

# ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОКЕРАМИК НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ Al и Zr МЕТОДОМ ТЕПЛОВЫХ ИМПУЛЬСОВ

Ю. Н. Барбаненков<sup>a</sup>, В. В. Иванов<sup>b\*</sup>, С. Н. Иванов<sup>a</sup>,  
А. В. Таранов<sup>a</sup>, Е. Н. Хазанов<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Институт радиотехники и электроники Российской академии наук  
103907, Москва, Россия

<sup>b</sup> Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук  
620219, Екатеринбург, Россия

Поступила в редакцию 20 сентября 2000 г.

В области гелиевых температур экспериментально изучены процессы фононного переноса в керамиках и композитах на основе оксидов Al и Zr. Показано, что в пределах двух порядков величины размера зерна керамики  $R$  и более, вплоть до наноразмеров, коэффициент диффузии фононов  $D_{eff} \propto R$  и имеет убывающую температурную зависимость. В нанокерамиках на основе Al с  $R < 200$  нм коэффициент диффузии фононов скачком уменьшается на два порядка величины, а зависимость его от температуры становится возрастающей. Предложена модель зависимости коэффициента диффузии от температуры.

PACS: 66.70.+f

## 1. ВВЕДЕНИЕ

Интерес к нанокристаллическим материалам связан с ожиданием получения высоких механических и других функциональных характеристик этих материалов, новых свойств в результате размерного эффекта образующих их кристаллов или зерен и структурных изменений границ между ними [1, 2].

Один из способов получения плотной наноструктурной керамики, например  $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$  и композитов на их основе, реализуется при усилении роли процесса компактирования по сравнению с процессом последующего спекания. Таким методом оказалось импульсное компактирование с применением ударных волн до 22 ГПа [3] и мягких волн сжатия, генерируемых магнитоимпульсным способом [4]. Стадия спекания — конечная технологическая операция получения нанокерамик — отличается от традиционных режимов получения керамик пониженными до  $(0.5-0.6)T_{ml}$  температурами обработки и более короткими (на 2–3 порядка) временами выдержки. Она определяет и размер зерна, и структуру границ раздела между ними [4].

Имеется ряд методов исследования структуры нанокерамик. Это прежде всего рентгеновские методы, позволяющие по уширению пиков рентгеновской дифракции в сравнении с линиями эталонов, в качестве которых используются крупнозернистые керамики, оценить средний размер зерна. Анализ характера границ между зернами оказывается более сложной задачей, которая в определенном объеме решается микроскопией высокого разрешения. Тем не менее многие вопросы о характере границ, структуре пор, дисперсии пор и зерен остаются открытыми.

В настоящей работе предлагается исследовать нанокерамику и композиты на основе  $\alpha-Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$  методом тепловых импульсов. Использование слабонераспределенных фононов с температурой 2–4 К и, соответственно, с волновым вектором для основной группы фононов  $q_s \approx 2.7kT/\hbar v_s \approx (1.0-2.0) \cdot 10^6$  см<sup>-1</sup> или  $\lambda_s \approx 30-60$  нм позволяет «чувствовать» размеры нанокристаллитов. Прохождение фонона или акустической волны из зерна в зерно через граничный слой толщиной  $l_{gb}$ , свойства которого отличаются от свойств зерен, в рамках законов акустического согласования [5] определяется величиной  $ql_{gb} \leq \pi$ , что опять-таки позволяет при использованных дли-

\*E-mail: ivanov@mail.cplire.ru

нах акустических волн идентифицировать толщину, плотность и другие количественные параметры этого граничного слоя.

## 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследовались образцы высокоплотных керамик  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  и композитов на их основе, которые изготавливались из нанопорошков оксидов, полученных электровзрывом металлического алюминия и циркония в кислородсодержащей атмосфере. Средний размер частиц порошка, имеющих форму, близкую к сферической, не превышал 30 нм. Порошок прессовался магнитоимпульсным методом в жесткой матрице при максимальном импульсе давления 1.2 ГПа в течение 200–300 мкс. Компактирование проводилось в вакууме ( $p \approx 1$  Па) при комнатной температуре с предварительной дегазацией порошка. Прессовки в форме дисков диаметром 3.0 см и толщиной до 0.35 см имели относительную плотность 0.7–0.8.

