

## Аномальное протекание $\alpha \rightarrow \gamma$ фазового перехода в железе: результаты *in situ* нейтронного дифракционного эксперимента

А. М. Балагуров<sup>+,\*</sup>, И. А. Бобриков<sup>+,1)</sup>, И. С. Головин<sup>#,2)</sup>

<sup>+</sup>Объединенный институт ядерных исследований, 141980 Дубна, Россия

<sup>\*</sup>Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119991 Москва, Россия

<sup>#</sup>Национальный исследовательский технологический университет “МИСиС”, 119049 Москва, Россия

Поступила в редакцию 26 марта 2018 г.

Проведены нейтронные дифракционные исследования структурного  $\alpha \rightarrow \gamma$  перехода ( $T_c \approx 911^\circ\text{C}$ ) в образцах железа, находящихся в разном исходном состоянии. В литом железе в области  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения наблюдается аномальное исчезновение дифракционной картины. При повторных нагревах литого образца этот эффект становится менее выраженным, а при нагреве порошка железа он отсутствует. Обосновано предположение, что наблюдаемые эффекты связаны с образованием в ходе перехода паракристаллических кластеров малых размеров с большой дисперсией параметров ячейки. Кинетика образования кластеров замедлена в литых образцах, что и приводит к временному исчезновению дифракционной картины. Эти результаты позволяют по-новому представить процессы, происходящие на атомном уровне в ходе  $\alpha \rightarrow \gamma$  перехода в железе.

DOI: 10.7868/S0370274X18090084

**Введение.** Стали и сплавы на основе железа до настоящего времени являются основными конструкционными материалами, демонстрирующими впечатляющее разнообразие полезных качеств, и, соответственно, они активно изучаются уже на протяжении столетий. В то же время, по крайней мере, некоторые фундаментальные свойства их основного компонента – железа – до сих пор не получили своего общепринятого объяснения. В частности, это касается механизма фазовых переходов между его аллотропными модификациями. Из сравнительно недавних публикаций, в которых подробно обсуждаются существующие проблемы и приводятся многочисленные литературные ссылки, можно отметить статьи [1–3]. Первые две из них являются примерами компьютерных вычислений, в которых выявляются некоторые особенности  $\alpha \rightarrow \gamma$  структурного перехода в железе. В частности, в этих работах подчеркивается роль магнитных взаимодействий в сценариях структурных превращений. В третьей работе дан обзор последних достижений в разработке количественной теории всех известных переходов в железе и сталях. В обзорной работе [4] подробно рассмотрено, что дает метод молекулярной динамики при симуляции  $\alpha \rightarrow \gamma$  перехода в железе. Одно из достоинств этого метода – возможность учесть влияние на про-

цесс перестройки атомной структуры границ зерен, дислокаций, межфазных границ и др. В то же время, в [4] сделан вывод, что пока не указан потенциал межатомного взаимодействия, который позволил бы достаточно полно описать переходы в железе.

Первая предложенная и наиболее часто используемая при теоретическом анализе перестройки атомов при  $\alpha \rightarrow \gamma$  переходе в железе и сталях модель Бэйна [5] предполагает растяжение ОЦК ячейки вдоль одной из осей 4-го порядка на  $\sim 21\%$  и сжатие в перпендикулярной плоскости на  $\sim 12\%$ . Образуется объемно-центрированная тетрагональная ячейка, в которой смена осей переводит ее в ГЦК ячейку. Как указывается в монографии [6], такая перестройка атомов не предполагает их координированные перемещения в отличие от перестройки при кооперативном (мартенситном) переходе. Однако скорость превращения столь велика, что, несмотря на большие деформации, дальний порядок фактически сохраняется на всех стадиях перестройки структуры.

Одной из ключевых проблем при теоретическом анализе  $\alpha \rightarrow \gamma$  перехода в железе является недостаток микроскопических данных, напрямую относящихся к перестройке атомной структуры. Для их получения в настоящей работе впервые использована дифракция нейтронов *in situ* и в реальном времени на нескольких типах образцов относительно чистого железа, что позволило наблюдать объемные эффек-

<sup>1)</sup>e-mail: bobrikov@nf.jinr.ru

ты и исключить влияние поверхностных и локальных неоднородностей, неизбежных в крупнозернистых сплавах. Как следует из полученных нами экспериментальных данных, результаты оказались весьма неожиданными, а именно, в некоторых случаях наблюдалась сильно замедленная кинетика перехода с почти полной потерей дифракционного дальнего порядка в структуре, что позволяет по-новому представить процессы, происходящие на атомном уровне в ходе  $\alpha \rightarrow \gamma$  перехода в железе.

