, 2 h 증착한 상태에서도 완전한 박막이 형성되지 않았음을 관찰할 수 있다.

바이어스를 -50 V로 유지한 후 증착한 시편들의 단면 사진을 보면, 바이어스를 인가하지 않은 시편보다 더 빠른 시간(2 h)에 박막이 형성되었음이 관찰된다. 한 시편에서 각 입자들의 높이는 거의 동일하다. 바이어스를 -50 V로 유지했을 때 입자나 박막의 높이가 바이어스를 인가하지 않은 시편에 비해 약간 낮은 것이 관찰되는데, 이는 이온 포격에 의한 표면 에칭으로 입자나 박막의 높이 성장을

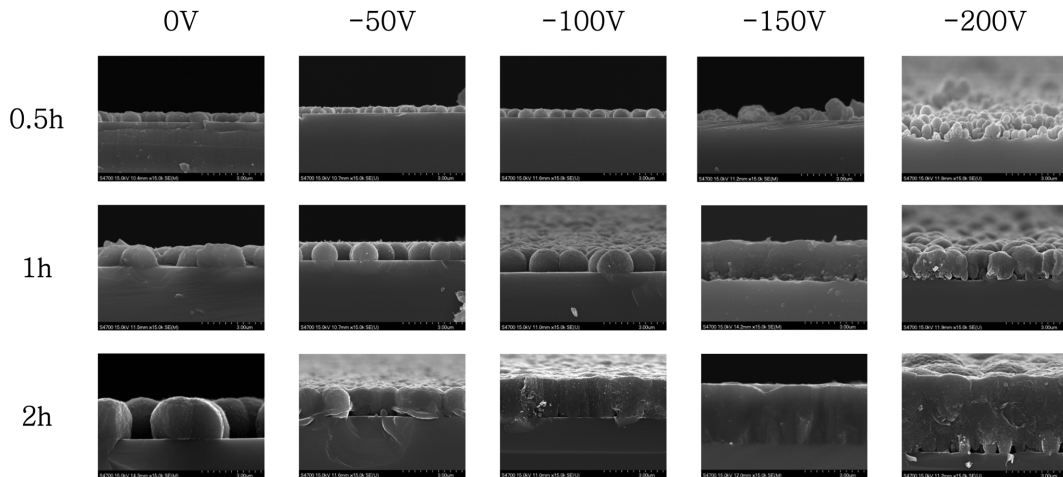


Fig. 1. Cross sectional FESEM images of the diamond films deposited at 600°C with different bias voltages for different times. All micrographs have the same magnification.

일부 억제한 것으로 생각된다. 이런 표면 에칭의 결과로 2 h 성장한 시편의 표면에 작은 곰보 자국이 형성된 것으로 판단된다.

바이어스를 -100 V 인가한 상태에서 증착시킨 시편들의 사진을 보면, -50 V 조건 시편들보다 입자 성장이 더 빨라지고 입자간의 유착(coalescence)에 의해 2 h에 완전한 박막이 형성되었다. 이온포격에 의한 표면 에칭의 결과, -50 V의 조건에서처럼 -100 V 조건에서 2 h 성장한 시편의 표면에 작은 곰보 자국이 형성된 것으로 판단된다.

바이어스 -150 V 조건에서 증착시킨 시편들의 사진을 보면, 완전한 박막으로 형성되는 시간이 1 h로 줄었다. -150 V를 인가한 시편에서 하나의 입자 위에 다른 입자가 생성되어 성장하여 입자의 높이는 평균적으로 증가하였지만, 입자 간에 높이 차이가 나고, 전체 표면이 평활하지 않고 불규칙해진 것을 알 수 있다.

바이어스 -200 V 조건의 시편들에서는 입자의 성장이 다른 조건의 시편보다 빠르고 박막 위에 2차 입자가 생성되었음을 볼 수 있다. 입자들이 서로 붙어 있고 2차 입자들이 형성되어 성장함으로써 표면의 모양이 불규칙함을 보인다. 다른 바이어스 조건의 시편에 비하여 매우 빠르게 입자 및 박막이 성장하였다. 그러나 박막의 하부 구조가 치밀하지 않은 것이 확인된다. 이는 큰 바이어스에 의하여 과도한 에너지의 이온 포격으로 기판뿐만 아니라 입자 위에서도 2차 입자의 핵생성이 시작되고 빠르게 성장하여 탄소종이 하부의 입자로 공급되는 통로가 차단됐기 때문으로 판단된다.