Термическое спекание прессовок проводилось на воздухе в лабораторной печи электросопротивления при температурах  $T_{bur} \approx 1400^\circ\text{C}$ . Время выдержки при температуре синтеза составляло 0–60 мин, оно и определяло получаемые значения размеров зерен  $R$  (кристаллитов) и качество границ между ними. При приготовлении композитов  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$  температуры спекания выбирались  $1410^\circ\text{C}$  для состава  $0.4\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.6\text{ZrO}_2$  (A40-Z60) и  $1450^\circ\text{C}$  для состава  $0.85\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}0.15\text{ZrO}_2$  (A85-Z15). В обоих случаях время выдержки достигало 15 мин, что позволяло получать примерно одинаковый ( $\sim 70$  нм) размер зерен фазы  $\text{ZrO}_2$ . Размеры же зерен фазы  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  для образцов были разные: для первого состава примерно 120 нм, для второго, где доминирует фаза  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , — приблизительно 180 нм. Исследовались также керамики, изготовленные по традиционной технологии и выпускаемые промышленностью (сапфирит, поликор). Характеристики исследованных образцов приведены в таблице.

Микроструктура поверхности (скола) образцов керамик исследовалась с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM-840 фирмы Jeol.

Кинетика фононов при гелиевых температурах исследовалась методом «тепловых импульсов». На пластину исследуемого материала с одной стороны напылялась золотая пленка, которая нагревалась коротким ( $\approx 10^{-7}$  с) импульсом тока и служила инжектором неравновесных фононов. На другую сторону пластины наносился болометр из Sn в форме

меандра площадью  $0.3 \times 0.25$  мм<sup>2</sup>. Смещение рабочей точки болометра с помощью магнитного поля ( $\approx 160 \cdot 10^2$  А/м) позволяло получать зависимости рассеяния неравновесных фононов от температуры в исследуемом образце в интервале 1.7–3.8 К. Мощность, рассеиваемая в нагревателе, выбиралась достаточно малой, так что инжектированным фононам можно приписать температуру термостата (бани) с распределением по частотам, близким к планковскому.

## 3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Примеры микрофотографий поверхности сколов образцов керамик, полученных методом сканирующей микроскопии, представлены на рис. 1 для образцов  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Видно, что и в случае промышленной керамики (рис. 1а), и для нанокерамики, полученной магнитоимпульсным компактированием с последующим спеканием (рис. 1б), зерна керамики представляют собой плотноупакованные кристаллиты (или монокристаллы), что позволяет предполо-

Рис. 1. Микроструктура поверхности сколов образцов керамик: а) ВК-100 (поликор); б) нанокерамика, образец №(N1862)

Параметры образцов керамики  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  и композитов на их основе, исследованных в работе

№ образца	Порошок	$T$ спекания, °С	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Размер зерна $d$ , нм	Время выдержки, мин	Состав фаз
1604	АТ-1с2	1410	3.74	200–300	0	
1862	АМ1-1	1410	3.80	~ 300	2	
1868	АМ1-1	1310	3.62	~ 100	3	
1863	АМ1-1-с5	1410	3.87	~ 1000	60	
1872	АМ1-1-с5	1410	3.86	~ 500	20	
1623.7	АМ1-1-с5	1230	3.25	94		$\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ -96%, шпинель-4%
1623.3	АМ1-1-с5	1310	3.60	164		$\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ -96%, шпинель-4%
1466	АМ1-1-с2	1370	3.724	~ 100		$\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ -96%, шпинель-4%
88	$\text{ZrO}_2$	1050	5.28	45		Моноклинный
196	$\text{ZrO}_2$	1100	5.52	~ 70		Моноклинный
2071	А40-Z60	1410	5.01	120/70*	15	
2036	А85-Z15	1450	4.07	180/70*	15	
ВК100-1 (Поликор)			3.96	20000		99% $\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$
ВК98-1 (Сапфирит)			3.88	7000		98% $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$
ВК-94-1 (22ХС)			3.65	12000		98.4% $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

\* В числителе — размер кристаллитов  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , в знаменателе —  $\text{ZrO}_2$ .

