

세가지 다른 조건으로 형성시킨 비정질 실리콘에 대한 저온 열처리 결정화 기구

이재갑 · 진원화 · 이은구* · 임인권**

국민대학교 금속재료공학과

*조선대학교 재료공학과

**LG전자(주)

The Mechanism for the Low Temperature Crystallization of Amorphous Silicon Produced under Three Different Conditions

Jae-Gab Lee, Won-Hwa Jin, Eun-Gu Lee*, In-Gon Lim**

Dept. of Metallurgical Materials Eng., Kookmin Univ.

*Dept. of Materials Science and Eng., Chosun Univ.

**LG Electronics Co., Ltd., Co.

초록 세가지 다른 방법을 이용하여 형성시킨 비정질 실리콘(SiH_4 a-Si, Si_2H_6 a-Si, Si^+ implanted SiH_4 a-Si)들에 대한 저온 결정화 기구의 차이를 고려한 이론인 Avrami 식($X=1-\text{expt}^n$, $X=\text{결정화 분율}$, $t=\text{열처리 시간}$, $n=\text{지수}$)을 이용하여 검토하였다. Silane으로 형성된 비정질 실리콘의 결정화 과정에서는 Avrami 식에서의 n 의 값이 2.0을 나타내고 있어, 결정성장이 이차원적으로 이루어지면서 핵생성률이 시간에 따라 감소하고 있음을 알 수가 있었다. Si^+ 은 주입에 의하여 형성된 비정질 실리콘의 결정화에서는 3.0의 지수 값이 얻어지고 있어, 정상상태의 핵생성과 함께 2차원적인 결정성장이 이루어지고 있었다. Disilane으로 형성된 비정질 실리콘에 대한 결정화에서는 2.8의 지수 값이 얻어져, 정상상태의 핵생성이 우세하게 일어나는 2차원적인 결정성장이 일어나고 있음을 알 수 있었다. 또한 TEM을 이용하여 시간에 따라 변하는 핵생성률을 조사하여, Avrami 식의 적용이 타당성 있음을 증명하였다. 마지막으로, 최종 입자의 크기가 열처리 온도에 크게 영향을 받고 있지 않음을 확인하였다.

Abstract Crystallization of three different amorphous silicones(SiH_4 a-Si, Si_2H_6 a-Si and Si^+ implanted SiH_4 a-Si) has been carried out at 590°C to 650°C. The crystallization mechanisms of three types of amorphous silicon were investigated using a classical Avrami equation($X=1-\text{expt}^n$, $X=\text{crystallized fraction}$, $t=\text{anneal time}$, $n=\text{exponent}$). 2.0 of the exponent, n in the Avrami equation was obtained for the crystallization of SiH_4 a-Si, indicating that two-dimensional growth occurs with the nucleation rates decreasing with time. For the crystallization of Si^+ implanted a-Si, 3.0 of n was obtained to imply 2-D growth with a steady state nucleation rate. For the crystallization of Si_2H_6 a-Si, 2.8 of n was determined to show two modes of nucleation occurring during the crystallization process. TEM study of nucleation rate as a function of anneal time confirmed that the Avrami model was valid for this experiment. Finally average grain sizes were identified to be a weak function of anneal temperature.

1. 서 론

다결정 실리콘 박막 트랜지스터의 제조에서
는 소자의 전기적 특성을 향상시키기 위하여
비정질 실리콘을 결정화시켜 active layer로

사용하는 SPC(solid phase crystallization) 방
법이 널리 이용되고 있으며, SPC방법에 의하
여 형성된 active layer의 전기적 특성은 결정
립 크기에 의하여 크게 좌우되고 있다. 또한
결정립 크기는 결정화 열처리 전의 비정질 상

태에 큰 영향을 받고 있으며, 비정질 상태는 증착 방법, 사용된 precursor들에 의하여 많은 차이가 있어, silane보다 반응성이 높은 disilane을 사용하여 증착온도를 상당히 낮추어 양질의 비정질 실리콘을 얻고자 한다. 또한 silane으로 증착 시킨 비정질 실리콘에 대하여 Si^+ 이온 주입을 실시하여 비정질 특성을 변화시켜 결정립의 조대화를 이룩한 결과에 대하여도 발표가 되고 있다.^{1, 2)} 이렇게 여러 가지 방법에 의하여 형성된 비정질 실리콘들의 결정화기구에 대한 이해는 막질 개선을 위하여 필요되는 일이라 각각의 방법에 대한 결정화기구들에 대한 발표들이 많이 이루어지고 있다.^{1, 3)} 그러나 아직도 정확한 기구에 대하여는 논란의 여지가 있으며, 더욱이 위 3가지 비정질 실리콘들의 결정화 기구에 대하여 동시에 비교 검토한 연구 결과는 아직 이루어지지 않은 것으로 알고 있다.