기판온도 600°C에서 바이어스 전압을 바꿔가면서 0.5 h 동안 증착한 시편들에 대하여 바이어스 전압의 변화에 따른 입자 표면밀도의 변화를 그림 2에

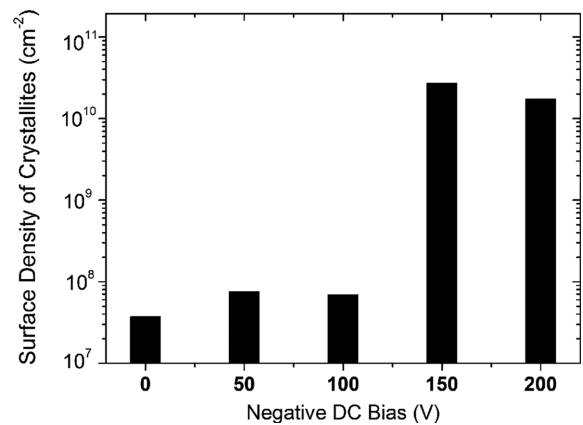


Fig. 2. Change of surface density of diamond crystallites with negative DC bias.

나타내었다. 바이어스 인가전압이 증가할수록 입자 표면밀도가 증가하는 것을 알 수 있다. -150 V 이상의 전압을 인가한 시편에서는 인가하지 않은 시편에 비해서 약 1,000배의 획기적인 입자 밀도의 증가를 보인다. 이는 충분히 큰 바이어스 전압을 인가하면 충분한 운동에너지를 갖는 양이온이 기판에 포격되어 표면에 다이아몬드 핵생성 자리의 밀도가 획기적으로 증가하기 때문으로 해석된다.

그림 3은 각 바이어스 조건별로 기판온도 600°C에서 2 h 동안 증착한 시편의 표면 거칠기 RMS 값을 그래프로 나타낸 것이다. 인가전압이 증가할수록 거친 표면을 갖는데, 이는 바이어스 전압의 영향으로 초기에는 입자밀도가 크고, 입자 크기가 작으나 증착시간의 경과에 따라 다이아몬드 입자 성장이 일어나 입자 크기가 조대해졌기 때문으로 해석된다. 이는 바이어스 전압이 증가할수록 양이온 포격의 증가로 인하여 입자 성장이 촉진된 결과와 그 경향이 일치한다.

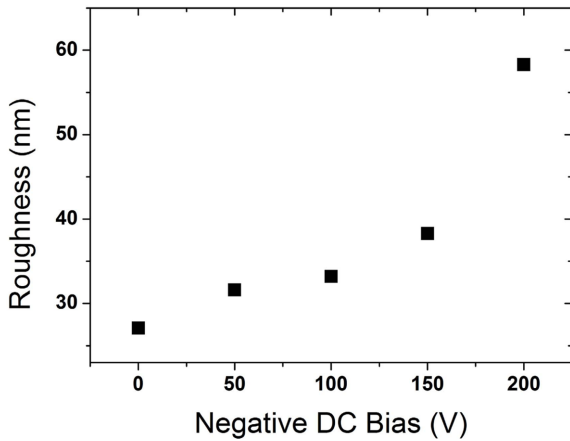


Fig. 3. Change of surface roughness of the diamond films deposited at 600°C for 2 h with different negative biases.

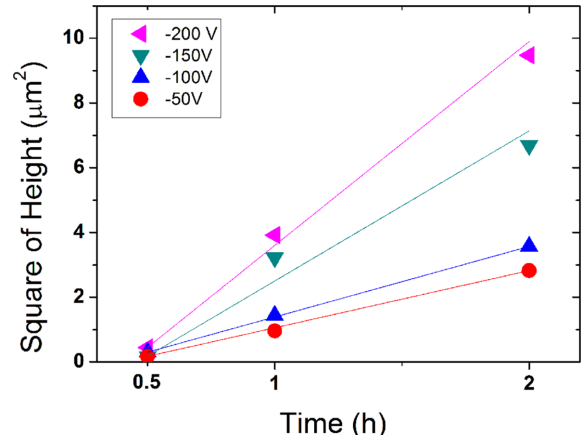


Fig. 5. Plot of the square of particle height versus deposition time at different bias conditions.

