

doi:10.15199/48.2019.09.22

Wpływ struktury na właściwości elektryczne i optyczne cienkich warstw na bazie tlenków Ti i Hf

Streszczenie. Celem niniejszej pracy było wytworzenie nanokrystalicznych oraz amorficznych cienkich warstw na bazie mieszaniny tlenków Ti i Hf metodą rozpylania magnetronowego. W ramach pracy przeprowadzono również szczegółową analizę wpływu struktury wybranych warstw na ich właściwości elektryczne takie jak gęstość prądu upływu oraz względna przenikalność elektryczna, a także właściwości optyczne w tym współczynnik ekstynkcji światła.

Abstract. The aim of this work was to prepare nanocrystalline and amorphous thin films based on a mixture of Hf and Ti oxides by magnetron sputtering. As a part of work, the detailed analysis of the impact of the thin films structure on their electrical properties such as leakage current density and dielectric constant and optical properties like extinction coefficient was carried out. **Impact of the thin films structure on electrical and optical properties of thin films based on a mixture of Hf and Ti oxides**

Słowa kluczowe: cienka warstwa, rozpylanie magnetronowe, struktura nanokrystaliczna, faza amorficzna.

Keywords: thin film, magnetron sputtering, nanocrystalline structure, amorphous phase.

Wprowadzenie

W ostatnich latach obserwowany jest wyraźny wzrost zainteresowania materiałami cienkowarstwowymi na bazie tlenków metali. Zainteresowanie to związane jest z dynamicznym rozwojem przemysłu elektronicznego oraz optoelektronicznego, a co za tym idzie z rosnącym zapotrzebowaniem na nowe materiały [1-4]. Cienkie warstwy na bazie różnych tlenków metali przejściowych ze względu na ich różnorodne właściwości znajdują obecnie bardzo szerokie zastosowanie, między innymi w konstrukcji tranzystorów polowych, czy w konstrukcji wielowarstwowych powłok optycznych [3-5].

Jednym z istotnych tlenków, intensywnie badanym w ostatnich latach ze względu na możliwość wykorzystania jako warstwy podbramkowej w tranzystorach, jest dwutlenek hafnu (HfO_2) [3,4]. Tlenek ten charakteryzuje się dużą wartością względną przenikalności elektrycznej ($\epsilon_r \sim 25$), dużą szerokością przerwy energetycznej ($E_g \sim 5,8$ eV), doskonałą stabilnością termiczną oraz chemiczną [3,4,6]. Niedomieszkowany HfO_2 posiada niską temperaturę krystalizacji rzędu 200°C [2,6], co przekłada się na jego utrudnione zastosowanie w tranzystorach CMOS [5]. Krystalizacja cienkich warstw wykorzystywanych do izolacji jest niekorzystna ze względu na obecność granic ziaren, które mogą tworzyć tzw. ścieżki przewodnictwa dla nośników ładunku elektrycznego. Tym samym prowadzi to do zmniejszania niezawodności struktur elektronicznych i zwiększenia prądu upływu [7]. W celu poprawy parametrów elektrycznych tego tlenku stosuje się dodatkowo różne metody modyfikacji. Z literatury przedmiotu wynika, że jednym z najlepszych kierunków takiej modyfikacji może być wytworzenie warstwy będącej mieszaniną HfO_2 oraz TiO_2 [1,3,4]. Należy zaznaczyć, że istotnym faktem zastosowania TiO_2 jako dodatku jest jego wysoka temperatura krystalizacji [1,3]. Wprowadzenie TiO_2 do HfO_2 ma na celu uzyskanie niezwykle pożądanej cechy, jeśli chodzi o optymalną warstwę dielektryka, czyli powstanie warstwy amorficznej oraz poprawę jej homogeniczności [1,4,5]. Warto zaznaczyć, że faza amorficzna jest również bardzo pożądana jeśli chodzi o wykorzystanie cienkich warstw np. jako powłok optycznych w optoelektronice [8].