**Образцы и эксперимент.** Эксперименты проведены на трех типах образцов: мелкокристаллическом порошке железа, литом железе, полученном разливом в форму, и литом железе, прошедшем цикл медленного нагрева до полного превращения в  $\gamma$ -фазу и медленного охлаждения до возврата в  $\alpha$ -фазу. Элементный состав образцов соответствовал технически чистому железу, марки 008ЖР (ТУ 14-1-2033-77) и 01ЮТ (ТУ 14-106-632-2001), с суммарной долей примесей, не превышающей 0.5%, и контролировался методом EDS. С каждым из типов образцов цикл нагрева-охлаждения повторялся трижды. Далее изложены результаты экспериментов на одном из свежих литых (обозначен как Fe-1) и порошковым (Fe-2) образцах железа марки 008ЖР, остальные полученные данные рассматриваются как подтверждающие.

Измерения дифракционных спектров выполнены на фурье-дифрактометре высокого разрешения (HRFD) [7, 8], на импульсном реакторе ИБР-2 в ОИЯИ (Дубна). Особенностью HRFD является возможность быстрого переключения с режима высокого разрешения ( $\Delta d/d \approx 0.0015$ ) на режим высокой светосилы, в котором дифракционная информация может накапливаться со средним разрешением ( $\Delta d/d \approx 0.015$ ), но за очень короткие ( $\sim 1$  мин, а при необходимости вплоть до 0.2 с) интервалы времени,  $t_s$ .

Нагрев образцов до 960 °С проводился в вакуумной печи (Standard I.L.L. 1800C Furnace [9]) с шахтной загрузкой образца, с расположенными по окружности нагревателями и несколькими ванадиевыми экранами. Регулировка температуры осуществлялась контроллером WEST 4100+ (термопара тип К). Основные эксперименты проведены в режиме линейного увеличения температуры со временем с разными скоростями ( $\Delta T/\Delta t$ ) ее изменения, от 0.5 до 2.2 °С/мин. Охлаждение велось с такой же скоростью, что и нагрев. Время для набора статистики,  $t_s$ , выбиралось в 2 раза короче, чем интервал времени изменения температуры на 1 градус, т.е., например, при  $\Delta T/\Delta t = 2$  °/мин использовалось  $t_s = 1$  мин.

**Анализ дифракционных спектров.** По литературным данным в чистом железе первый структурный переход происходит при 910–912 °С. Низкотемпературная  $\alpha$ -фаза (феррит) имеет объемно-центрированную (ОЦК,  $Im\bar{3}m$ ,  $a = 2.867$  Å) элементарную ячейку, высокотемпературная  $\gamma$ -фаза (аустенит) имеет гранецентрированную ячейку (ГЦК,  $Fm\bar{3}m$ ,  $a = 3.651$  Å, при  $T \approx 912$  °С). При  $T_C \approx 770$  °С, железо теряет ферромагнитное упорядочение и переходит в парамагнитную  $\alpha$ -фазу (ранее она обозначалась как  $\beta$ -фаза), но атомная структура при этом не меняется.

Для интегральных интенсивностей дифракционных пиков (hkl), из которых может быть определена объемная доля структурных фаз в образце, справедливо соотношение:

$$I_{hkl} = K \cdot L \cdot j \cdot |F_{hkl}|^2 / V_a^2, \quad (1)$$

где  $K$  – нормировочная константа,  $L$  и  $j$  – факторы Лоренца и повторяемости,  $F_{hkl}$  – структурный фактор,  $V_a$  – атомный объем (объем элементарной ячейки на 1 формульную единицу). С точностью до температурной поправки (фактор Дебая–Валлера) структурные факторы  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз при расчете на одну формульную единицу одинаковы и не зависят от (hkl):  $F = b_{Fe} = 0.945 \cdot 10^{-12}$  см,  $b_{Fe}$  – когерентная длина рассеяния нейтронов.

