

## SPROSTITEV PLINOV MED AKTIVIRANJEM BARIJEVIH GETROV

### GAS RELEASE BY THE ACTIVATION OF Ba GETTERS

Vincenc Nemanič, Marko Žumer, Bojan Zajec

ITPO, Inštitut za tehnologijo površin in optoelektroniko, Teslova 30, 1000 Ljubljana, Slovenija  
vincenc.nemanic@guest.arnes.si

*Prejem rokopisa - received: 2000-10-02; sprejem za objavo - accepted for publication: 2000-12-04*

Priprava dobro razplinjenih notranjih delov in sten elektronke je ena od osnovnih zahtev, če želimo doseči njeno dolgo dobo trajanja. Z današnjimi postopki predpriprave, čiščenja in vakuumskega procesiranja, (npr. pri izdelavi velikih slikovnih katodnih elektronk, kot so TV elektronke in PC monitorji), lahko tem zahtevam ugodimo le z uporabo getrov. V novi generaciji optoelektronskih naprav, kakršne so miniaturne katodne elektronke, ploščati zasloni s hladnimi katodami, kanalne foto-pomnoževalke, itd, so vakuumske zahteve še strožje, saj je njihov delovni tlak ob prostornini le nekaj  $\text{cm}^3$  v območju UVV. Poleg tega imajo ob relativno večjih notranjih površinah omejen prostor za namestitev getrov, neposredna meritev tlaka pa največkrat ni izvedljiva. Toliko pomembneje je o prispevku posameznega postopka med procesiranjem pridobiti čim več podatkov, ki lahko kakorkoli vplivajo na hitrost končnega razplinjevanja.

Študirali smo količino in vrsto plinov, ki so se sprostiti ob termičnem aktiviranju (naparevanju) barijevih getrov. V prvem delu smo izdelali miniaturne katodne elektronke s prostornino  $24\text{cm}^3$ , rahlo spremenjene tako, da smo v njih lahko merili totalni tlak z merilnikom na vrtečo se kroglico. Elektronke smo procesirali in črpali po ustaljenem postopku. Po odtalitvi od črpalnega sistema je bil stabilni tlak v območju  $10^{-5}$  mbar. Po aktiviranju barijevih getrov (vrste SAES, St 15/AM/O/9.5, 2.5-3 mg Ba) pa je tlak proti pričakovanju narasel in se ustalil v območju  $10^{-3}$  mbar. Črpanje getrov smo lahko sprožili edino z vklopom grelca katode in posredno z ionskim črpanjem, ki ga je povzročilo obstreljevanje anod z elektronskim curkom. Značilen čas črpanja do visokega vakuuma je bil nekaj deset sekund. V drugem delu pa smo na enak način pripravljene enake getre aktivirali v stekleni ampuli, preko ventila priključeni na vhod kvadrupolnega masnega spektrometra, nameščenega na visoko vakuumskem sistemu. Iz razlike v sestavi plinov pred aktiviranjem in po njem smo lahko pokazali, da je prispevek getrov h končnemu tlaku znaten. S tem se nakazuje pomen določitve časovne sheme procesiranja na dolgotrajno delovanje miniaturnih katodnih elektronk.

Ključne besede: katodne elektronke, getri, visoki vakuum

The preparation of well-outgassed electrodes and inner wall of the envelope is the main requirement when the long-term operation of an electron tube is required. Any modern thermal treatment schedule in the engineering practice of conventional cathode-ray tubes (CRTs), requires gettering. In modern, small, opto-electronic devices, like miniature CRTs, field-emitter displays, channel photo-multipliers, etc., the vacuum requirements are much more stringent than in large tubes, as the pressure should be in the UHV region, the volume is typically a few  $\text{cm}^3$ , the area/volume ratio is relatively high, the available getter area is small and the ability to measure the pressure is very limited. The importance of all these details during the pre-treatment and pump-down procedure, influencing the final outgassing rate, is emphasized.