Niniejsza praca dotyczy wpływu struktury na właściwości elektryczne oraz optyczne cienkich warstw na bazie tlenków tytanu i hafnu.

Część eksperymentalna

Przedmiot badań stanowiły cienkie warstwy dwutlenku tytanu, dwutlenku hafnu oraz mieszaniny na bazie tlenków Ti oraz Hf o różnym składzie materiałowym. Powłoki zostały naniesione przy użyciu wielomagnetronowego stanowiska do rozpylania magnetronowego, przy użyciu impulsowych zasilaczy typu MSS2 firmy DORA Power System. W procesie reaktywnym zastosowano mieszaninę argonu i tlenu w proporcji 1:1. Ciśnienie w komorze roboczej podczas procesu rozpylania magnetronowego wynosiło około $1,2 \cdot 10^{-2}$ mbar. Powłoki cienkowarstwowe zostały naniesione na podłoża z krzemionki amorficznej oraz monokrystalicznego krzemu. Procesy rozpylania magnetronowego wykonano z 3 metalicznych targetów (dwóch targetów tytanowych o czystości 99,99% oraz jednego targetu hafnowego o czystości 99,5%). Zmiana składu materiałowego cienkich warstw otrzymana była przez odpowiednio dobraną moc doprowadzaną do magnetronów, w których były zamontowane targety.

Skład wytworzonych warstw został określony na podstawie pomiarów metodą mikroanalizy rentgenowskiej (EDS) przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego FESEM FEI Nova NanoSEM 230, wyposażonego w spektrometr EDAX Genesis. Badania strukturalne zostały wykonane metodą dyfrakcji rentgenowskiej XRD (ang. X-ray diffraction), przy użyciu dyfraktometru proszkowego PANalytical Empyrean PIXel3D z zastosowaniem promieniowania $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,54056$ Å).

Właściwości elektryczne wytworzonych cienkich warstw określono na podstawie pomiarów: rezystywności, charakterystyk prądowo-napięciowych (I-U) oraz charakterystyk pojemnościowo-napięciowych (C-U). Pomiarów charakterystyk I-U oraz C-U zostały wykonane przy użyciu stanowiska pomiarowego, w skład którego wchodzi: charakterograf Keithley 4200 SCS, stacja pomiarowa typu M100 firmy Cascade Microtech oraz analizator impedancji Agilent 4294A. Zastosowany system pomiarowy wyposażony jest w stolik oraz w sondy pomiarowe wraz z manipulatorami.

Właściwości optyczne powłok cienkowarstwowych określono na podstawie rezultatów badań wykonanych metodą transmisji światła. Pomiarów charakterystyk transmisji światła wykonano przy użyciu układu wyposażonego między innymi w sferę kalkującą, w zakresie spektralnym od 200 nm do 1000 nm. Na podstawie

otrzymanych charakterystyk określono wartość współczynnika transmisji światła (T_λ), długość fali odcięcia ($\lambda_{\text{cut-off}}$), szerokość optycznej przerwy energetycznej (E_g^{opt}) oraz współczynniki załamania i ekstynkcji światła.