Оценка характеристик микроструктуры образца – характерного размера областей когерентного рассеяния (ОКР) и величины статических микродеформаций проводилась путем анализа ширин дифракционных пиков по методу Вильямсона–Холла. Для дифрактометра по времени пролета, каким является HRFD, зависимость ширины пика,  $\Delta d$ , от межплоскостного расстояния,  $d$ , записывается в виде:

$$(\Delta d)^2 = C_1 + (C_2 + C_3) \cdot d^2 + C_4 \cdot d^4, \quad (2)$$

где  $C_1$  и  $C_2$  – константы, связанные с функцией разрешения дифрактометра, а микродеформации,  $\varepsilon$ , и конечные размеры областей когерентного рассеяния (ОКР),  $L_{coh}$ , входят в константы  $C_3$  и  $C_4$  следующим образом:  $C_3 \approx (2\varepsilon)^2$ ,  $C_4 \approx (1/L_{coh})^2$ . При отсутствии эффекта размера (т.е. для больших ОКР), зависимости  $(\Delta d)^2$  от  $d^2$  будут линейными, при его наличии – параболическими. Соответственно, строя эти зависимости в достаточно большом интервале  $d_{hkl}$ , можно определить  $\varepsilon$  и  $L$ . В режиме высокого разрешения на HRFD можно определять микродеформации в кристаллитах на уровне  $\varepsilon \approx 4 \cdot 10^{-4}$  и больше, а размеры ОКР на уровне  $L_{coh} \approx 3000$  Å и меньше.

Примеры дифракционных спектров высокого разрешения, измеренных при 20 °С и 912 °С, по-

казаны на рис. 1. В исходном состоянии образца

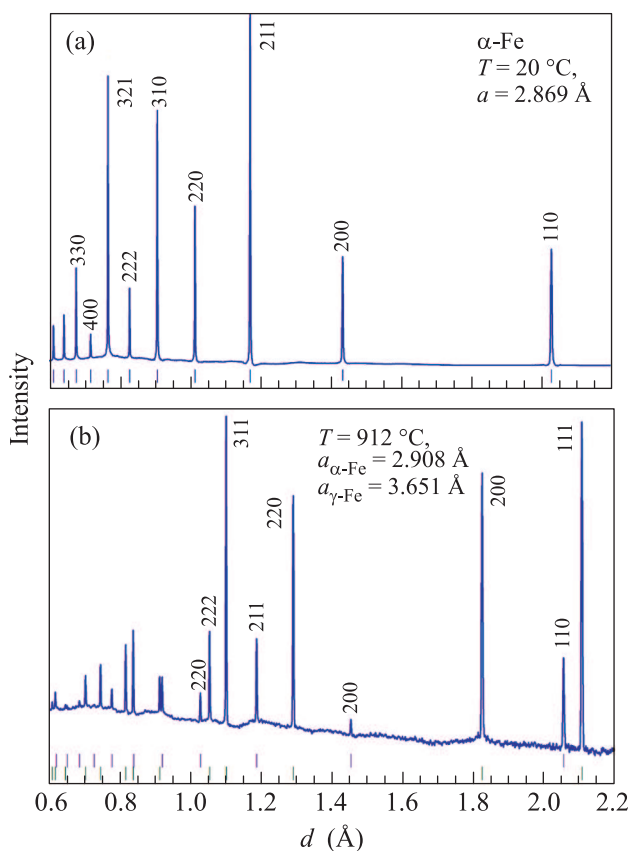


Рис. 1. (Цветной онлайн) Спектры высокого разрешения, измеренные на одном из образцов литого железа при 20 °C (a) и 912 °C (b). При комнатной температуре в спектре присутствуют пики только от  $\alpha$ -Fe, при высокой температуре спектр двухфазный:  $\alpha$ -Fe (верхний ряд штрихов) +  $\gamma$ -Fe (нижний ряд штрихов). Для некоторых пиков указаны индексы Миллера (hkl)

спектр однофазный с малым и ровным фоном. При высокой температуре видны пики обеих  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз, фон заметно возрос и стал модулированным из-за частичной потери дальнего порядка в расположении атомов. Ширины пиков (полная ширина на половине высоты) находились путем описания их профилей экспериментально измеренной функцией. Для исходного состояния зависимость  $(\Delta d)^2$  от  $d^2$  показана на рис. 2. Она квадратичная и соответствует характерному размеру ОКР  $L_{\text{coh}} \approx 1700 \text{ \AA}$ . Линейный член в этой зависимости практически совпадает с вкладом от функции разрешения, соответственно, микродеформации в кристаллитах малы. При высоких температурах в области фазового перехода размерный эффект из зависимостей  $(\Delta d)^2$  от  $d^2$  пропадает ( $L_{\text{coh}} > 3000 \text{ \AA}$ ) и появляется очень небольшой вклад от микродеформаций ( $\varepsilon \approx 0.0005$ ).