The present study was organized to investigate the quantity and composition of the gases released from the getters during the activation. In the first part, miniature CRTs (volume  $24\text{cm}^3$ ) were made and processed by the conventional bake-out and pump-down procedure, but with the ability to measure the total pressure by the spinning rotor gauge. The total pressure after tip-off was in the order of  $10^{-5}$  mbar. After the activation of barium evaporable getters (SAES, St 15/AM/O/9.5, 2.5-3 mg Ba), the pressure was increased in the  $10^{-3}$  mbar range. This stable value could be affected by switching on the heater and ion pumping. In some ten seconds of bombarding the anode structure with the electron beam, the pressure fell again into the high-vacuum range.

In the second part, equivalent getters were activated inside a similar glass bulb, connected with a valve to a quadrupole mass spectrometer (QMS), to analyze the composition of residual gases. By comparing the QMS spectra before and after getter activation, the importance of time-schedule determination in CRT processing is discussed.

Key words: cathode-ray tubes, getters, high vacuum

### 1 UVOD

Priprava in vzdrževanje visokega ali ultra visokega vakuuma (UVV) v majhni posodi je ena od zahtevnejših vakuumskih tehnologij. Meritve tlaka pogosto niso izvedljive direktno, pač pa lahko prekratek obratovalni čas naprave pogosto pripišemo "slabemu" vakuumu. Podatki o razplinjevanju posameznega materiala in črpalni hitrosti getrov so bili izmerjeni navadno na velikih površinah in s tehniko, ki daje pogosto le informativne podatke. Zahtevnost meritev je namreč v tem, da na rezultat močno vpliva vrsta dejavnikov, ki jih na merilnem mestu težko nadzorujemo. Iz istega razloga

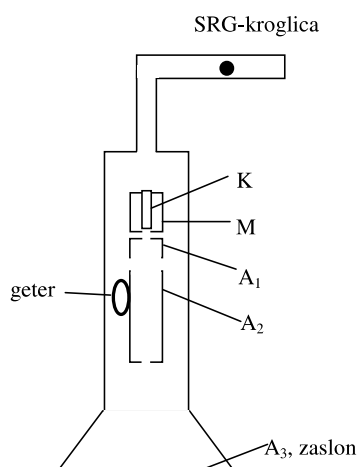
standarda za določitev hitrosti razplinjevanja ni, pač pa so sprejeta t.i. priporočena navodila, s katerimi se možnim napakam čim bolj izognemo<sup>1</sup>. Velik interes za določitev sestave preostalih plinov v elektronkah je vladal še v šestdesetih letih, nakar je področje postalo ob prodoru polprevodnikov navidez manj aktualno<sup>2</sup>. Ob vse višjih zahtevah glede emisivnosti katod in ob hkratni miniaturizaciji elektronk so problemi zagotavljanja stabilnega delovanja še ostali pereči pri: TV elektronkah, rentgenskih elektronkah, mikrovalovnih elektronkah, foto pomnoževalkah in slikovnih ojačevalnikih, v devetdesetih pa še pri prikazalnikih s hladnimi katodami. V majhnih vakuumskih sistemih je pogosto resda odločilen

tlak med delovanjem, ko ga lahko včasih celo neposredno merimo<sup>3</sup>. Ne gre pa pozabiti, da je učinek plinov v prvih trenutkih po vklopu, ko tlaka niti ne moremo izmeriti, lahko usoden za napravo. To velja, kadar je akumuliranih plinov sproščenih med daljšim mirovanjem toliko, da lahko povzročijo bodisi preboj ali trajno poškodujejo katodo. Vse opisane elektronke so danes opremljene z eno ali več vrstami getrov. Med uporabniki prevladuje mnenje, da so površine getra sposobne počrpati vse pline, razen žlahtnih plinov in metana, tudi ko elektronka ne deluje.

V prispevku podajamo rezultate meritev z merilnikom tlaka na vrtečo se kroglico (SRG) v elektronkah s prostornino 24 cm<sup>3</sup>, **slika 1**. Predhodno je bila vsaka med večurnim segrevanjem na 380 °C izčrpana do visokega vakuumu in odtaljena. Elektronka in postopek črpanja sta bila opisana v<sup>3</sup>. Tlak smo merili pred aktiviranjem getrov in takoj po njem. Primerjalno smo enak postopek aktiviranja uporabili v steklenih ampulah z enakimi getri, le da smo imeli možnost sproščene pline neposredno analizirati.