본 연구에서는 세 가지 다른 방법을 이용하여 1000Å 두께의 비정질 실리콘(silane 비정질 실리콘, disilane 비정질 실리콘, Si⁺ 이온 주입된 silane 비정질 실리콘)을 형성시킨 후에 저온 열처리를 실시하여 다르게 나타나는 결정화 과정을 조사하였다. 결정화 기구 조사에는 고전적인 Avrami식이 이용되었다. Avrami식을 적용하여 조사한 결과에 의하면, 3가지 다른 비정질 실리콘들이 모두 이차원적인 결정성장을 보이고 있으면서, 시간에 따라 다른 핵생성률의 변화를 보이고 있었다. 평면 TEM을 이용하여 시간에 따라 변하는 핵생성률을 조사하였으며, 이 결과에 의하면

본 실험 결과에 대한 Avrami식의 적용성이 타당하였음을 확인할 수 있었다. 끝으로 최종 입자 크기를 TEM을 이용하여 측정, 온도와의 관계를 조사하였다.

2. 실험 방법

실험에서 사용된 비정질 실리콘은 Table 1에서 보여주는 바와 같이 세가지 다른 조건에 의하여 형성시켰다. 이와같이 형성된 비정질 실리콘은 590°C에서 650°C까지 온도를 변화시키면서 열처리를 실시하였으며, 열처리 시간에 따라 변하는 결정화 정도를 Ultra-Violet(UV) reflectance와 Transmission Electron Microscopy(TEM)를 이용하여 측정하였다.

재결정 기구 이론(Avrami-Johnson-Mehl equation)

열처리에 의하여 비정질 실리콘에서 결정질 실리콘으로 변하는 기구를 이해하기 위하여 고전적 이론인 Avrami 식을 고려하였다. Avrami식은 Johnson-Mehl 식에서 핵생성에 대한 가정을 변화시켜 얻어낸 결과이다⁴⁾. 즉, Avrami는 핵이 생성되기에 유리한 active site에서 핵이 우선적으로 형성되며, 시간이 지남에 따라 active site의 수는 식 ①과 같이 변한다고 가정하였다.

여기에서 No 는 초기의 active site의 수를 나타내고, N 은 t 시간 후에 존재하는 active site의 수, ν 은 상수이다. 핵생성률 (I)은 다음

active site수가 감소하는 경우는 핵생성을도 함께 감소함을 알 수 있다.

이차원적인 성장이 일어나는 변태에서는 다음과 같은 두 가지 극단적인 경우에 대하여 Avrami식은 ③ 또는 ④식과 같이 표현될 수 있다.(부록 참조) 여기에서 X 는 변태률, t 는 열처리 시간을 나타내고 있다.

(a) Active site의 수가 시간이 지남에 따라 급격히 감소하는 경우(매우 큰 αt)에는 핵 생성률이 시간에 따라 크게 감소되며, Avrami식은 다음과 같이 표현된다.

$$X = 1 - \exp[-\pi u^2 N_0 dt^2] \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

여기에서 d 는 두께, v 는 입자성장 속도를 나타낸다.

(b) 그러나, 시간에 따라 일정한 핵 생성률을 보이는 정상상태 핵 생성률을 보이는 경우는 다음과 같은 관계식으로 유도되어 표현된다.

I는 정상상태 핵 생성률이다.

위 관계식에서 알 수 있듯이 active site에서 핵생성이 이루어질 경우에 대하여는 변태율이 t^* 의 지수함수로 나타나며, 정상상태 핵생성의 경우는 t^* 의 지수함수로 표현되고 있다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 silane(SiH_4)을 이용하여 550°C 에
서 1000\AA 두께의 비정질 실리콘을 증착시킨
시편을 온도를 달리하면서 열처리를 실시하고
결정화 진행정도를 UV-reflectance를 이용하
여 조사한 결과이다. 이 온도 범위에서는 결
정화가 비교적 빠른 시간에 완료되고 있으며,
결정화 진행률은 (열처리 시간-지연시간)²의
지수값에 비례하고 ③식의 형태와 일치하고
있다. 이와 같은 결과로부터 결정이 이차원적
으로 성장되면서 핵생성률이 시간에 따라 감
소하고 있음을 알 수 있다.