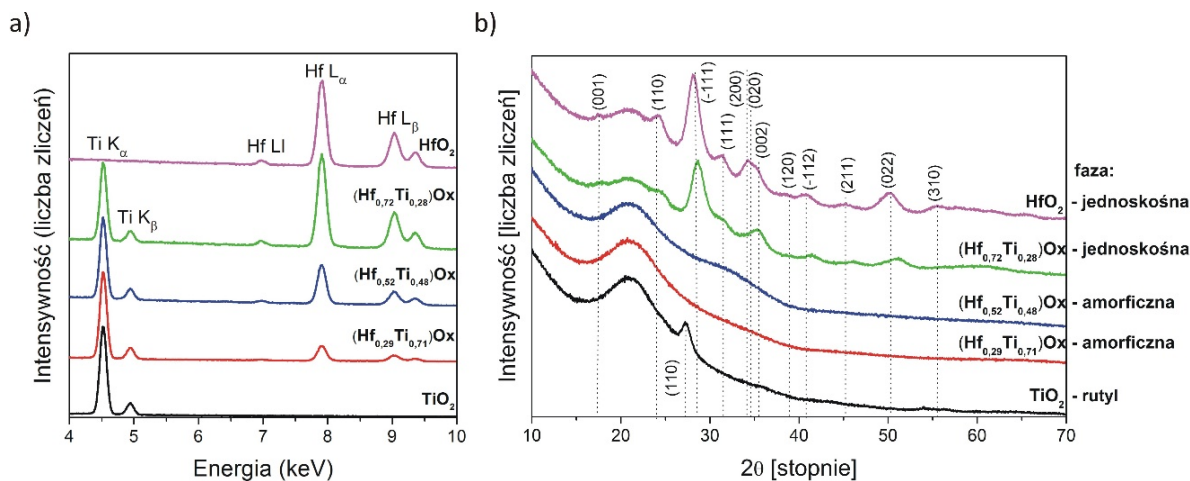
Wyniki

Skład cienkich warstw został określony na podstawie pomiarów metodą mikroanalizy rentgenowskiej (rys. 1a). Widma EDS potwierdzają obecność pików pochodzących od TiK_α oraz TiK_β , a także pików dla HfL_α , HfL_β oraz HfL_γ , co świadczy o otrzymaniu warstw TiO_2 , HfO_2 oraz mieszaniny obu tych tlenków o różnym składzie materiałowym. W niniejszej pracy analizowano pięć następujących warstw: HfO_2 , $(\text{Hf}_{0,72}\text{Ti}_{0,28})\text{Ox}$, $(\text{Hf}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{Ox}$, $(\text{Hf}_{0,29}\text{Ti}_{0,71})\text{Ox}$ oraz TiO_2 . Ponadto grubość wytworzonych cienkich warstw na bazie tlenków Hf oraz Ti została wyznaczona na podstawie pomiarów za pomocą profilometru optycznego Taylor Hobson CCI Lite. Na podstawie otrzymanych wyników stwierdzono, że grubość czystych tlenków Hf i Ti wynosiła odpowiednio 545 nm oraz 400 nm. Z kolei grubość powłok o zawartości 28 % at., 48 % at. oraz 71 % at. Ti była równa odpowiednio 710 nm, 660 nm oraz 480 nm.

Za pomocą metody dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) zbadano wytworzone cienkie warstwy HfO_2 , $(\text{Hf}_{0,72}\text{Ti}_{0,28})\text{Ox}$, $(\text{Hf}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{Ox}$, $(\text{Hf}_{0,29}\text{Ti}_{0,71})\text{Ox}$ oraz TiO_2 . Na podstawie otrzymanych wyników badań (rys. 1b) stwierdzono, że bezpośrednio po naniesieniu cienkiej warstwy HfO_2 oraz $(\text{Hf}_{0,72}\text{Ti}_{0,28})\text{Ox}$ miały strukturę jednoskośną. Dyfraktogramy pokazały, że w przypadku warstwy $(\text{Hf}_{0,72}\text{Ti}_{0,28})\text{Ox}$ intensywność dla płaszczyzny (-111) w strukturze jednoskośnej zmniejszyła się w stosunku do warstwy HfO_2 . Dla cienkich warstw HfO_2 oraz $(\text{Hf}_{0,72}\text{Ti}_{0,28})\text{Ox}$ rozmiar krystalitów wynosił odpowiednio około 6,1 nm oraz 6,2 nm. Z dyfraktogramów wynika (rys. 1b), że dla cienkich warstw $(\text{Hf}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{Ox}$ oraz $(\text{Hf}_{0,29}\text{Ti}_{0,71})\text{Ox}$ nie występują charakterystyczne piki pochodzące od faz krystalicznych,

co wskazuje na obecność fazy amorficznej. Natomiast dyfraktogram otrzymany dla cienkiej warstwy TiO_2 (rys. 1b) pokazał, że bezpośrednio po procesie nanoszenia uzyskano strukturę rutylu, co potwierdza obecność pików pochodzącego od płaszczyzny (110). W przypadku warstwy TiO_2 rozmiar krystalitów wynosił około 9,9 nm.

