УДК 538.56:538.971

МИКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ ОБРАЗЦОВ КАТОДНЫХ СТРИПОВЫХ КАМЕР ПОСЛЕ РЕСУРСНЫХ ИСПЫТАНИЙ

© 2020 г. Г. Е. Гаврилов^{1, *}, М. Э. Бузоверя², А. А. Дзюба¹, И. А. Карпов¹

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение

"Петербургский институт ядерной физики имени Б.П. Константинова

Национального исследовательского центра "Курчатовский институт", Гатчина, Россия

²Федеральное государственное унитарное предприятие

Российский федеральный ядерный центр Всероссийский научно-исследовательский институт

экспериментальной физики, Саров, Россия

**E-mail: gavrilov_ge@pnpi.nrcki.ru* Поступила в редакцию 11.05.2020 г. После доработки 02.06.2020 г. Принята к публикации 26.06.2020 г.

Исследована эволюция структуры медной фольги на катоде прототипа мюонных пропорциональных камер CMS в зависимости от условий облучения. Комплексное изучение образцов катода прототипа камеры выполнено после длительного облучения β -источником ⁹⁰Sr. Обсуждается морфология поверхности медной фольги на катоде, вызванная радиационными повреждениями от электронов.

DOI: 10.31857/S0367676520100105

ВВЕДЕНИЕ

Актуальной проблемой применения газоразрядных детекторов частиц в современных физических экспериментах является деградация их рабочих характеристик в условиях высокой ралиационной загрузки – проблема старения. В настоящее время интерес к исследованиям радиационной стойкости газоразрядных детекторов БАК (Большой адронный коллайдер) снова усилился. Вопервых, это связано с планируемым увеличением светимости БАК в середине 2020-х годов. Во-вторых, спустя 10 лет эксплуатации на БАК отдельные катодные стриповые камеры в экспериментах CMS и LHCb все чаще демонстрируют периодическое появление спонтанных самоподдерживающихся токов – мальтеровского эффекта (МЭ) [1], что вполне может привести эти детекторы к выходу из строя. Поэтому актуальной задачей проводимых сегодня исследований стало выяснение причин возникновения спонтанных токов в пропорциональных камерах мюонной системы CMS. Возникновение МЭ в катодных стриповых камерах (КСК) трудно объяснить только присутствием кремниевых соединений в рабочем объеме этих детекторов. Дело в том, что еще в первых ресурсных исследованиях КСК было обнаружено заметное наличие соединений кремния на катодах, что, однако, не привело к обнаружению МЭ ни в лабораторных прототипах, ни в полномасштабных модулях [2, 3]. Вероятной причиной появления самоподдерживающихся токов может быть также и образование высокорезистивных окислов меди на катоде, связанное с диссоциацией углекислого газа (CO₂) в составе рабочей газовой смеси. Под воздействием электронов лавины, достигающих на краю энергетического спектра до 50 эВ, происходит диссоциация молекул CO₂ с образованием радикалов O' и CO' и молекул O₂ [4, 5], которые и воздействуют на поверхность меди на катоде, изменяя ее цвет в зависимости от длительности и интенсивности облучения. Одновременно не менее важным фактором, влияющим на морфологию поверхности меди на катодах, является радиационная эрозия.

Дело в том, что источником фона в мюонной системе CMS являются быстрые нейтроны с энергией до нескольких сотен МэВ, которые в результате ядерного взаимодействия с конструкционными материалами установки образуют фотоны с энергией 0.1–1 МэВ. При прохождении фотонов через газовый объем КСК образуются комптоновские электроны, энергия которых превышает пороговый уровень образования радиационных дефектов в металлах ~0.5 МэВ [5, 6]. В свою очередь, большая часть электронов спектра

β-источника ⁹⁰Sr (E_{β}^{max} = 2.28 МэВ), используемого в ресурсных исследованиях, имеет энергию электронов сопоставимую с электронами фона в CMS: ~1 МэВ. Поэтому эффекты радиационной эрозии, обнаруженные в тестах на старение, предположительно, аналогичны явлениям, имеющим место в КСК на БАК. На этом основании главной целью представленной работы стал анализ процессов окисления и радиационной эрозии, происходящих на покрытом медной фольгой катоде КСК при облучении его электронами β-источника ⁹⁰Sr, с точки зрения образования условий для стимуляции возникновения МЭ.