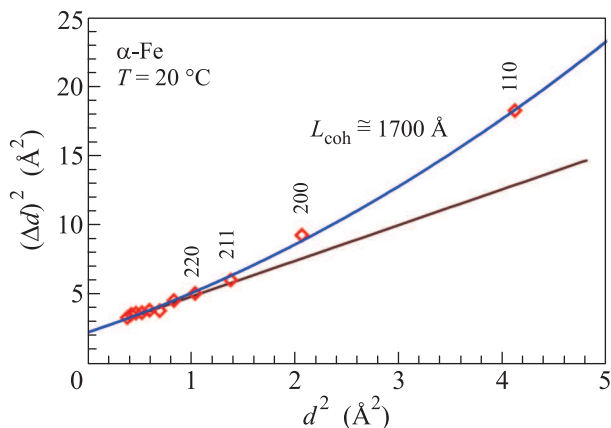


Рис. 2. (Цветной онлайн) Зависимость ширины пиков от межплоскостного расстояния для исходного состояния литого железа ( $\alpha$ -фаза). Наблюдается параболическая зависимость  $(\Delta d)^2$  от  $d^2$ , что означает присутствие эффекта размера. Линейный член в зависимости  $(\Delta d)^2$  от  $d^2$  практически совпадает с вкладом от функции разрешения. Ошибки экспериментальных точек близки к размерам символов, нижняя прямая – функция разрешения HRFD, величины  $(\Delta d)^2$  умножены на  $10^6$

На рис. 3  $\alpha \rightarrow \gamma$  переход показан в виде 2D-распределений интенсивностей пиков в координатах межплоскостное расстояние – температура (время) для образцов Fe-1 (литой) и Fe-2 (порошок), измеренных при их нагревании с постоянной скоростью  $\Delta T/\Delta t \approx 0.5 \text{ °C/мин}$ . Видно, что для этих двух образцов переход протекает совершенно по-разному, а именно, в Fe-1  $\gamma$ -фаза появляется только после почти полного исчезновения  $\alpha$ -фазы, тогда как в Fe-2 наблюдается довольно широкая область их сосуществования.

Обработка дифракционных спектров заключалась в определении геометрических характеристик – площади, положении и ширины – нескольких первых (при больших  $d_{\text{hkl}}$ ) пиков с помощью специализированной программы SPEVA [10]. Площади пиков пропорциональны их интегральным интенсивностям, формула (1), и по ним определяются структура и фазовый состав вещества. Из положений пиков находят соответствующие им  $d_{\text{hkl}}$ , из которых определяется параметр элементарной ячейки и далее атомный объем и коэффициенты теплового расширения. Наконец, анализ ширины пиков позволяет контролировать размер когерентно рассеивающих блоков и уровень микродеформаций, формула (2), если они находятся в пределах чувствительности дифрактометра, как это было сделано в [11, 12].

Как интегральные интенсивности характерных дифракционных пиков  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз зависят от време-