W tabeli 1 zostały przedstawione wyniki pomiarów rezystywności cienkich warstw na bazie tlenków Hf oraz Ti. Wykonane badania wykazały, że rezystywność nanokrystalicznych cienkich warstw była rzędu 10^8 - 10^{10} $\Omega\cdot\text{cm}$. W przypadku warstw amorficznych rezystywność ta wynosiła $5,62\cdot 10^{10}$ $\Omega\cdot\text{cm}$ oraz $7,65\cdot 10^9$ $\Omega\cdot\text{cm}$ odpowiednio dla cienkiej warstwy $(\text{Hf}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{Ox}$ oraz $(\text{Hf}_{0,29}\text{Ti}_{0,71})\text{Ox}$. Na podstawie pomiarów charakterystyk prądowo-napięciowych (I-U) wyznaczono wartość gęstości prądu upływu j_u [A/cm^2] dla cienkich warstw na bazie tlenków Hf oraz Ti. Wyjątek stanowiła nanokrystaliczna cienka warstwa HfO_2 o strukturze jednoskośnej, w której zaobserwowano histerezę. Występowanie takiego efektu w warstwie dwutlenku hafnu potwierdza literatura przedmiotu [11]. Jak wynika z tabeli 1 w przypadku amorficznych cienkich warstw wartość j_u jest najmniejsza i wynosi $1,60\cdot 10^{-7}$ oraz $5,02\cdot 10^{-8}$ A/cm^2 odpowiednio dla warstwy $(\text{Hf}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{Ox}$ oraz $(\text{Hf}_{0,29}\text{Ti}_{0,71})\text{Ox}$. Na podstawie wyników badań charakterystyk pojemnościowo-napięciowych (C-U) wybranych struktur, wyznaczono względną przenikalność elektryczną tych warstw. W przypadku warstw o strukturze jednoskośnej HfO_2 wartość ϵ_r wynosiła 19, natomiast dla warstwy $(\text{Hf}_{0,72}\text{Ti}_{0,28})\text{Ox}$ wartość $\epsilon_r = 14$. Z kolei dla warstwy TiO_2 o strukturze rutylu $\epsilon_r = 65$. Jak widać w tabeli 1 połączenie tlenków HfO_2 oraz TiO_2 w jednej warstwie potencjalnie daje możliwość zmiany względnej przenikalności elektrycznej w szerokim zakresie. Fakt ten został potwierdzony w przypadku amorficznych warstw tlenków zawierających 48 % at. oraz 71 % at. Ti, ponieważ wartość ϵ_r była równa odpowiednio 24 oraz 25.



Rys. 1. Wyniki pomiarów: a) składu materiałowego metodą EDS oraz b) struktury cienkich warstw na bazie tlenków Ti i Hf wykonanych metodą XRD. Dodatkowo zaznaczono położenie refleksów od płaszczyzn krystalograficznych, które są charakterystyczne dla HfO_2 o strukturze jednoskośnej [9] oraz TiO_2 o strukturze rutylu [10]

Na rys. 2 przedstawiono zestawienie charakterystyk transmisji światła wraz z zaznaczonym położeniem krawędzi absorpcji optycznej $\lambda_{\text{cut-off}}$ nanokrystalicznych oraz amorficznych cienkich warstw. W przypadku warstw HfO_2 oraz $(\text{Hf}_{0,72}\text{Ti}_{0,28})\text{Ox}$ o strukturze jednoskośnej, średnia wartość współczynnika transmisji światła dla długości fali 550 nm ($T_{i(\lambda=550)}$) wynosiła od 84 % do 85 %, natomiast dla warstwy TiO_2 o strukturze rutylu: 79 %.