1. УСЛОВИЯ ОБЛУЧЕНИЯ

В ходе ресурсных исследований старение прототипов модулей КСК осуществлялось с помощью β -излучателя, состоящего из трех отдельных источников ⁹⁰Sr, помещенных в свинцовый контейнер.

В первом цикле старения источники, расположенные с шагом 0.8 см, образуют в прототипе КСК зону непрерывного облучения до 8 см² с интенсивностью потока в центре зоны облучения $4.36 \cdot 10^{6} \,\mathrm{c}^{-1} \cdot \mathrm{cm}^{-2}$ при интегральном токе ионизации 17 мкА. Задачей этого испытания было получение верхней оценки радиационной стойкости для прототипа КСК, работающего в нормальных условиях с газовой смесью 40% Ar + 50% CO₂ + + 10% СF₄. Эта смесь является рабочей в камерах мюонного трекера CMS. За время экспонирования 2.1 · 10⁶ с аккумулированный заряд, прошедший через прототип, составил 1.36 Кл · см⁻¹, что соответствует почти 100 лет работы КСК в условиях HL-LHC. Однако в ходе испытаний обнаружить мальтеровский эффект не удалось.

Во втором цикле облучения, где использовалась модифицированная газовая смесь 36.6% Аг + + 62.7% CO₂ + 1.7% CF₄, скорость набора аккумулированного заряда была уменьшена в 4 раза за счет снижения тока ионизации с помощью медного фильтра с 17 до 4 мкА. Такой режим облучения был выбран для уточнения порога начала деградации прототипа КСК, у которого в рабочей газовой смеси содержание фреона CF₄ уменьшено более чем в 5 раз. Аккумулированный за время 2.3 · 10⁶ с заряд в КСК при интенсивности потока в центре зоны облучения $1.2 \cdot 10^6 \text{ c}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$ составил 0.39 Кл · см⁻¹. Такая величина заряда, прошедшего через детектор, в условиях HL-LHC соответствует более чем 30 годам работы. В ходе испытаний были отмечены броски тока, но также, как и в первом случае, не было обнаружено возникновение самоподдерживающегося режима – МЭ.

В обоих циклах испытаний КСК, несмотря на отличия в процентном составе газовых смесей, не было отмечено "классических" эффектов старения, обусловленных процессами полимеризации [4]. Скорость продува рабочей газовой смеси в прототипах была одинаковой в обоих циклах старения. Это обеспечивало смену 3.5 объемов газа в прототипе КСК за сутки. Поэтому при сопоставимой в обоих тестах длительности облучения $\sim 2 \cdot 10^6$ с обнаруженная радиационная эрозия и окисление медных катодов были обусловлены, прежде всего, интенсивностью потока электронов.

2. ОБРАЗЦЫ АНАЛИТИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

Прототип КСК состоит из 3-х прямоугольных катодных панелей площадью 28×27.5 см, разделенных двумя зазорами по 0.9 см, через которые продувается рабочая газовая смесь — Ar/CO₂/CF₄. Катодные панели изготовлены из поликарбоната с гексагональной сотовой структурой (honeycomb) толщиной 1.6 см, заключенного между двух листов стеклопластика FR4 по 0.15 см, покрытых медной фольгой с толщиной 35 мкм.

После каждого цикла старения из катодных панелей прототипов на разном удалении от центра зоны облучения были вырезаны образцы фольгированного стеклопластика – диски диметром 2.4 см и толщиной 0.15 см. Из них 12 образцов были исследованы методами атомно-силовой микроскопии (ACM) и обратного резерфордовского рассеяния (Rutherford Back Scattering Spectrometry – RBS).

После первого цикла старения (серия 1) для аналитического исследования результатов облучения из верхнего катода в точках с разным удалением от центра облучения были взяты шесть образцов: $E_f - 1.0$ см (практически в площади зоны интенсивного облучения ~8 см²), Е-В и Е-H – 3.5 см, Е-D – 5.2 см и H – 8.5 см. На нижней катодной плоскости прототипа был взят образец С – 13.5 см.