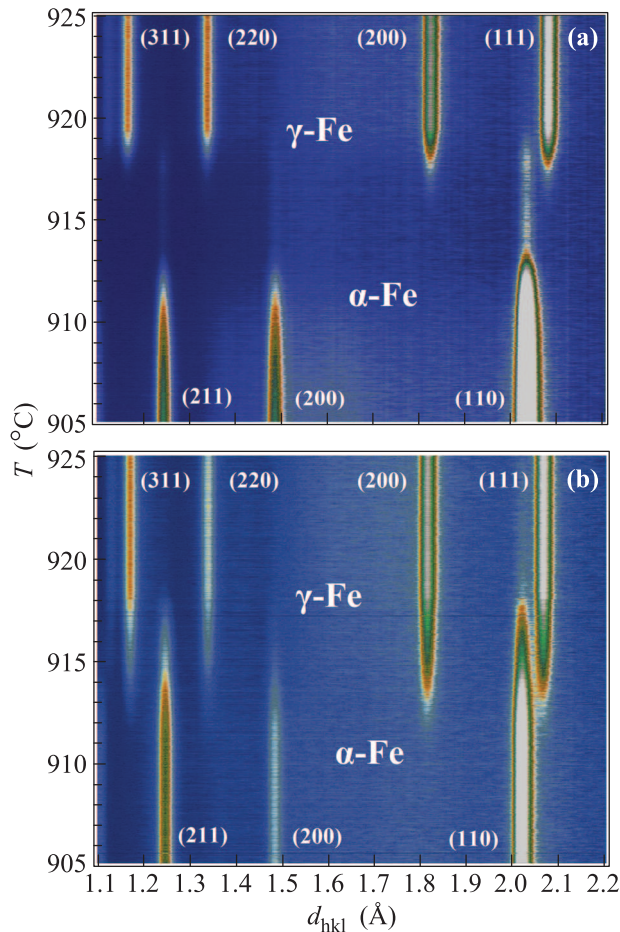


Рис. 3. (Цветной онлайн) 2D-представление дифракционных спектров от образцов железа Fe-1 (a) и Fe-2 (b) при их нагревании до  $960^{\circ}\text{C}$ . Показана область фазового  $\alpha \rightarrow \gamma$  перехода, соответствующая температуре  $911^{\circ}\text{C}$ . Ось температуры (времени) – снизу вверх, ось межплоскостных расстояний – слева направо. Исходное состояние –  $\alpha\text{-Fe}$ , для него указаны пики (110), (200) и (211). Конечное состояние –  $\gamma\text{-Fe}$ , для него указаны пики (111), (200), (220) и (311). В обоих случаях температура повышалась линейно со скоростью  $\Delta T/\Delta t \approx 0.5^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ . Регистрация дифракционных спектров происходила каждую секунду, т.е. каждая представленная карта содержит около 2000 спектров

ни и, соответственно, от температуры для образцов железа Fe-1 и Fe-2 показано на рис. 4. Для Fe-1 видно, что за  $\approx 15$  мин, т.е. в интервале  $\approx 30^{\circ}\text{C}$ , происходит резкое уменьшение интенсивности пиков  $\alpha$ -фазы (до  $\sim 6\%$ ) и только после этого появляются пики  $\gamma$ -фазы. В случае порошка изменение интенсивностей пиков происходит синхронно и за более короткое время. Видимый на рис. 3 и 4 разрыв между исчезновением  $\alpha$ -фазы и образованием  $\gamma$ -фазы подтвердился при нагреве всех исследованных литых образцов с

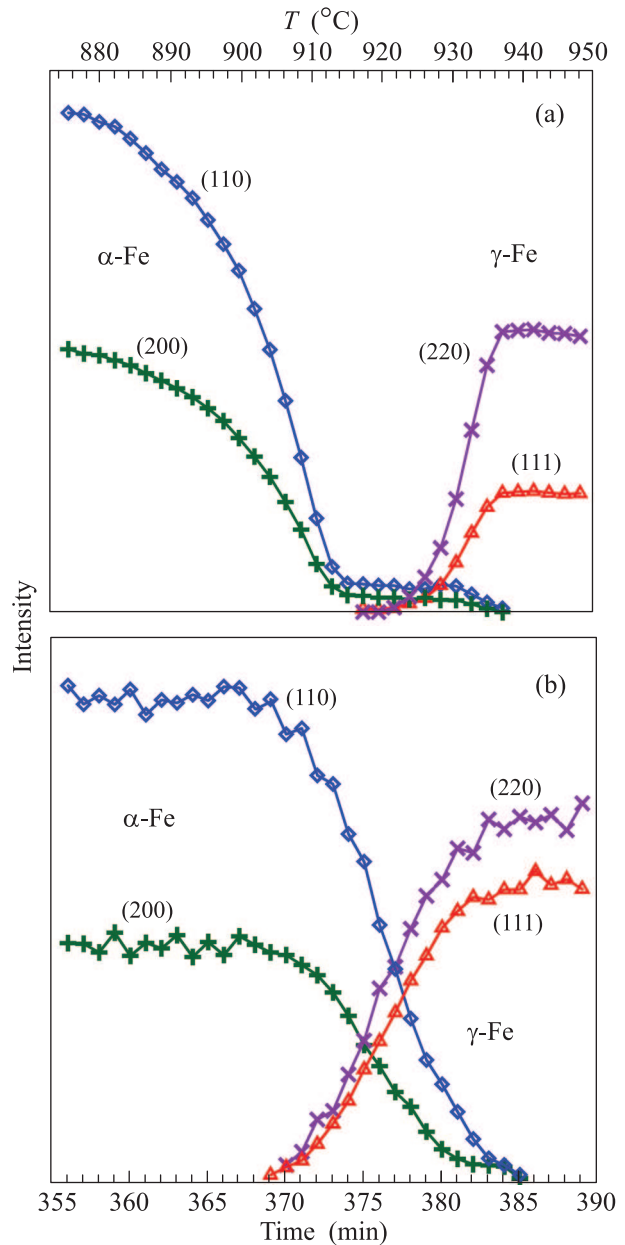


Рис. 4. (Цветной онлайн) Изменения в районе фазового перехода интенсивностей характерных дифракционных пиков (указаны их индексы Миллера)  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз при нагреве образцов железа Fe-1 (a) и Fe-2 (b). Скорость увеличения температуры составляла  $2.2^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ . Указаны шкала времени (b) и температуры (a)