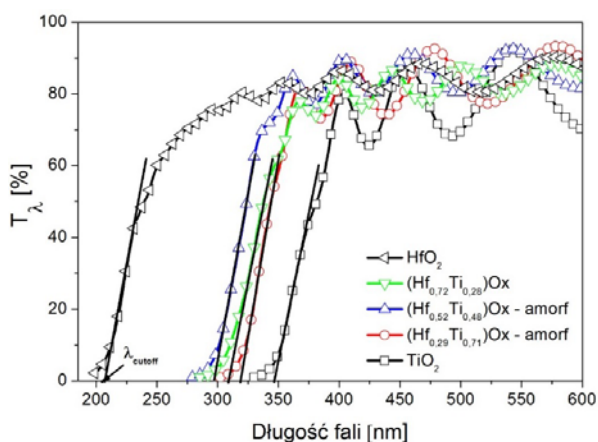
Z kolei dla amorficznych warstw tlenków zawierających 48 % at. oraz 71 % at. Ti, wartość $T_{i(\lambda=550)}$ wynosiła od 85 % do 86 %. Położenie krawędzi absorpcji optycznej ($\lambda_{\text{cut-off}}$) (rys. 2) zostało wyznaczone przez ekstrapolację liniowej części charakterystyki transmisji w zakresie krótkich długości fali. W przypadku nanokrystalicznej warstwy HfO_2 $\lambda_{\text{cut-off}}$ wynosiła 208 nm, natomiast dla warstwy $(\text{Hf}_{0,72}\text{Ti}_{0,28})\text{Ox}$ również o strukturze jednoskośnej krawędź absorpcji była przesunięta o 96 nm w stosunku do warstwy

HfO₂. Z kolei dla cienkiej warstwy TiO₂ o strukturze rutylu $\lambda_{\text{cut-off}}$ wynosiła 346 nm. Dla amorficznych warstw (Hf_{0,52}Ti_{0,48})Ox oraz (Hf_{0,29}Ti_{0,71})Ox krawędź absorpcji optycznej była położona odpowiednio przy 296 nm oraz 319 nm.

Tabela 1. Wyniki pomiarów właściwości elektrycznych cienkich warstw na bazie tlenków Ti i Hf po procesie nanoszenia

Cienka warstwa	Rodzaj struktury	ρ [$\Omega \cdot \text{cm}$]	j_u [A/cm^2]	ϵ_r
Krystaliczna				
HfO ₂	jednoskośna	$1,26 \cdot 10^8$	-	19
(Hf _{0,72} Ti _{0,28})Ox	jednoskośna	$4,30 \cdot 10^{10}$	$6,84 \cdot 10^{-7}$	14
TiO ₂	rutyl	$1,39 \cdot 10^9$	$2,81 \cdot 10^{-7}$	65
Amorficzna				
(Hf _{0,52} Ti _{0,48})Ox	-	$5,62 \cdot 10^{10}$	$1,60 \cdot 10^{-7}$	24
(Hf _{0,29} Ti _{0,71})Ox	-	$7,65 \cdot 10^9$	$5,02 \cdot 10^{-8}$	25

Oznaczenia: ρ – rezystywność, j_u – gęstość prądu upływu, ϵ_r - względna przenikalność elektryczna



Rys. 2. Charakterystyki transmisji światła cienkich warstw na bazie tlenków Ti i Hf