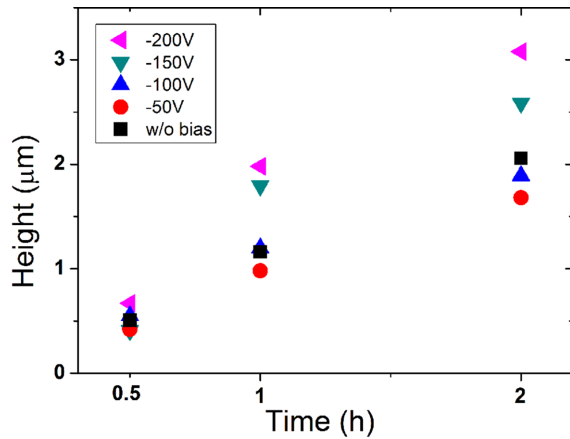


Fig. 4. Change of the height of diamond particles or films with deposition time at different bias conditions.

그림 4는 각 바이어스 조건에서 증착시간과 다이아몬드 입자 또는 박막 높이의 관계를 나타낸 그래프이다. 낮은 바이어스 전압(-50 V, -100 V)의 시편에서는 바이어스가 없는 시편에 비해 동일한 증착시간에서 다이아몬드 입자(박막)의 높이가 오히려 감소함이 관찰된다. 이는 이온포격에 의한 표면 에칭으로 다이아몬드 입자(박막) 높이의 증가가 일부 억제되는 것으로 해석된다. 이밖에 낮은 바이어스 영역에서 플라즈마 특성의 변화 측면에서 그 이유를 생각해 볼 필요도 있어 보인다. 그러나 높은 바이어스 전압(-150 V, -200 V)의 시편에서는 바이어스에 의해 박막 성장이 상당히 촉진되었음을 볼 수 있다.

다이아몬드 입자 또는 박막 높이의 증착시간 의존성을 알아보기 위해 각 바이어스 조건에서 증착시간(t)과 다이아몬드 입자(박막) 높이의 제곱(h²)의 관계를 그림 5에 그려 보았다. 그림 4에 비하여 그림 5에서 동일한 전압 인가 조건에서 각 데이터 포

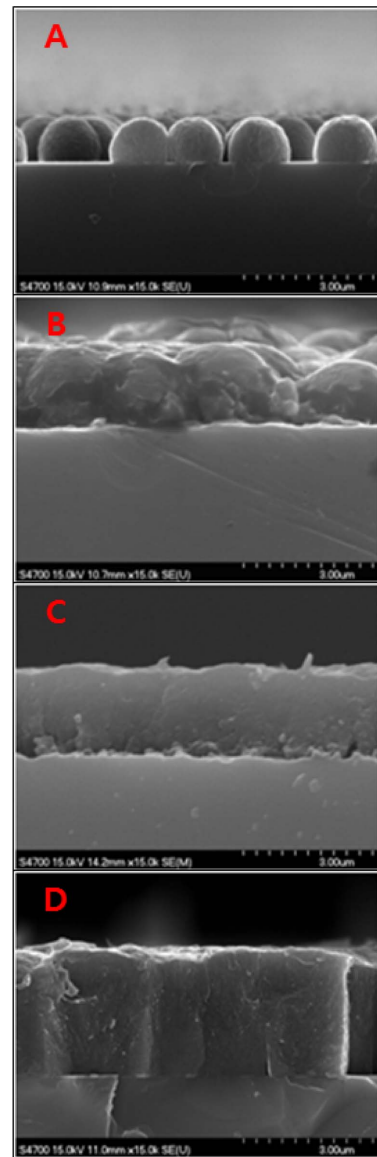


Fig. 6. Cross sectional FESEM images of the diamond films deposited for 1 h with -150 V at 400°C (A), 500°C (B), 600°C (C), and 700°C (D).