## 2 EKSPERIMENTALNI DEL

Vsi sestavni deli elektronke so izbrani na osnovi primernosti za vgradnjo v trajno zaprt vakuumski sistem. Postopek priprave delov vsebuje čiščenje, kovinski deli so predhodno žarjeni. Po priključitvi na črpalni sistem smo vsako elektronko testirali glede netesnosti, jo počasi segreli do končne temperature 380 °C, z visokofrekvenčnim (RF) tokom kovinske dele (tudi getre) še dodatno razplinili pri temperaturi ~600 °C in nato na sobni temperaturi pri tlaku 10<sup>-8</sup> mbar odtalili. Aktiviranje getra imenujemo proces naparevanja barija na stene elektronke, ki ga sprožimo s RF segretjem nosilnega obročka getra na 900 °C za 30 s, **slika 2**. Količina in tip materiala, ki se lahko sprosti med optimalno izvedenim postopkom, sta podana z oznako getra. V našem primeru smo uporabili getre proizvajalca SAES iz Milana z

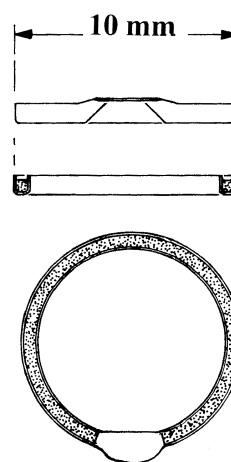


**Slika 1:** Shema miniaturne elektronke z nakazano lego getra, ki ga naparimo na stekleno steno elektronke

**Figure 1:** Schematic drawing of a miniature CRT with marked getter position, flashed on the inner glass wall surface

oznako: St 15/AM/O/9.5, 2.5-3 mg Ba. Površina in poroznost nastale plasti se lahko razlikujeta, v vsakem primeru pa naparjena geometrijska površina, ki jo vidimo na steklu določa spodnjo mejo za oceno aktivne površine. V naših elektronkah je bila geometrijska površina enaka  $\approx 1\text{cm}^2$ . Po podatkih proizvajalca, naj bi dobro razplinjeni getri dušik, ki se sprosti pri eksotermni reakciji med aktiviranjem, že v naslednjih nekaj sekundah počrpali v naparjeno plast. Preostala kapaciteta getra naj bi zagotavljala nizek tlak v elektronski vrsto let. Iz te enostavne in splošno razširjene slike aktiviranja in delovanja getra naj bi bilo vseeno, kdaj ga aktiviramo: še na črpalnem sistemu ali po odtalitvi. V industrijski izdelavi velikih TV slikovnih katodnih elektronk jih aktivirajo takoj po odtalitvi. Slednji način smo izbrali za študij črpalne hitrosti getra v dveh miniaturnih katodnih elektronkah, opremljenih s po tremi getri. Za razliko od meritev tlaka v elektronkah, ki so v preteklosti slonele izključno na meritvah ionskega toka, pa SRG omogoča spremljati potek tlaka tudi brez ionizacije vse do najnižjega tlaka v območju  $\sim 1 \times 10^{-5}$  mbar. Določi se lahko vpliv samega grelca in pojave, ki jih sproži elektronski curek.

Pred aktiviranjem getrov je bil tlak (SRG odčitek naravnano na H<sub>2</sub>) v elektronkah z neogrevano katodo stabilen: v prvi elektronski E1 je bil enak  $p = 5,5 \times 10^{-5}$  mbar in v drugi z oznako E2,  $p = 1,9 \times 10^{-5}$  mbar. Tlak v sistemu je bil pred odtaljevanjem še bistveno nižji, vendar se del plinov iz vročega stekla (v našem primeru  $\sim 10^{-7}$  mbar l) sprosti tudi v elektronko in ti plini določajo končni tlak v njej. Po aktiviranju prvega getra je tlak narasel in se ustalil: v E1 pri  $6 \times 10^{-4}$  mbar, v E2 pri  $7 \times 10^{-4}$  mbar. V času opazovanja tlaka najmanj 30 minut pa do nekaj ur se ta pri stabilni temperaturi 26 °C ni zaznavno spremenil. Učinek je bil torej ravno nasproten od pričakovanega, saj je bilo po aktiviranju pričakovati enakomerno črpanje do visokega vakuumu. Razloga za pasivnost getra v elektronski ob hladni katodi si nismo znali razložiti, saj smo postopek priprave delov elek-