Na podstawie charakterystyk transmisji światła wytworzonych cienkich warstw (rys. 2) możliwe było także określenie takich parametrów optycznych jak, szerokość optycznej przerwy energetycznej (E_g^{opt}) oraz współczynnika załamania i ekstynkcji światła. Stwierdzono, że wartość E_g^{opt} dla nanokrystalicznych warstw o strukturze jednoskośnej, czyli HfO₂ oraz (Hf_{0,72}Ti_{0,28})Ox wynosi odpowiednio 4,75 eV dla oraz 3,35 eV. Z kolei w przypadku cienkiej warstwy TiO₂ o strukturze rutylu wartość ta wynosiła 3,09 eV. Jeśli chodzi o wartość E_g^{opt} dla warstw amorficznych, czyli (Hf_{0,52}Ti_{0,48})Ox i (Hf_{0,29}Ti_{0,71})Ox, to w obu przypadkach była ona mniejsza niż dla HfO₂ i wynosiła odpowiednio 3,54 eV oraz 3,37 eV. Uzyskane wyniki wartości współczynnika załamania światła dla długości fali $\lambda = 550$ nm (n_{550}) pokazały, że wartość ta dla warstw HfO₂ oraz (Hf_{0,72}Ti_{0,28})Ox o strukturze jednoskośnej wynosiła około 1,80. Z kolei dla wytworzonej cienkiej warstwy TiO₂ o strukturze rutylu wyznaczona wartość n_{550} wynosiła 2,23. W przypadku amorficznych warstw wartość n_{550} zwiększała się wraz ze wzrostem ilości tytanu w warstwie. W szczególności, była ona równa 1,84 oraz 1,98 odpowiednio dla warstwy (Hf_{0,52}Ti_{0,48})Ox oraz (Hf_{0,29}Ti_{0,71})Ox. Współczynnik ekstynkcji światła, który określa straty optyczne w materiale, dla warstw o strukturze jednoskośnej wynosił $4,64 \cdot 10^{-3}$ oraz $3,72 \cdot 10^{-3}$ odpowiednio dla HfO₂ oraz (Hf_{0,72}Ti_{0,28})Ox. Z kolei dla cienkiej warstwy TiO₂ o strukturze rutylu wartość k_{550} wynosiła $3,03 \cdot 10^{-3}$ i była o 35 % mniejsza w porównaniu z warstwą HfO₂. Dla amorficznych warstw współczynnik ekstynkcji światła był

najmniejszy spośród wybranych próbek i wynosił $2,64 \cdot 10^{-3}$ oraz $2,56 \cdot 10^{-3}$ odpowiednio dla cienkich warstw tlenków o zawartości 48 % at. oraz 71 % at. Ti. Taka wartość k_{550} świadczy o małej absorpcji światła przez cienkie warstwy na bazie tlenków Hf oraz Ti, a w szczególności przez warstwy amorficzne.

Podsumowanie

Podsumowując wyniki badań przedstawione w niniejszej pracy stwierdzono, że wytworzone nanokrystaliczne warstwy to jest HfO₂, (Hf_{0,72}Ti_{0,28})Ox, TiO₂ miały krystality o wielkości poniżej 10 nm. Z kolei, powłoki (Hf_{0,52}Ti_{0,48})Ox oraz (Hf_{0,29}Ti_{0,71})Ox były amorficzne. Na podstawie charakterystyk I-U wykazano, że warstwy amorficzne miały najmniejszą wartość gęstości prądu upływu j_u (rzędu 10^{-7} - 10^{-8} A/cm²) w porównaniu do warstw nanokrystalicznych. Z kolei, analiza charakterystyk C-U badanych amorficznych cienkich warstw pokazała, że modyfikacja HfO₂ za pomocą TiO₂ powoduje bardzo pożądany wzrost wartości względnej przenikalności elektrycznej ϵ_r (o 26 - 30 %) w stosunku do czystego HfO₂. Jeśli chodzi o właściwości optyczne, to modyfikując HfO₂ za pomocą TiO₂ uzyskano warstwy, które miały przesuniętą krawędź absorpcji optycznej (maksymalnie o 111 nm) w stronę dłuższych fal w stosunku do HfO₂, a także możliwe jest otrzymanie materiałów o zmodyfikowanej szerokości optycznej przerwy energetycznej, gdyż osiągnięto zmniejszenie wartości E_g^{opt} dla tych warstw o około 1,2 - 1,4 eV w odniesieniu do HfO₂. Jeśli chodzi o wartość współczynnika ekstynkcji światła k_{550} , który świadczy o stratach optycznych w materiale to najmniejszą wartość (bo o ponad 40 %) miały warstwy amorficzne w odniesieniu do krystalicznego HfO₂.