После второго цикла облучения прототипа КСК были взяты образцы серии 2. На верхнем катоде с разным удалением от центра были взяты образцы: $E_h - 1.0$ см, E-B - 3.5 см, H - 8.5 см и G - 13.5 см. На нижнем катоде также был взят образец C - 13.5 см.

Для сравнительных измерений, помимо образцов, взятых из прототипов КСК, использовался необлученный образец-эталон, вырезанный из заготовки для изготовления стандартной катодной панели.

Исходные данные для исследованных образцов серии 1 и серии 2 приведены в табл. 1. Здесь для каждого образца приведено расстояние до центра зоны облучения и соответствующая поглощенная медной фольгой образца доза в миллигреях за полное время облучения. Вычисление поглощенной дозы выполнено при помощи Монте-Карло моде-

Плоскость катода		Верхняя				Нижняя	
Серия 1 Время экспониро- вания 2.1 · 10 ⁶ с	Название образца	E_{f}	E-H	E-B	E-D	Н	С
	Расстояние до центра зоны облучения, см	1.0	3.5	3.5	5.2	8.5	13.5
	Поглощенная доза, мГр	11500	63	63	14	8	0.2
Серия 2 Время экспониро- вания 2.3 · 10 ⁶ с	Название образца	E _h	Ι	E-B	Н	G	C
	Расстояние до центра зоны облучения, см	1.0	-	3.5	8.5	13.5	13.5
	Поглощенная доза, мГр	4500	_	100	8.6	0.2	0.2

Таблица 1. Образцы катодной плоскости

лирования с использованием программного пакета GEANT4. В программе для моделирования распределения потока электронов при облучении рассматривалось прохождение электронов от ⁹⁰Sr через прототип и контейнер источника излучения [7, 8]. Поглощенная медной фольгой доза вычислялась с учетом угла наклона электронов пучка. Из данных табл. 1 видно, что пучок имеет резкую границу, и уже в 5–6 сантиметрах от центра зоны облучения поглощенная медной фольгой доза падает почти в 1000 раз. Однако и удаленные от зоны облучения на 13.5 см образцы G и C тоже набрали ненулевые поглощенные дозы – 0.2 мГр, что и было подтверждено при дальнейшем анализе наличием на них следов радиационной эрозии.

3. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Выбор методов для анализа образцов в работе был обусловлен необходимостью исследования микрорельефа поверхности медной фольги, где локализованы, как проводящие (Cu₂O), так и непроводящие (CuO) окислы меди. Кроме того, вполне возможным считалось появление на поверхности катода кремния и его окислов. Поэто-



Рис. 1. Катодные плоскости прототипов КСК: a - до начала ресурсных испытаний; $\delta -$ после аккумуляции заряда 0.39 Кл · см⁻¹; s - после аккумуляции заряда 1.36 Кл · см⁻¹.

му было проведено комплексное исследование образцов.

На наш взгляд наиболее эффективным методом для изучения морфологии поверхности, на которой находятся как проводящие, так и высокорезистивные химические соединения, является метод атомно-силовой микроскопии (АСМ). Исследование морфологии поверхности образцов было выполнено с использованием сканирующего зондового микроскопа "Solver Next" (OAO "НТ-МДТ" г. Зеленоград). Сканирование поверхности проводилось полуконтактным методом (tapping-mode) в режиме топографии и фазы на воздухе при нормальных условиях с использованием кантилеверов серии NSG10/W2C. Топографическая мода сканирования АСМ дает данные о рельефе поверхности. Фазовая мода применяется для оценки неоднородности свойств и химического состава поверхности. Результаты сканирования обрабатывались штатным программным модулем обработки изображения Image Analysis 3.5. Анализ параметров структуры поверхности проводился на площади 90 × 90; 30 × 30 мкм.

Элементный анализ образцов проводился на установке "Микрозонд" комплекса Микрозонд – ЭГП-10 методом RBS, основанном на спектрометрии обратно рассеянных заряженных частиц [9]. Этот метод довольно универсален, и основным его преимуществом по сравнению с другими методами анализа на ионных пучках является возможность определения практически всех элементов за исключением водорода. При исследовании образцов комплекс Микрозонд – ЭГП-10 работал в следующем режиме:

энергия пучка – 4 МэВ (анализируемая глубина 25 мкм);

- средний ток протонов на образцах 0.01 нА;
- размер пучка на образце 30 × 30 мкм.

4. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

На рис. 1 приведены снимки катодных поверхностей трех прототипов КСК. Первый из них, не прошедший длительного облучения, демонстри-



Рис. 2. АСМ-скан 90 × 90 мкм a – образец-эталон, δ – образец E_f (поглощенная доза 11500 мГр), первый цикл старения – серия 1.

рует чистую неокисленную поверхность меди на катоде (рис. 1*a*).

Во время экспонирования при старении КСК источник облучения ⁹⁰Sr располагался в центре катодной плоскости. В зоны облучения на площади в несколько см² образовывалась максимальная концентрация кислородосодержащих молекул и радикалов, которые потоком газа распространялись в рабочем объеме камеры [2–4]. Развитие оксидных образований на поверхности меди, как видно на рис. 1, носит хорошо локализованный характер.

Сравнение снимков на рис. 16 и 1в показывает, что состаренные катодные плоскости КСК при сопоставимых временах облучения имеют очень разную площадь окисления - пятно цвета побежалости на поверхности медной фольги. После первого цикла старения (поглощенная доза образца Е_г в центре 11500 мГр) площадь пятна почти в 10 раз больше, чем во втором случае (поглощенная доза образца E_h в центре 4500 мГр). Очевидно, что это обусловлено, прежде всего, разницей в интенсивности генерации кислородосодержащих молекул и радикалов в газовом объеме КСК. Как следствие, окисление приводит к возрастанию шероховатости поверхности. Причинами этого является разница плотности меди – $\rho_{Cu} = 8.92 \ r \cdot cm^{-3}$ по сравнению с образующимися на ней окислами Cu₂O ($\rho_{Cu_2O} = 6.0 \, \Gamma \cdot cm^{-3}$) и CuO ($\rho_{CuO} = 6.31 \, \Gamma \cdot cm^{-3}$) и возникающие на окисленной поверхности ралиационные эффекты.

Известно, что удельное сопротивление поверхности в зонах образования окислов Cu₂O может ва-



Рис. 3. АСМ-изображения образцов попарно удаленных от центра зоны облучения, размер 30×30 мкм: серия 1: a - H (13.5 см), $\delta - E_f$ (1.0 см); серия 2: e - H (13.5 см), $\epsilon - E_h$ (1.0 см).

рьироваться в диапазоне 10³—10⁸ Ом · см⁻¹ [10]. Заряжаясь положительными ионами из газового объема детектора, эти зоны даже без появления микропиков вполне могут стать источником автоэмиссии электронов, образующих самоподдерживающийся ток МЭ [11]. При наличии внешнего электрического поля в КСК гранулы окислов и микропики, образовавшиеся на поверхности катода благодаря радиационным эффектам, способны стать источниками возникновения спонтанных самоподдерживающихся токов эмиссии [12].

Ключевым условием АСМ-исследования поверхности образцов является получение неискаженного топографического изображения с высоким пространственным разрешением. Характерные топографические изображения поверхности образца-эталона и образцов облученных участков катода представлены на рис. 2 и 3 с размерами 90 × 90 и 30 × 30 мкм.

Для образца-эталона на рис. 2a характерна волокнистая структура типичная для медной фольги, наклеенной на поверхность стеклопластика FR4. Видно присутствие незначительного количества небольших блистеров, образующихся в процессе наклейки медной фольги на стеклопластик при температуре ~400°С. На рис. 2b в образце первой серии E_f после старения исчезла типичная для фольгированной меди волнистость. Здесь присутствуют эрозионные дефекты характерные



Рис. 4. Процентная концентрация кислорода N по глубине D в медной фольге в в образцах E_f – черные квадраты, Е-Н – белые кружки, Е-D – черные треугольники. На экспериментальных точках показаны статистические погрешности, превышающие размеры обозначений.

для высоких поглощенных доз: блистеры, шелушение (fleking — флекинг), кратеры, поры, трещины. Хорошо видна зона оплавления. Измерение высоты шероховатости на образце показало появление микропиков с высотой порядка 2 мкм.