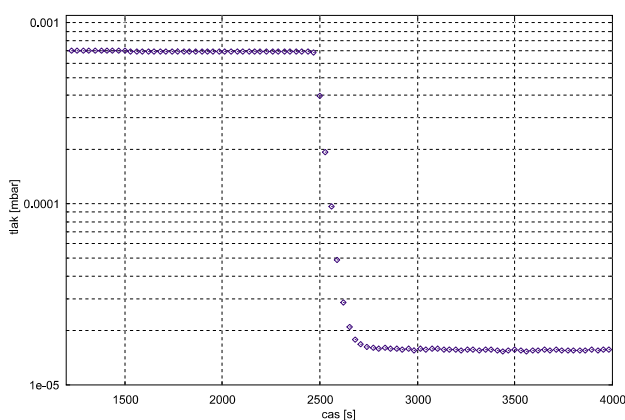
**Slika 2:** Obroček z barijevo spojino, ki jo med aktivacijo naparimo na steno elektronke

**Figure 2:** A drawing of evaporable Ba getter. Barium is flashed from u shaped ring by RF current

tronke in črpanja opravili po ustaljenih in priporočenih postopkih, ki so enakim elektronkam zagotavljali zahtevano trajnost.

V naslednjem koraku smo želeli izmeriti tlak še posredno z metodo, ki je, v serijski izdelavi elektronk z najmanj tremi elektrodami, primerna za grobo kontrolo tlaka. Elektrode smo priključili tako kot v vakuumski merilni triodi, ko pri konstantnem emisijskem toku merimo ionski tok. V naši elektronki smo pri ozemljeni katodi tok na prvo anodo ( $A_1$ ) na potencialu +200 V naravnali z odpiranjem modulatorja (M) na 100  $\mu\text{A}$ . Ionski tok smo merili na drugi anodi ( $A_2$ ), ki je bila na potencialu -40 V. Vklon grelca katode, (6,3 V, 95 mA, 0,6 W), obstreljevanje elektrod in ionizacija plina so povzročili razmeroma hiter padec tlaka, ki smo ga sprva pripisali učinku ionskega črpanja na getrih. Značilen potek tlaka s časom v E2 je na **sliki 3**. Izmerjen najnižji odčitek SRG ni več dejanski tlak, saj leži v območju, kjer leži tudi njegova ničelna točka. Pred aktiviranjem getrov črpalnega učinka pri enakih pogojih ni bilo, zato smo lahko s SRG umerili triodo elektronke kot vakuumski merilnik za področje med  $10^{-4}$  in  $10^{-5}$  mbar<sup>3</sup>. V opisanih obratovalnih pogojih smo v obeh elektronkah določili časovno konstanto  $\tau = V/S_G \cong 50$  s. Tudi po aktiviranju drugega getra je bil prirastek tlaka primerljiv, saj je bil končni tlak v E1  $p = 9,5 \times 10^{-4}$  mbar,  $\tau \cong 49$  s in v E2  $p = 1,0 \times 10^{-3}$  mbar,  $\tau \cong 53$  s. Enako vedenje smo izmerili tudi po aktivaciji tretjega getra v E1,  $p = 2,0 \times 10^{-4}$  mbar,  $\tau \cong 53$  s in v E2,  $p = 1,0 \times 10^{-3}$  mbar. Dosežena učinkovita črpalna hitrost getra  $S_G \cong 5 \times 10^{-4}$  l/s v izbranih pogojih meritve je bila navidezno odvisna predvsem od emisijskega toka in ne od velikosti aktivnih površin getra.