Podsumowując, można stwierdzić, że najlepszymi właściwościami elektrycznymi oraz optycznymi charakteryzowała się amorficzna warstwa (Hf_{0,29}Ti_{0,71})Ox. Przy odpowiednio dobranej grubości tej warstwy mogłaby być ona zastosowana jako warstwa izolująca w strukturach CMOS, a także jako warstwa optyczna wykorzystywana w optoelektronice.

Praca powstała ze środków statutowych (zlecenie nr 0401/0013/18)

Autorzy: dr inż. Agata Obstarczyk, Politechnika Wroclawska, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, E-mail: agata.obstarczyk@pwr.edu.pl; prof. dr hab. inż. Danuta Kaczmarek, Politechnika Wroclawska, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, E-mail: danuta.kaczmarek@pwr.edu.pl; dr hab. inż. Michał Mazur, prof. uczelni, Politechnika Wroclawska, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, E-mail: michal.mazur@pwr.edu.pl; dr hab. inż. Jarosław Domaradzki, prof. uczelni, Politechnika Wroclawska, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, E-mail: jaroslaw.domaradzki@pwr.edu.pl; dr hab. inż. Damian Wojcieszak, prof. uczelni, Politechnika Wroclawska, Wydział Elektroniki Mikrosystemów i Fotoniki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, E-mail: damian.wojcieszak@pwr.edu.pl;

LITERATURA

- [1] Zhang J.W., He G., Chen H.S., Gao J., Chen X.F., Jin P., Xiao D.Q., Ma R., Liu M., Sun Z.Q., Modulation of charge trapping and current-conduction mechanism of TiO₂-doped HfO₂ gate dielectrics based MOS capacitors by annealing temperature, *J. Alloy. Compd.*, 647 (2015) 1054-1060
- [2] Zhang J.W., He G., Zho L., Chen H.S., Chen X.S., Chen X.F., Deng B., Lv J.G., Sun Z.Q., Microstructure optimization and optical and interfacial properties modulation of sputtering-derived HfO₂ thin films by TiO₂ incorporation, *J. Alloy. Compd.*, 611 (2014) 253-259

- [3] Jiang S.S., He G., Gao J., Xiao D.Q., Jin P., Li W.D., Lv J.G., Liu M., Liu Y.M., Sun Z.Q., Microstructure, optical and electrical properties of sputtered HfTiO high-k gate dielectric thin films, *Ceram. Int.*, 42 (2016) 11640-11649
- [4] Jin P., He G., Liu M., Xiao D.Q., Gao J., Chen X.F., Ma R., Zhang J.W., Zhang M., Sun Z.Q., Liu Y.M., Deposition power modulated optical and electrical properties of sputtering-derived HfTiOx gate dielectrics, *J. Alloy. Compd.*, 649 (2015) 128-134
- [5] Pokhriyal S., Biswas S., Doping dependent high-frequency dielectric properties of $Hf_{1-x}Ti_xO_2$, *Nanopart. Mater. Today: Proceed.*, 3 (2013) 1311-1319
- [6] Gao J., He G., Zhang J.W., Deng B., Liu Y.M., Annealing temperature modulated interfacial chemistry and electrical characteristics of sputtering-derived HfO_2/Si gate stack, *J. Alloy. Compd.*, 647 (2016) 322-330
- [7] Wilk G.D., Wallace R.M., Anthony J.M., High-k gate dielectrics: current status and materials properties considerations, *J. Appl. Phys.*, 89 (2001) 1-33
- [8] Gan F., Structure and properties of amorphous thin film for optical data storage", *J. Non-Crystalline Solids*, 354 (2008) 1089-1099
- [9] Powder Diffraction File, Joint Committee on Powder Diffraction Standards, ASTM, Philadelphia, PA, PDF Card 34-0104
- [10] Powder Diffraction File, Joint Committee on Powder Diffraction Standards, ASTM, Philadelphia, PA, PDF Card 21-1272
- [11] Lanza M., A review on resistive switching in high-k dielectrics: a nanoscale point of view using conductive atomic force microscope, *Materials*, 7 (2014) 2155-2182