На рис. 3 попарно представлены образцы серии 1 и серии 2, равноудаленные от центра облучения: на 8.5 см (*a*, *в* – Н из серий 1 и 2) и 1.0 см $(\delta, r - E_f u E_h)$. Видно, что микрорельеф поверхности образцов серии 1 более грубый по сравнению с серией 2 как при малой поглощенной дозе 0.2 мГр, так и при большой дозах в центре облучения. Такая повышенная дефектность образцов 1-ой серии может быть результатом интенсивного окисления поверхности продуктами плазмохимических реакций в лавинах, происходящих у анодных проволочек КСК. Известно, что помимо разницы плотностей оксидная пленка характеризуется сильной шероховатостью и дефектностью по сравнению с поверхностью чистой меди в связи с интенсивным массопереносом, сопровождающим образование окиси [13]. Поверхность образцов серии 2 после облучения прототипа КСК более сглажена, хотя и здесь в образце E_h , взятом из зоны облучения, заметно множество образовавшихся блистеров.

Таким образом, как показал анализ микрорельефа образцов, поверхность меди значительно эродирует в обоих экспериментах. Тип и интенсивность эрозии зависит от поглощенной дозы и степени окисления поверхности. Оценка состояния поверхности образцов, выполненная путем обработки рельефа панорамных снимков (90 × 90 мкм) штатной программой "Roughness Analysis", показала возникновение микропиков высотой в диапазоне от 1.5 до 2.5 мкм, практически по всей поверхности катодов, как в первом, так и во втором цикле старения.

Элементный анализ структуры поверхности образцов с помошью "Микрозонда" не обнаружил на поверхности катодов состаренных прототипов КСК присутствия кремния - традиционного источника возникновения МЭ. На поверхности исследованных образцов были найдены кислород и следы углерода. Однако использование RBS метола позволило обнаружить значительную диффузию кислорода внутрь медной фольги. Оказалось, что медь на поверхности образцов 1-ой серии окислена на глубину до 9 мкм. На рис. 4 приведены распределения кислорода по глубине в фольге на катоде прототипа КСК. Видно, что в приповерхностном слое на глубине $D \sim 5$ мкм содержание кислорода в фольге составляет до 90%. Учитывая результаты АСМ-анализа поверхности, приведенные выше, очевидно, что это связано с окислением меди и рыхлостью поверхности, которая вызвана многочисленными радиационными дефектами.

Обобщая результаты исследований, можно представить процессы старения катода в виде последовательно протекающих стадий (табл. 2).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Анализ состояния поверхности образцов катода, взятых после длительного облучения электронами ⁹⁰Sr, из прототипов многопроволочных пропорциональных камер мюонной системы CMS свидетельствует о том. что сильные изменения морфологии поверхности медного покрытия вызваны радиационно-стимулированными структурными и химическими превращениями в приповерхностных слоях. Степень деградации поверхности зависит от интенсивности облучения и растет с увеличением поглощенной дозы и с развитием процесса окисления медной фольги. Сначала меняется микрорельеф исходной медной поверхности. Затем идет ее окисление с образованием Cu₂O и последующая эрозия уже окисленной поверхности. Интенсивность и тип эрозии зависят от расположения образца относительно источника излучения, то есть от величины поглощенной дозы.

Методами атомно-силовой микроскопии (ACM), рентгенодифракционного анализа и обратного резерфордовского рассеяния на установке "Микрозонд" впервые в практике исследований газоразрядных детекторов частиц проведен комплексный анализ образцов катодной поверх-