Omeniti je treba, da je že samo ogrevanje oksidne katode ( $\cong 620$  °C) v elektronkah pred aktiviranjem getrov povzročalo konstantno sproščanje plina  $Q_K$ . Iz prirastka tlaka in znane prostornine smo ga lahko, kljub absolutno majhni vrednosti, določili: v E1 je bil enak  $Q_K = 7.9 \times 10^{-10}$  mbar l/s, v E2 pa je bil enak  $Q_K = 8.6 \times 10^{-10}$



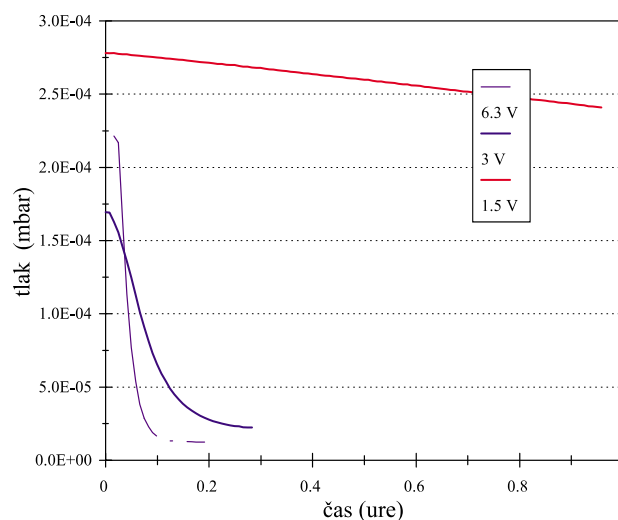
**Slika 3:** Padanje tlaka ob vklopu grelca v elektronki E2, potem ko je bil aktiviran 1. geter. Emisijski tok triode 100  $\mu\text{A}$ , pospeševalna napetost 200 V

**Figure 3:** The pumping action induced by cathode heater in E2 after activation of getter 1. Emission current 100  $\mu\text{A}$ , anode voltage 200 V

mbar l/s<sup>3</sup>. Majhen enakomeren prispevek  $Q_K$  po aktiviranju getrov, a pred priključitvijo napetosti, bi bil v opazovanem času na **sliki 3** komaj zaznaven. Iz izmerjenega prispevka razplinjevanja katode  $Q_K$  in črpalne hitrosti bi lahko sklepali, da je bil ravnovesni tlak pri pogojih meritve s tokom 100  $\mu\text{A}$  približno  $p_{\text{eq}} \cong 3 \times 10^{-6}$  mbar.

Da bi razložili ali je vzrok za nepričakovan potek tlaka morda sam grelec za ogrevanje katode, brez katerega pač nismo mogli sprožiti ionizacije, smo v naslednji elektronki E3 merili potek tlaka v odvisnosti od moči grelca brez napetosti na elektrodah. Izkazalo se je, da je črpalna hitrost odvisna predvsem od moči grelca, ionizacija pa je pri poteku tlaka sekundarnega pomena. Prav tako samo visoka napetost na elektrodah na tlak ni imela vpliva. Potek tlaka po aktivaciji vsakega od treh getrov smo vnesli v isti diagram, **slika 4**. Začetni tlak se je vsakokrat nekoliko razlikoval. Črpalna hitrost  $S_G$  pri različnih napetostih  $U_g$  oz. moči grelca  $P$  pa je bila:  $U_g = 6,3$  V,  $P = 0,62$  W,  $S_G \cong 6 \times 10^{-4}$  l/s;  $U_g = 3$  V,  $P = 0,19$  W,  $S_G \cong 4 \times 10^{-5}$  l/s in  $U_g = 1,5$  V,  $P = 0,06$  W,  $S_G \cong 1,5 \times 10^{-6}$  l/s.

V drugem delu eksperimenta nas je zanimala sestava plinov, ki se sprostijo pri aktiviranju getrov. Z njo bi lahko poiskali razlago za nepričakovan potek tlaka s **slik 3** in **4**. Steklene ampule s primerljivo prostornino kot elektronke z vgrajenima enakima getroma, smo črpali na podobnem črpalnem sistemu z enakim termičnim postopkom. Na sistem so bile priključene preko vmesnega kovinskega ventila, direktno pred ionizacijsko celico kvadrupolnega masnega spektrometra. Sam vakuumski sistem, postopek z metodo nabiranja plina in analizo smo opisali v<sup>4</sup>. Najprej smo analizirali prispevek ozadja ampule s predhodnim nabiranjem ob zaprtjem ventilu vsaj eno uro. Nato smo takoj po zaprtju ventila aktivirali geter, počakali nekaj minut in ob upoštevanju ozadja ampule izračunali sestavo plinov, ki so se sprostiti.