жить их высокое структурное совершенство. Вместе с тем использованная методика оставляет открытым вопрос о характере границ между зернами керамики.

Прежде чем переходить к анализу основных экспериментальных результатов, кратко остановимся на теоретических предположениях использования метода тепловых импульсов применительно к керамическим материалам, которые изложены в [6]. В модели [6] предполагается, что длина свободного пробега фононов значительно больше размеров зерна,  $l_{tr} \gg R$ , что с очевидностью следует из его совершенной структуры (рис. 1) и низких температур эксперимента. В такой ситуации рассеяние неравновесных фононов отражает только структуру и свойства границ между зернами. Согласно [6] выражение для

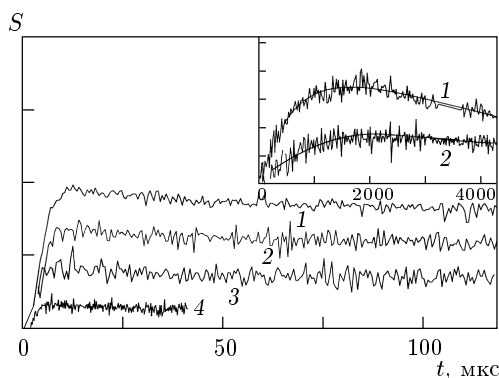
времени прихода максимума сигнала  $t_{max}$  импульса неравновесного фононного излучения при диффузионном распространении фононов в образце керамики толщиной  $L \gg R$  имеет обычный вид:

$$t_{max} \approx L^2/D_{eff},$$

а

$$D_{eff} = v_s R f_\omega \Sigma / S. \quad (1)$$

Здесь  $v_s$  — скорость звука в зерне керамики,  $S$  — площадь его поверхности,  $\Sigma$  — суммарная площадь контактных площадок в расчете на одно зерно,  $f_\omega$  — вероятность прохождения фонона частоты  $\omega$  через контактную площадку. Выражение  $\Sigma/S$  отражает возможность открытой и скрытой пористости на границах зерен в образцах керамики. В дальнейшем покажем, что для плотной керамики с откры-

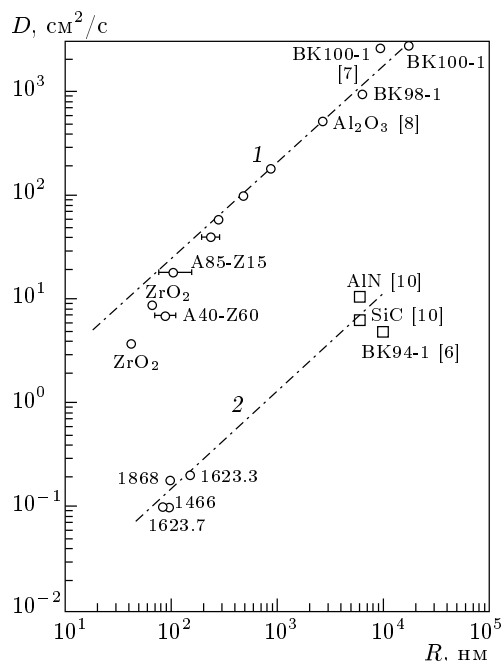


**Рис. 2.** Зависимости амплитуды сигнала неравновесного фонового излучения от времени в образцах  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  нанокерамики. а) Образец № 1862,  $R = 300$  нм,  $L = 3.75 \cdot 10^{-2}$  см,  $T = 3.83$  К (1); 3.43 К (2); 3.03 К (3); 2.62 К (4); б) образец № 1868,  $R \approx 100$  нм,  $L = 1.7 \cdot 10^{-2}$  см,  $T = 3.85$  К (1),  $T = 3.46$  К (2)

той пористостью (примерно 1–2%), исследованной в наших экспериментах, величина  $\Sigma/S \approx 1$ ; среднюю скорость звука в исследуемых керамиках и композитах в пределах погрешностей эксперимента и оценок можно полагать одинаковой и равной  $v_s \approx 7 \cdot 10^5$  см/с.