1492

МИКРОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ ОБРАЗЦОВ

Образец	Описание структуры	Процессы	Стадия старения	
G и C Доза: 0.2 мГр Расстояние до центра: 13.5 см	Волокна исходной меди (рис.2 <i>a</i>) фрагментируются на ряды, выявля- ются зерна и агрегаты зерен	Радиационно-стимулиро- ванное травление	1 — очищение поверхности	
Н серия 1 и Н серия 2 Доза: ~ 8 мГр Расстояние до центра: 8.5 см	Усложнение структуры за счет бли- стеринга окисленной поверхности. Образование кратеров и полостей	Дефектообразование в окисном слое	2 — эрозия окиси	
Е-D Доза: 14 мГр Расстояние до центра: 5.2 см	Образец имеет бугристую поверх- ность в результате интенсивного образования мелких блистеров; кра- теров и пор	Развитие окисного слоя; блистеринг, порообразо- вание. Появление микро- пиков	3 – эрозия окиси	
Е-Н Доза: 63 мГр Расстояние до центра: 3.5 см	Появление крупных блистеров; их вскрытие; наличие зон шелушения	Блистеринг окиси с шелу- шением, усиленное крате- рообразование. Рост микропиков	4— эрозия по типу флекинга	
Е _{<i>h</i>} Доза: 4500 мГр Расстояние до центра: 1.0 см	В зоне облучения ближе к источнику интенсифицируется процесс обра- зования ячеистого рельефа за счет распыления плавления меди между пиками окиси. Новая волна блисте- ринга (рис. 3г)	Формирование радиаци- онно-индуцированной морфологии	5 — эрозия поверх- ности и структури- рование	
Е _f Доза: 11500 мГр Расстояние до центра: 1.0 см	Появление областей оплавления и следующего поколения блистеров. В местах, свободных от блистеров, образование в окисленном припо- верхностном слое губчатой пори- стой структуры (рис. 26 и 36)	Тепловая эрозия, вторичный блистеринг, окислительно-восстано- вительные процессы	6 — глубокая стадия старения	

T ()	0	~			
	(талии старени	ia oppasitoi	з катола после	песупсных	испытании
I aosiniqu 2.	Crughin crupein	т образцої	латода поеле	pecypendix	nonbitannin

ности прототипов КСК после накопления поглощенной дозы от 0.2 до 11500 мГр.

• Показано, что в результате облучения электронами ⁹⁰Sr на поверхности медного покрытия толщиной 35 микрон наблюдаются эффекты, вызванные радиационной эрозией — блистеры, кратеры и флекинг.

• Обнаружено глубокое проникновение кислорода на глубину до 10 микрон при окислении медной фольги на облученном катоде.

• Высокая интенсивность проявлений радиационной эрозии и окисления позволяет предположить, что наблюдаемые дефекты на поверхности катода вполне могут быть источником возникновения спонтанных самоподдерживающихся токов в КСК CMS, площадь которых в среднем составляет $\geq 1 \text{ м}^2$, а длительность облучения на два порядка больше, чем в циклах на старение и составляет $\sim 10^8$ секунд.

• Для работы газоразрядных детекторов в схожих с КСК условиях, в конструкции которых используется медное покрытие толщиной ~5 микрон, представленные в работе радиационные повреждения могут быть критическими для работоспособности.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Гаврилов Г.Е., Маев О.Е., Майсузенко Д.А., Насыбулин С.А. // Ядер. физ. и инжиниринг. 2018. Т. 9. С. 357.
- Ferguson T., Gavrilov G., Gratchev V. et al. // Nucl. Instrum. Meth. A. 2003. V. 515. P. 266.
- Acosta D., Apollinari G., Arisaka K. et al. // Nucl. Instrum. Meth. A. 2003. V. 515. P. 226.
- 4. Va'vra J. // Nucl. Instrum. Meth. A. 1986. V. 252. P. 547.
- Hansen H.H. // Int. J. Appl. Radiat. Isotopes. 1983. V. 34. P. 1241.
- 6. Fisher S.B. // Radiat. Eff. Defect. S. 1971. V. 7. P. 173.

- Agostinelli S., Allison J., Amako K et al. // Nucl. Instrum. Meth. A. 2003. V. 506. P. 250.
- Allison J., Amako K., Apostolakis J. et al. // Nucl. Instrum. Meth. A. 2016. V. 835. P. 186.
- 9. Абрамович С.Н., Зимин Е.В., Иванин И.А. // Тр. ВНИИЭФ. 2010. № 15. С. 486.
- 10. *Flora M.Li, Waddingham R., Milne W.I. et al.* // Thin Solid Films. 2011. V. 520. P. 1278.
- 11. Hurley R.E., Dooley P.J. // J. Phys. D. 1977. V. 10. P. L195.
- 12. *Месяц Г.А.* Взрывная электронная эмиссия. М.: Физматлит, 2011. С. 30.
- 13. Стадниченко А.И., Сорокин А.М., Боронин А.И. // ЖСХ. 2008. Т. 9. С. 341.