**Slika 4:** Vpliv napetosti na grelcu katode na "hitrost črpanja" v elektronki E3

**Figure 4:** The influence of heater voltage to the "pumping speed" in E3

Razmerja so zbrana v **Tabeli 1**. Glede zanesljivosti določevanja je sestava neugodna, saj sta prisotna tako dušik kot metan, ki imata oba vrh tudi pri masnem številu 14. Iz sestave v štirih merjenih getrih smo z matriko relativnih občutljivosti in medsebojnih razmerij pri čistih plinih izračunali efektivno molekulska maso plinov,  $M_{ef} \cong 18$ . Ta podatek omogoča, da iz predhodno izmerjenega SRG odčitka, (prej  $M_{ef} = 2$ ), določimo totalni tlak <sup>5</sup>. Dejanska količina plina, ki je ostal v elektroniki po aktivaciji getra, je tako enaka produktu prostornine in odčitka SRG, zmanjšanim za faktor 0,33. Za 6 aktiviranih getrov v E1 in E2 je bilo moč določiti vrednosti med  $1,6 \times 10^{-6}$  mbar l in  $8,3 \times 10^{-6}$  mbar l.

**Tabela 1:** Deleži zastopanosti plinov v ampuli, določeni z matriko relativne občutljivosti izbranega vrha. V prvi ampuli sta bila getra 1 in 2, v drugi pa getra 3 in 4

**Table 1:** Relative abundance of gases in a test volume, determined by a matrix of relative sensitivity of particular gas. Two getters (1 and 2) were mounted in a common test tube, another two (3 and 4) in a similar one

|         | H <sub>2</sub> | CH <sub>4</sub> | H <sub>2</sub> O | CO   | N <sub>2</sub> | CO <sub>2</sub> |
|---------|----------------|-----------------|------------------|------|----------------|-----------------|
| geter 1 | 9,1            | 16,2            | 42,2             | 12,8 | 18,3           | 1,3             |
| geter 2 | 5,2            | 23,0            | 40,0             | 18,1 | 12,6           | 0,9             |
| geter 3 | 4,9            | 16,5            | 47,4             | 19,7 | 2,3            | 1,5             |
| geter 4 | 4,7            | 10,9            | 64,8             | 14,8 | 2,5            | 1,5             |

### 3 DISKUSIJA

Razlago za opisana odstopanja rezultatov od pričakovanih, (iz literature in prospekta proizvajalca) smo poskušali dobiti na podlagi razlik v tehniki eksperimentov. Črpalno hitrost getrov merijo v širokem razponu tlaka, zato so merilniki lahko pasivni, (kapacitivni merilnik in SRG) do območja  $10^{-5}$  mbar ali na vročo katodo, za območje pod  $10^{-5}$  mbar. Analiza napak, ki izvirajo iz načina meritve, je bila za čist vodik obdelana v <sup>6</sup>. S pasivnimi merilniki dejansko lahko izmerimo nižje vrednosti črpalne hitrosti kot z merilniki na vročo katodo, vendar opaženega odstopanja v našem primeru ne moremo razložiti, saj je bila izmerjena črpalna hitrost getrov brez gretja katode oz. ionizacije praktično enaka 0. Dosti verjetnejšo razlago pojava dobimo na podlagi sestave plina v ampuli. Visok delež metana je lahko posledica načina aktiviranja z RF. Črpalna hitrost za metan in ostale ogljikovodike pa je za vse getre enaka 0. Negativen vpliv CO na črpalno hitrost getra za vodik je poznan <sup>7</sup>. Če je bilo čistemu vodik primešano le nekaj mol.% CO, je bila kapaciteta getra za vodik zmanjšana na 5%, črpalna hitrost pa za več redov velikosti ali pod detekcijsko mejo  $10^{-7}$  l/s. V našem primeru je bilo po aktivaciji v preostali atmosferi med 13 in 20 % CO, kar pomeni da bi že sam CO lahko črpalno hitrost za vodik drastično zmanjšal. Razlaga za navedeni pojav namreč je, da površinska plast adsorbiranega CO predstavlja zaporo za nadaljnje črpanje. Vodik se namreč lahko črpa reverzibilno le z difuzijo v notranjost getra.