точностью до содержания  $\alpha$ -фазы в середине области разрыва и его температурной ширины, которые в некоторой (небольшой) степени зависят от скорости нагрева. Для порошка ситуация выглядит радикально другой – изменение содержания фаз происходит синхронно и с пересечением уровня 0.5 в середине интервала времени, соответствующего появле-

нию  $\gamma$ -фазы и исчезновению  $\alpha$ -фазы. Эти эффекты иллюстрируются на рис. 5, где показано изменение

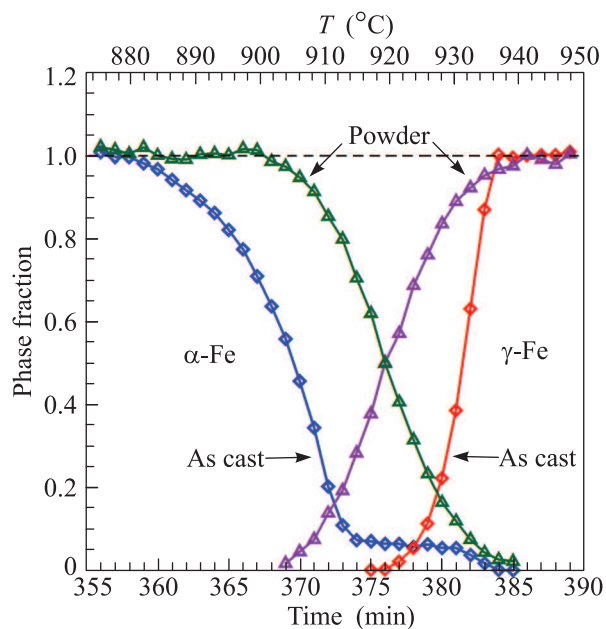


Рис. 5. (Цветной онлайн) Зависимости от времени содержания  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз от образцов железа Fe-1 (As cast, ромбы) и Fe-2 (Powder, треугольники) при их нагреве со скоростью  $2.2^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ . Указаны шкала времени (b) и температуры (a)

долей  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз для этих двух типов образцов. Если в порошке время от начала уменьшения  $\alpha$ -фазы до ее полного исчезновения составляет около 18 мин, то для литого образца это время и, соответственно, температурный интервал почти в 2 раза больше.

Эффект разрыва в содержании фаз практически отсутствует при охлаждении любых образцов, прошедших процедуру нагрева с переходом в  $\gamma$ -фазу. При повторном нагреве литых образцов, нагретых ранее до  $960^{\circ}\text{C}$  и охлажденных до комнатной температуры, эффект имеет промежуточный характер – провал в содержании фаз имеется, но не столь резко выраженный, как в исходных образцах (рис. 6).

Побочным, но интересным результатом проведенных экспериментов является поведение коэффициента теплового расширения (КТР)  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз при фазовом переходе (рис. 7). Видно, что атомный объем обеих фаз увеличивается с температурой линейно, но с разными КТР. В  $\gamma$ -фазе атомный объем меньше на 0.96% в соответствии с ее большей плотностью. В зависимостях от температуры ширин дифракционных пиков никаких особенностей не наблюдается, т.е. эффекты размера и микродеформаций себя никак не проявляют. Их отсутствие заметно отличает

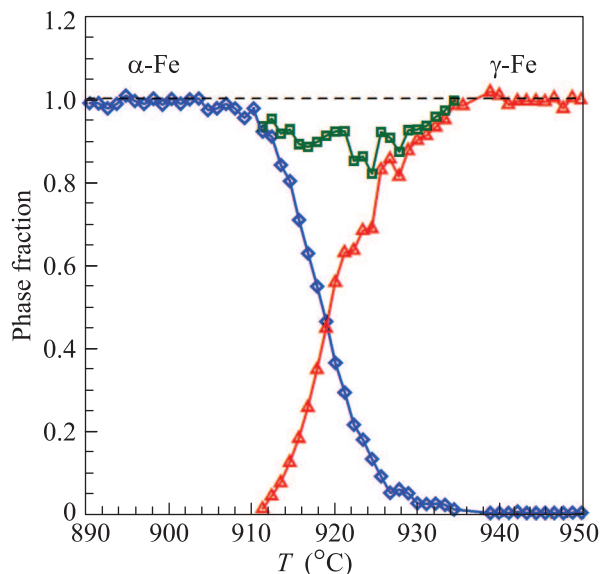


Рис. 6. (Цветной онлайн) Содержание  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз от образца железа Fe-1 (литой) при его повторном нагреве со скоростью около  $2.2^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ . Сумма содержания фаз (квадраты) имеет провал в области перехода