인트의 시간 축에 대한 선형성이 뚜렷한 것으로 보아, 바이어스를 인가한 시편에서 다이아몬드 입자(박막) 성장이 $h = k\sqrt{t}$ 의 성장속도 규칙을 따르는 것으로 해석할 수 있다.

바이어스 조건 하에서 나노결정질 다이아몬드 박막 성장의 온도 의존성에 대해 알아보기 위하여 바이어스 -150 V 를 인가하고 기판온도를 400°C 에서 700°C 까지 100°C 단위로 변화시켜 다이아몬드 박막을 증착하였는데, 그 중에서 1h 증착한 시편의 단면 FESEM 관찰 결과를 그림 6에 나타내었다. 기판온도의 증가로 인해 입자의 성장속도가 빨라져 빠른 시간에 입자간 유착이 일어나 연속적인 박막을 형성하는 시간이 단축되고 있다.

바이어스 조건 하에서 나노결정질 다이아몬드 박막 성장속도의 온도 의존성을 알아보기 위해 각 온도에서 입자 또는 박막의 높이를 측정하여 입자(박막) 높이의 제곱(h^2)과 증착시간(t)의 관계를 그래프로 나타내면 그림 7에 보이듯이 각 온도에서 선형성을 보였다. 이는 바이어스 환경에서 다이아몬드 입자(박막)가 $h = k\sqrt{t}$ 의 성장 규칙을 따른다는 것을 의미한다.

그림 7에서 하나의 기판온도에 대한 각 데이터 포인트를 잇는 직선의 기울기를 선형회귀분석으로 구하면 그 온도에서의 성장속도상수(k) 값을 얻을 수 있다. 그림 8은 각 온도에서의 성장속도상수(k) 값의 로그를 취하고 온도의 역수에 대하여 표시한 Arrhenius 그래프이다. 성장속도상수(k)는 다음과 같은 Arrhenius 방정식에 의해 나타낼 수 있다.

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{E_a}{RT_s}\right)$$

여기서 k_0 은 최대 성장속도, E_a 는 활성화 에너지, R

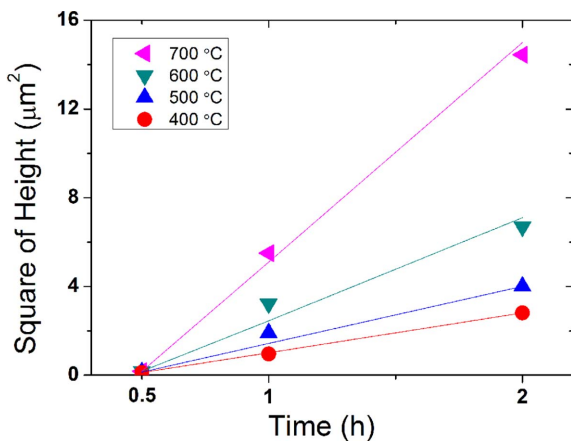


Fig. 7. Plot of the square of particle height versus deposition time at different temperatures with -150 V condition.

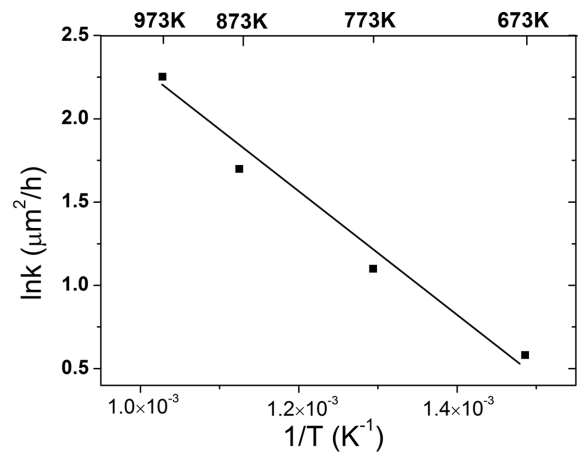


Fig. 8. Arrhenius plot of the particle growth rate versus reciprocal temperature.

은 기체상수, 그리고 T_s 는 기판온도이다. 그림 8에서 각 기판온도에 대한 성장속도상수의 자연로그 값과 $1/T_s$ 의 그래프에서 선형회귀분석에 의해 기울기 값으로부터 계산한 활성화에너지 값은 7.19 kcal/mol (0.31 eV/atom)이다.