Таким образом, поведение эффективного коэффициента диффузии  $D_{eff}$  в зависимости от температуры, размера зерна керамики, свойств и площади межзеренных границ в полном объеме описывает свойства керамического материала.

Примеры кривых распространения теплового импульса для ряда температур в образце  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  со средним размером зерна  $R \geq 0.2$  мкм представлены на рис. 2; на вставке показаны аналогичные кривые для образца с  $R \leq 0.2$  мкм. В обоих случаях кривые сигнала на болометре имеют характерную для диффузионного распространения инжектированных фононов колоколообразную форму с хорошо обозначенным максимумом. Для всех исследованных образцов выполняется условие  $t_{max} \propto L^2$ , что также свидетельствует в пользу диффузионного характера движения неравновесных фононов. Отметим сразу, что для керамик  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  с  $R \geq 0.2$  мкм и для всех образцов  $\text{ZrO}_2$ , а также для композитов время максимума сигнала болометра  $t_{max}$  возрастает с увеличением температуры инжектированных фононов ( $\partial t_{max}/\partial T > 0$ ), а для нанокерамик  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  с  $R \leq 0.1$  мкм  $t_{max}$  возрастает на два порядка, а его зависимость от температуры становится убывающей ( $\partial t_{max}/\partial T < 0$ ).



**Рис. 3.** Зависимость величины эффективного коэффициента диффузии фононов от среднего размера зерен образца керамики,  $T = 3.8$  К. Кривая 1 для случая возрастающей, кривая 2 для случая убывающей зависимости  $t_{max}$  от температуры. Для образцов керамик, исследованных в других работах или другими авторами, ссылки указаны в квадратных скобках

Для исследованных образцов (см. таблицу) при фиксированной температуре  $T = 3.8$  К построена зависимость  $D_{eff} \approx L^2/t_{max}$  от размера зерна керамики (рис. 3). Для керамик с  $\partial t_{max}/\partial T > 0$  в интервале значений  $R$  в пределах двух порядков величины оказывается, что  $D_{eff} \propto R$  (кривая 1); экспериментально такие зависимости были получены впервые. Отклонение от линейной зависимости (уменьшение значений  $D_{eff}$ ) происходит при  $R \leq 100$  нм для керамик  $\text{ZrO}_2$  и композитов  $\text{ZrO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Отклонение от линейной зависимости  $D_{eff} \propto R$  может быть обусловлено либо изменением свойств межкристаллитных границ, т. е. величины  $f_w$ , или проявлением эффектов дифракции (интерференции) потока фононов из-за сравнимости длин волн фононов, используемых в эксперименте, с размером зерен кристаллитов керамики. Такой вариант объяснения поведения кривой  $D_{eff} \propto \varphi(R)$  при размерах зерна  $R \leq 40$  нм представляется возможным, в частности, из-за дисперсии в размерах нанокристаллитов материала керамики. На линейный участок зависимости кривой 1 рис. 3 хорошо «ложатся» результаты ряда авторов для ке-

рамик  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  [7, 8]. Таким образом, это свидетельствует о применимости формулы (1) для описания диффузии фононов в керамике, а величина  $f_\omega \Sigma/S$ , определяемая свойствами границ между кристаллитами, оказывается в пределах погрешности эксперимента, одинаковой для исследуемых образцов (вне зависимости от времени выдержки и температуры при процессе спекания, определяющих размер зерна в керамике) и высококачественных промышленных керамик. Количественное сопоставление экспериментальных данных с (1) позволяет утверждать, что граница между зернами достаточно совершенна, хорошо сформирована и можно полагать  $\Sigma/S \approx 1$ , а величину  $f_\omega \approx 0.8\text{--}0.9$ .