Na kinetiko vmesne reakcije, to je na razpad vodikove molekule na površini kovine, pa najbolj vpliva adsorbirana plast tretje spojine. Verjetno lahko uporabimo enako razlago za pasivnost za črpanje vode in dušika. Slednji se je sprostil med aktiviranjem z razpadom nitrida <sup>8</sup>.

S stališča delovanja in izdelave miniaturnih elektronk sta zanimivi dve novi spoznanji: 1) naparjen barijev geter črpa le ob vklopljenem grelcu, kar pomeni, da je ob vklopu obremenitev katode zaradi ionskega bombardiranja bistveno večja kot med kasnejšim obratovanjem 2) aktiviranje getrov na črpalnem sistemu pred odtalnitvijo zmanjša količino plinov, ki se sicer akumulirajo v odtaljeni elektroniki. Izmerjena količina plinov iz posamičnega getra, ki jih nato ob vklopu grelca sicer počrpa, je bila med  $1,6 \times 10^{-6}$  mbar l do  $8,3 \times 10^{-6}$  mbar l, s sestavo iz **tabele 1**. Vpliv sproščenih plinov z izmerjeno sestavo na dolgotrajno delovanje elektronk v tej fazi ni bil raziskan.

### 4 SKLEP

Miniaturne elektronke smo opremili z merilno cevko s kroglico SRG merilnika, kar nam je omogočalo spremljati tlak v majhni prostornini 24 cm<sup>3</sup> pred aktiviranjem getra, po njem in med delovanjem elektronke. Ob aktiviranju barijevega getra v predhodno dobro razplinjeni in zataljeni elektronki se je tlak opazno povečal. Naparjena plast barija teh plinov v nekaj dneh ni bila sposobna znova počrpati. Ponoven padec tlaka v elektronki je bilo moč doseči že zgolj z vklopom grelca, ne glede, ali smo hkrati z elektronskim curkom obstreljevali tudi elektrode. V elektronki z neaktiviranimi getri pa je sam grelec vedno povzročal pozitiven prirastek tlaka. Za razlago nepričakovane neaktivnosti getrov smo izvedli vzporeden eksperiment, s katerim smo določili sestavo nastalih plinov, z njo pa smo lahko iz SRG odčitka tlaka določili tudi njihovo absolutno količino. Za 6 aktiviranih getrov smo izmerili vrednosti med  $1,6 \times 10^{-6}$  mbar l in  $8,3 \times 10^{-6}$  mbar l.

**Zahvala:** Predstavljeni rezultati so nastali pri projektu, ki ga je financiralo MZT.

### 5 LITERATURA

- <sup>1</sup> American Vacuum Society standard (tentative), reprint JVST, 2, (1965), 314
- <sup>2</sup> P. della Porta, v *Advances in Electron Tube Techniques*, Pergamon Press, Oxford, 1963, 55
- <sup>3</sup> V. Nemanič, M. Žumer, B. Zajec, Pressure determination in small electron tubes, submitted for publication in *Vacuum*
- <sup>4</sup> V. Nemanič, J. Šetina, JVST, A18, (2000), 1789
- <sup>5</sup> B. E. Lindenau, J. K. Fremerey, JVST A9, (1991), 2737
- <sup>6</sup> F. Ghezzi, M. De Angeli, JVST A17(6), (1999), 3452
- <sup>7</sup> T. K. Mehrhoff, L. W. Barnes, JVST A2(2), (1984), 1210
- <sup>8</sup> T. A. Giorgi, B. Ferrario, B. Storey, JVST, A3(2), (1985), 417