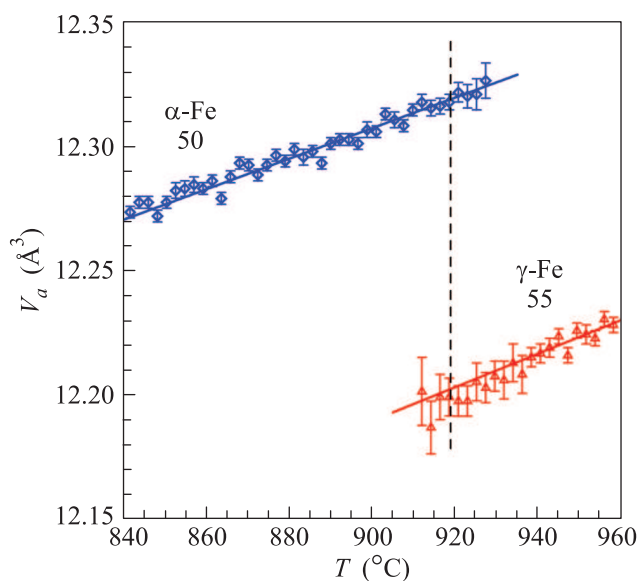


Рис. 7. (Цветной онлайн) Поведение атомных объемов  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз в области фазового перехода в образце Fe-2 (порошок). Цифрами указаны объемные коэффициенты ( $\kappa_V = 3\kappa_L$ ) теплового расширения (в единицах  $10^{-6} \text{ 1/K}$ ). Вертикальной пунктирной линией обозначена середина интервала, в котором происходит переход

переход в железе от аналогичного перехода в сплаве Fe-27Ga между упорядоченными фазами  $\text{D0}_3$  и  $\text{L1}_2$ , в ходе которого происходит резкое увеличение микродеформаций в кристаллитах [12].

**Обсуждение и выводы.** Из представленных результатов следует, что в противоречии с моделью Бэйна в литых образцах железа при их первом медленном нагреве реализуется сценарий перехода, в котором не проявляется тетрагональное искажение решетки, нет заметных микродеформаций и (в некотором интервале температур в области фазового перехода) отсутствует дифракционный дальний порядок. При повторных нагревах литого образца эффект исчезновения брэгговской дифракции сохраняется, но становится менее выраженным, а при охлаждении литого железа и при нагреве-охлаждении порошка железа он не наблюдается. Тем не менее, можно предполагать, что сценарий перехода одинаков во всех типах образцов железа, но по каким-то причинам его кинетика различна – медленная при первом нагреве литого железа и слишком быстрая для имеющихся возможностей наблюдения в остальных случаях.

Известно, что сохранение дальнего порядка в расположении атомов (и, соответственно, дифракционной картины) не является обязательным условием структурных фазовых переходов. Так, существуют соединения, испытывающие твердофазную аморфизацию при воздействии высокого давления (см. обзор [13]) или температуры [14]. Другим возможным вариантом пропадания дифракции при полиморфном фазовом переходе может быть дробление кристаллитов на кластеры малых размеров (на уровне нанометров) с большой дисперсией параметров элементарной ячейки. Такое “паракристаллическое состояние” наблюдалось, например, в работе [15] в экспериментах с  $\text{Eu}_2(\text{MoO}_4)_3$ . В этом случае элементарный акт перестройки структуры можно рассматривать как коллективный переход всех атомов кластера из одной фазы в другую. Теоретический анализ такого представления выполнен в работе [16].