박막 성장 과정은 다음과 같은 식^{11,12)}으로 나타낼 수 있다.

$$\frac{dV}{dt} = \Omega J_v A + \Omega J_s Da$$

여기서 V 는 입자의 부피, A 는 입자의 표면적, D 는 입자와 기판의 경계선 길이, J_v 는 입자 위 탄소종의 유속, J_s 는 입자에서 표면 확산의 유속이다. 다이아몬드 입자를 반구(semisphere)라고 가정하면 $V = (2/3)\pi r^3$, $A = 2\pi r^2$, $D = \pi r$ 이고, 이것들을 위의 식에 대입하면 다음과 같아진다.

$$\frac{dr}{dt} = \Omega J_v + \Omega J_s \frac{a}{2r}$$

위 식에서 오른쪽의 첫 번째 항이 두 번째 항에 비해 값이 아주 클 경우, 적분을 하면 $r = k't$ 의 관계를 가지는 성장을 보일 것이다. 이는 성장의 율속 단계가 입자 표면에서의 반응(surface reaction)에 있음을 의미한다. 반대로 두 번째 항이 첫 번째 항을 무시할 만큼 클 경우, 적분을 하면 $r = k\sqrt{t}$ 의 관계를 가지는 성장을 보이고 이는 율속 단계가 기판 또는 박막 표면에서의 확산(surface diffusion)임을 의미한다.

완전한 박막이 형성된 이후의 성장 과정에서 입자 모양이 반구형이 아니라도 입자의 1차원 길이 또는 박막의 두께에 대해서 위와 유사한 성장속도 식이 얻어진다. 입자의 반지름(r)과 입자 또는 박막

Table 2. Activation energies of various studies

Reports	E_a (kcal/mol)	Temp (°C)	Object
This study	7.19	400~700	BEN
Jung ¹⁰⁾	4.37	400~700	Particle
Jung ¹⁰⁾	3.89	400~700	Film
McCauley ¹³⁾	5.85	500~900	Film
Xiao ¹⁴⁾	2~3	400~800	Film

의 높이(h)가 비례한다고 가정하면, 바이어스 하에서 입자(박막)의 높이는 시간에 따라 $h = k\sqrt{t}$ 의 성장 규칙을 따르고, 율속 단계는 표면 확산이라고 해석할 수 있다.

이전 연구¹⁰⁾에 의하면, 다이아몬드 입자 성장의 율속 단계는 탄소종의 표면 확산이고, 다이아몬드 박막 성장의 율속 단계는 표면 반응으로 나타난다. 이번 연구에서는 인가된 바이어스에 의해 이온종의 활성화가 촉진되어 박막 위에서의 반응이 왕성하여 박막 성장에서 율속 단계가 표면 확산 과정으로 나타난 것으로 판단된다.

표 2는 Ar/1%CH₄ 기체를 사용해서 400~900°C 범위에서 MPCVD 방법으로 NCD 박막을 성장할 때 여러 연구자들에 의해 보고된 활성화에너지 값을 나타낸 것이다. 이 표에 의하면 본 연구에서 얻어진 BEN에 의한 NCD 박막 성장의 활성화에너지 값은 DC 바이어스 없이 같은 기체 분위기를 사용한 다른 연구에서 얻어진 값과 비슷하거나 조금 큰 정도이다. 이렇게 작은 활성화에너지 값은 성장에 관여하는 플라즈마 내의 탄소 활성화종이 C₂ 분자라는 실험 보고^{5,13)} 및 이론적 연구¹⁵⁾가 발표된 적이 있으나, 측정된 활성화 에너지 값으로부터 다이아몬드 박막 성장 과정을 구성하는 단계 중에서 어느 단계가 전체 성장속도를 결정하는지를 논의하기 위해서는 이론적 연구가 아직 부족한 상태이다. 정확한 논의를 위해서 더 많은 데이터의 수집과 추가적인 연구가 필요하다.