Как мы уже отмечали выше, ситуация кардинально изменяется для нанокерамик  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  с  $R < 0.2$  мкм, имеющих убывающую зависимость  $t_{max}$  от температуры, величина  $D_{eff}$  при  $T = 3.8$  К уменьшается на два порядка. Таким образом, происходит смена механизма рассеяния фононов на границах между зернами в результате изменения структура границ между ними. Можно предположить, что из-за особенностей технологического маршрута (быстрое спекание при более низкой температуре, см. таблицу) границы в этих образцах полностью не сформированы, между ними имеется прослойка и плотность этого слоя низкая, что приводит к эффективному отражению фонона от границы. Проведем некоторые численные оценки: при значении  $D_{eff} \approx 10^{-1}$  см<sup>2</sup>/с и размере зерна  $R \approx 10^{-5}$  см (см. рис. 3) получаем для эффективной длины свободного пробега  $l_{eff} \approx D_{eff}/v_s \approx 1.5 \cdot 10^{-7}$  см  $\ll R$ , т. е. фонон долго «болтается» в кристаллите, отражаясь от границы, прежде чем перейдет в соседний кристаллит ( $f_\omega \Sigma/S \approx 10^{-2}$ ). Отметим также, что для этих образцов  $qR \gg 1$ , и это исключает сколько-нибудь значительное проявление дифракционных эффектов. К такому же выводу приходят авторы [9] при исследовании керамики  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  с размерами зерна примерно  $10^{-5}$  см оптическими методами. Они считают, что динамика фононов с энергией  $29$  см<sup>-1</sup> резко отличается от последней для  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  с размерами зерна  $\sim 10^{-3}$  см. Изменение динамики фононов связывают не с уменьшением размера кристаллитов, а с изменением условий прохождения фононов между их границами. В ряде наших предыдущих экспериментов наблюдалась зависимость  $\partial t_{max}/\partial T < 0$  для ряда однофазных керамик с большим размером зерна ( $\sim 5.0\text{--}10$  мкм):  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  [6], SiC и AlN [10]. Коэффициенты диффузии для этих образцов при  $T = 3.8$  К также представлены на рис. 3. Они сопряжены с данными для нанокристаллов кривой 2, которая также

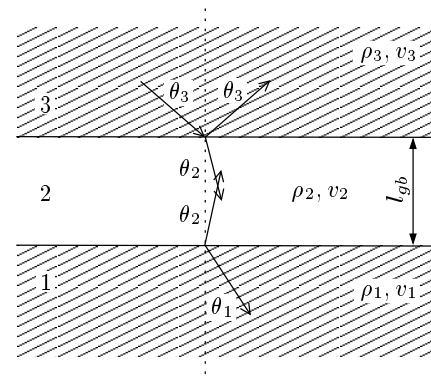


Рис. 4. Акустическая модель прохождения фонона из зерна в зерно через плоский граничный слой

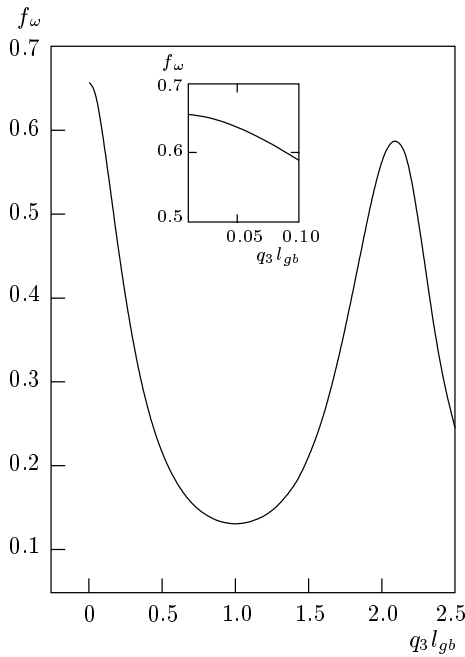
подчиняется зависимости  $D_{eff} \propto R$ . Таким образом, для большого класса керамик с  $\partial t_{max}/\partial T < 0$  в структуре границ между зернами много общего, что и определяет слабую прозрачность ( $f_\omega \Sigma/S \approx 10^{-2}$ ) этих границ для фононов.