Отсутствие модуляции интенсивности рассеяния, характерной для аморфного состояния, позволяет предположить, что в литых образцах железа  $\alpha \rightarrow \gamma$  переход осуществляется по второму варианту, а именно, по сценарию дробления кристаллитов исходной  $\alpha$ -фазы, которое затрагивает практически весь объем образца ( $> 90\%$ ). Из рис. 4 видно, что в литом образце уменьшение интенсивностей дифракционных пиков продолжается  $\sim 20$  мин, что соответствует температурному интервалу около  $40$  градусов, прежде, чем начинают появляться пики  $\gamma$ -фазы. Поскольку ширины остающихся пиков  $\alpha$ -фазы и появляющихся пиков  $\gamma$ -фазы не изменяются в течение всего перехода, можно утверждать, что собственно изменение размеров кристаллитов с макро- до мик-

роскопических происходит очень быстро, но кинетика их дробления в разных локальных объемах образца разная. Следует подчеркнуть, что различия в кинетике перехода в литом и порошковом образцах не связаны с уровнем исходных микродеформаций в литом образце поскольку, как следует из рис. 2, этот уровень мал, причем в ходе перехода он каких-либо заметных изменений не претерпевает. Линейность изменения со временем атомных объемов  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз (рис. 7) подтверждает вывод о том, что эти фазы в частях объема образца с сохранившимся или возникшим дальним порядком обладают своими стандартными свойствами.

Почему процесс дробления кристаллитов  $\alpha$ -фазы и формирования кристаллитов  $\gamma$ -фазы протекает весьма длительное время в исходном состоянии литых образцов, заметно ускоряется при их повторных нагревах и протекает слишком быстро для имеющихся возможностей наблюдения в порошковых образцах, пока остается неясным. Можно предполагать, что ускорение процесса образования новой фазы связано с соответствующей адаптацией микроструктуры материала.

Насколько нам известно, исчезновение дальнего дифракционного порядка при аллотропном переходе в металле с простой структурой является новым фактом, причем его принципиальное значение не зависит от того, на образцах какого типа и состава он наблюдается. Этот результат удалось получить благодаря сочетанию дифракции нейтронов очень высокого разрешения и быстрого термодифрактометрического сканирования в реальном времени.

Авторы благодарны И.Б. Чудакову и В.В. Палачевой за подготовку образцов, В.Г. Симкину и С.В. Сумникову за помощь в проведении нейтронных экспериментов, О.Ю. Иваншиной за помощь в обработке данных. Нейтронные эксперименты выполнены на реакторе ИБР-2 (ОИЯИ, Дубна) при финансовой поддержке РФФИ (проекты # 18-02-00325, РФФИ\_a и # 17-52-44024, Монг\_a).

1. L. Sandoval, H. M. Urbassek, and P. Entel, *New J. Phys.* **11**, 103027 (2009).
2. I. Leonov, A.I. Poteryaev, V.I. Anisimov, and D. Vollhardt, *Phys. Rev. Lett.* **106**, 106405 (2011).
3. И.К. Разумов, Ю.Н. Горностырев, М.И. Кацнельсон, *ФММ* **118**, 380 (2017) [I.K. Razumov, Yu.N. Gornostyrev, and M.I. Katsnelson, *Physics Metals and Metallography* **118**, 362 (2017)].
4. X. Ou, *Materials Science and Technology* **33**, 822 (2017).
5. E. C. Bain, *Trans. AIME* **70**, 25 (1924).

6. Г. В. Курдюмов, Л. М. Утевский, Р. И. Энтин, “Пре- вращения в железе и сталях”, Наука, М. (1977).
7. А. М. Balagurov, *Neutron News* **16**, 8 (2005)
8. А. М. Balagurov, I. A. Bobrikov, G. D. Bokuchava, V. V. Zhuravlev, and V. G. Simkin, *Physics of Particles and Nuclei* **46**, 249 (2015).
9. <https://www.ncnr.nist.gov/equipment/furnaceAS.html>
10. V. B. Zlokazov, I. A. Bobrikov, and A. M. Balagurov, *European Physical J.* **108**, 02049 (2016).
11. А. М. Балагуров, И. А. Бобриков, Б. Мухаметулы, С. В. Сумников, И. С. Головин, *Письма в ЖЭТФ* **104**, 560 (2016).
12. А. М. Balagurov, I. S. Golovin, I. A. Bobrikov, V. V. Palacheva, S. V. Sumnikov, and V. B. Zlokazov, *J. Appl. Cryst.* **50**, 198 (2017).
13. S. M. Sharma and S. K. Sikka, *Progress in Materials Science* **40**, 1 (1996).
14. С. В. Попова, В. В. Бражкин, Р. Н. Волошин, М. Гримсдич, *УФН* **172**, 486 (2002).
15. И. М. Шмытько, Е. А. Кудренко, В. В. Сеницын, Б. С. Редькин, Е. Г. Понятовский, *ФТТ* **49**, 891 (2007).
16. С. И. Медников, Д. М. Гуреев, *Журнал технической физики* **61**, 53 (1991).