4. 결 론

실리콘 기판 위에 마이크로웨이브 플라즈마 화학 기상증착법을 이용하여 DC 바이어스 전압을 변화시키며 나노결정질 다이아몬드 박막을 증착하여 다이아몬드 입자와 박막의 성장에 대해 연구하였다. 낮은 음의 바이어스(50 V, 100 V)를 인가한 경우, 증착속도가 오히려 근소하게 감소되었는데 이는 이온 포격에 의한 스퍼터링 효과나 플라즈마 특성의 변화 때문으로 해석된다. 150 V 이상의 음의 바이어

스를 인가한 경우에는 인가하지 않은 경우에 비해서 빠른 시간에 다이아몬드 입자들이 박막으로 성장하였으며, 박막의 표면 거칠기는 상대적으로 증가하였다. 음의 바이어스 전압이 증가할수록 다이아몬드 박막의 성장속도가 증가하는 것이 관찰되었다. 이는 바이어스가 커질수록 플라즈마 내의 탄소 및 아르곤 이온들이 더 큰 에너지로 기판에 포격되어 다이아몬드 입자의 핵 밀도를 두 자리 숫자 이상으로 증가시키고 다이아몬드 박막 형성 이후에는 다이아몬드 입자의 2차 핵생성을 촉진하여 입자 및 박막의 성장을 가속시킨 것으로 해석된다. -150 V 바이어스 하에서 다이아몬드 박막의 높이(h)는 증착시간(t)과 $h = k\sqrt{t}$ 의 관계를 보였으며, 성장속도 상수 k의 온도의존성으로부터 다이아몬드 박막 성장을 위한 활성화에너지 값으로 7.19 kcal/mol이 얻어졌다. 다이아몬드 박막 성장의 율속 단계는 탄소종의 표면 확산으로 판단되나 정확한 해석을 위해서는 더 정교한 이론적인 예측 결과가 필요하다.

후 기

본 연구는 지식경제부 ‘소재원천기술개발사업’의 지원으로 수행되었다. 실험자료 정리를 도와준 나봉권, 명재우 군에게 감사드린다.

참고문헌

1. S. Yugo, T. Kanai, T. Kimura, T. Muto, Appl. Phys. Lett., 58 (1991) 1036.
2. S. Yugo, T. Kimura, T. Kanai, Diamond Relat. Mater., 2 (1993) 328.
3. B. R. Stoner, G-H. Ma, S. D. Wolter, J. T. Glass, Phys. Rev. B, 45B (1992) 11057.
4. B. R. Stoner, G-H. Ma, S. D. Wolter, W. Zhu, Y. C. Wang, R. F. Davis, J. T. Glass, Diamond Relat. Mater., 2 (1993) 142.
5. D. M. Gruen, Annu. Rev. Mater. Sci., 29 (1999) 211.
6. Y. C. Lee, S. J. Lin, C. Y. Lin, M. C. Yip, W. Fang, I. N. Lin, Diamond Relat. Mater., 15 (2006) 2046.
7. Y. C. Chen, X. Y. Zhong, A. R. Konicek, D. S. Grierson, N. H. Tai, I. N. Lin, B. Kabius, J. M. Hiller, A. V. Sumant, R. W. Carpick, O. Auciello, Appl. Phys. Lett., 92 (2008) 133113.
8. S. H. Choi, C. H. Kang, MRS Proc. 1035E-L05-16 (2007).
9. D. Y. Jung, C. H. Kang, J. Kor. Inst. Surf. Eng., 42 (2009) 216.
10. D. Y. Jung, C. H. Kang, J. Kor. Inst. Surf. Eng., 44 (2011) 131.

11. J. A. Venables, G. D. T. Spiller, M. Hanbcken, Rep. Prog. Phys. 47 (1984) 399.
12. A. R. Kim, H. J. Park, K. H. Jeong, J. G. Lee, H. S. Nam, E. G. Lee, C. H. Kang, Thin Solid Films, 517 (2009) 3827.
13. T. G. McCauley, D. M. Gruen, A. R. Krauss, Appl. Phys. Lett., 73 (1998) 1646.
14. X. Xiao, J. Birrel, J. E. Gerbi, O. Auciello, J. A. Carlisle, J. Appl. Phys., 96 (2004) 2232.
15. M. Sternberg, P. Zapol, L. A. Curtiss, Phys. Rev. B, 69 (2003) 205330.