Рассмотрим возможный резонансный механизм [11] происхождения обнаруженных в эксперименте возрастающего и убывающего видов зависимости от температуры времени прихода  $t_{max}$  максимума сигнала импульса неравновесного фононного излучения на примере структуры, изображенной на рис. 4, которая является упрощенной моделью распространения фонона (высокочастотной акустической волны) из зерна 3 в зерно 1 через граничный слой 2. Материалы структуры рис. 4 предполагаются изотропными и однородными с заданными значениями плотности  $\rho_i$  и групповой скорости звука  $v_i$  ( $i = 1, 2, 3$ ), причем зерна 1 и 3 считаются полуограниченными плоским слоем толщиной  $l_{gb}$ . Следуя методу акустического согласования сред [12], оценим вероятность  $f_\omega$  прохождения фонона из зерна 3 в зерно 1 через граничный слой 2 как отношение мощности излучения, прошедшего в зерно 1, к мощности излучения, падающего на граничный слой, с учетом всех углов падения  $\theta_3$  и прохождения  $\theta_1$  (рис. 4). Такое определение дает

$$f_\omega = \frac{\int_0^{\pi/2} \alpha(\theta_3) \cos \theta_3 \sin \theta_3 d\theta_3}{\int_0^{\pi/2} \cos \theta_3 \sin \theta_3 d\theta_3}. \quad (2)$$

Здесь коэффициент  $\alpha(\theta_3)$  записывается как

$$\alpha(\theta_3) = (Z_3/Z_1)|W|^2, \quad (3)$$



**Рис. 5.** Расчетные кривые вероятности  $f_\omega$  прохождения фонона частоты  $\omega$  из зерна 3 в зерно 1 через граничный слой 2 толщиной  $l_{gb}$  в зависимости от его толщины  $q_3 l_{gb}$ , где  $q_3 = \omega/v_3$ . Другие параметры:  $v_1/v_2 = 1.83$ ,  $v_2/v_3 = 0.6$ ,  $\rho_2 v_2/\rho_1 v_1 = 0.32$ ,  $\rho_3 v_3/\rho_2 v_2 = 3.5$ . На вставке — значение  $f_\omega$  при малых  $q_3 l_{gb}$

где  $Z_i = \rho_i v_i / \cos \theta_i$  — акустический импеданс среды,  $i = 1, 2, 3$ , а  $W$  — коэффициент прозрачности граничного слоя по амплитуде волны [5], равный

$$W = \frac{4Z_1 Z_2}{(Z_1 + Z_2)(Z_2 + Z_3)} \times \frac{1}{\exp(-i\gamma_2 l_{gb}) + V_{12} V_{23} \exp(i\gamma_2 l_{gb})}, \quad (4)$$

с величинами  $V_{12}$  и  $V_{23}$ , имеющими смысл коэффициентов отражения волны на границах сред 2, 1 и 3, 2, т. е.

$$V_{12} = \frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2}, \quad V_{23} = \frac{Z_2 - Z_3}{Z_2 + Z_3}, \quad (5)$$

и волновым числом  $\gamma_2 = q_2 \cos \theta_2$  распространения волны внутри граничного слоя в поперечном к его границам направлении,  $q_2 = \omega/v_2$ .

Пользуясь (3)–(5) и задавая параметры структуры, изображенной на рис. 4, выполнено численное интегрирование (2) и получена зависимость коэффициента прохождения фононного потока через границу между зернами от ее акустической толщины  $q l_{gb}$ . Результаты расчета представлены на рис. 5.

Для тонкой (совершенной) границы между зернами,  $q l_{gb} \ll 1$  и  $f_\omega \approx 0.7$  (см. вставку к рис. 5), с увеличением частоты (или температуры фононов)  $f_\omega$  уменьшается и, таким образом,  $t_{max}$  увеличивается. Абсолютное значение  $f_\omega$  для этого случая согласуется со сделанными нами оценками по экспериментальной кривой 1 на рис. 3 при  $\Sigma/S \approx 1$ .

В случае достаточно толстого граничного слоя,  $q l_{gb} \geq 1$ , при заложенных параметрах слоя,  $\rho_2/\rho_{1,3} \approx 0.6$  и  $v_2/v_{1,3} \approx 0.6$ , прозрачность границы для потока фононов уменьшается,  $f \approx 0.1$ , и может иметь возрастающую температурную зависимость, и, следовательно,  $t_{max}$  будет уменьшаться с увеличением температуры. Оценки, полученные из условия  $q l_{gb} \approx 1$ , дают для толщины межзеренного слоя  $l_{gb} \geq 5$  нм, что представляется разумной величиной.

По результатам, представленным на рис. 3 (кривая 2), т. е. для образцов с убывающей зависимостью  $t_{max}$  от температуры, была оценена величина  $f_\omega \Sigma/S \approx 10^{-2}$ .

Для модели, изображенной на рис. 4, и толщины граничного слоя  $l_{gb} \geq 5$  нм имеем  $f_\omega \approx 0.1$ , и следовательно,  $\Sigma/S \approx 10^{-1}$ , т. е. пористость или скрытая пористость в области границы между зернами в таких керамиках большая и контактирование между ними в области слоя плохое.

В заключение отметим, что использованный в работе метод распространения неравновесных фононов в образцах керамики позволяет предложить модель границы между зернами в керамиках  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  и композитах на их основе при изменении технологических режимов изготовления с целью уменьшения размеров зерна (например, в керамике  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) до наноразмеров. Предложенная модель, безусловно, не является законченной, и ее развитие является предметом дальнейших исследований.

Авторы выражают свою признательность сотрудникам Института электрофизики УрО РАН: Ю. А. Котову за предоставление нанопорошков, С. Н. Паронину и В. Р. Хрустову за помощь в синтезе нанокерамик.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект 00-02-17426) и программы (№ 1030) Международного научно-технического центра.

## ЛИТЕРАТУРА

1. R. W. Siegel, *Nanostructured Materials* 4, 121 (1994).

2. А. И. Гусев, УФН **168**, 55 (1998).
3. Б. Г. Адаменко, П. О. Пашков, Л. Н. Тамбовцев, Порошковая металлургия **190**, 93 (1978).
4. В. В. Иванов, В. Р. Хрустов, Неорганические материалы **34**, 495 (1998).
5. Л. М. Бреховских, О. А. Годин, *Акустика в сплошных средах*, Наука, Москва (1989).
6. С. Н. Иванов, А. Г. Козорезов, А. В. Таранов, Е. Н. Хазанов, ЖЭТФ **102**, 600 (1992).
7. А. А. Каплянский, М. Б. Мельников, С. П. Феофилов, ФТТ **38**, 1434 (1996).
8. J. E. Graebner and B. Golding, Phys. Rev. B **34**, 5788 (1986).
9. S. P. Feofilov, A. A. Kaplyanskii, A. B. Kulinkin, and R. I. Zakharchenya, Physica B **263–264**, 695 (1999).
10. S. N. Ivanov, E. N. Khazanov, W. Lojowski, and L. M. Zhukova, Physica B **263–264**, 698 (1999).
11. M. P. Albada, B. A. Tiggelen, Ad Lagendijk, and A. Tip, Phys. Rev. Lett. **66**, 3132 (1991).
12. W. A. Little Can, J. Phys. **37**, 334 (1959).