각 온도에서 얻어지는 최종 입자는 TEM을 이용하여 조사되었다. 이때 타워형의 입자 모

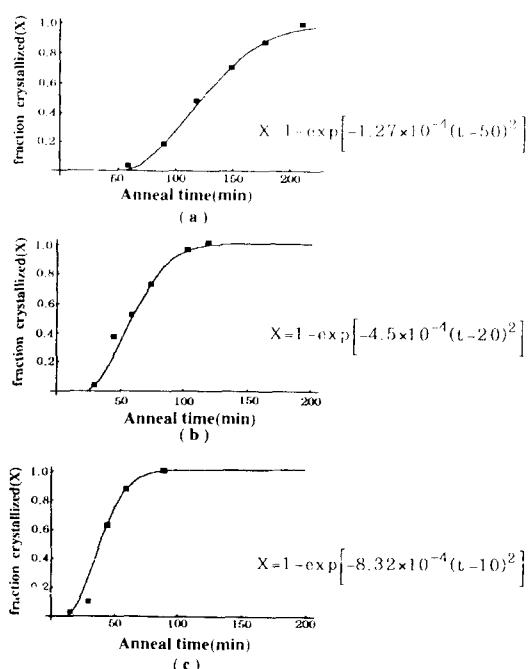


Fig. 1. Amorphous silicon films deposited using SiH₄ at 550°C, and then crystallized at (a) 590°C; (b) 610°C; (c) 620°C.

양을 고려하여 입자의 크기를 다음의 식에 의
하여 구하였다.⁵⁾

여기에서 a 는 타원형의 장축 길이, b 는 타원형의 단축 길이를 나타낸다.

Fig. 2는 각각의 열처리 온도에서 얻어진 최종 입자의 크기를 보여주는 TEM 사진이다. 결정화가 완료된 후에 측정된 최종 입자 크기는 실시한 실험 온도 범위 내에서 온도에 따라 크게 변하지 않고 있음을 알 수 있으며, 입자크기에 대한 활성화 에너지는 0.296eV로 나타나고 있다. (Fig. 3참조) 0.296eV의 값은 Hatalis에 의해 얻어진 0.25eV와 비슷한 값이다.¹⁵⁾

Fig. 4는 Si_2H_6 를 이용하여 485°C에서, 1000 Å의 두께로 증착시킨 비정질 실리콘을 630 °C에서 650°C까지 변화를 주면서 결정화를 실시한 결과이다. SiH_4 의 경우에 비하여 핵생성 지연시간이 길어지고 있으며, 결정화 진행률이(열처리 시간 - 지연시간)^{2.8}에 대한 지수

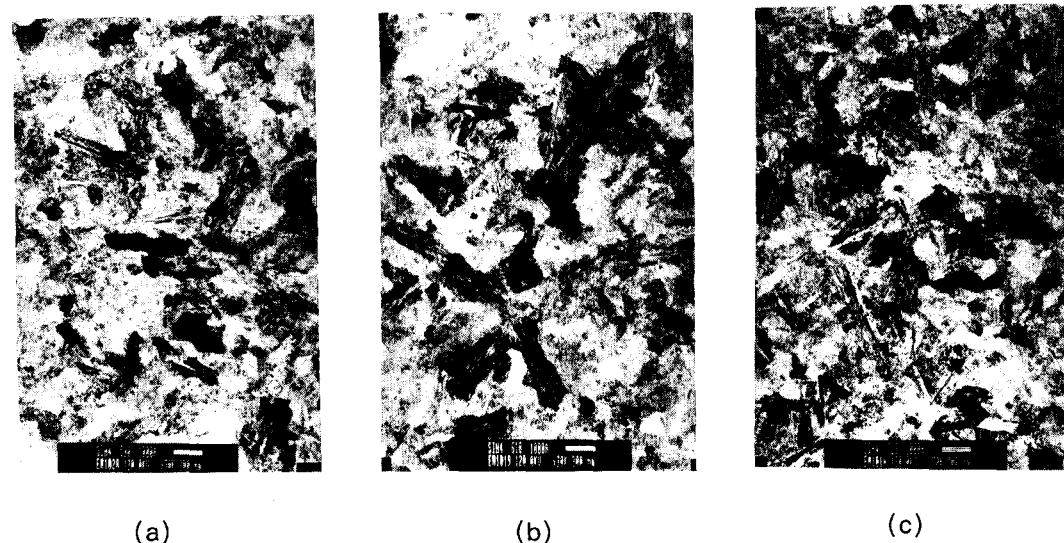


Fig. 2. Plan-view TEM of SiH_4 a-Si crystallized at (a) 590°C; (b) 610°C; (c) 620°C.

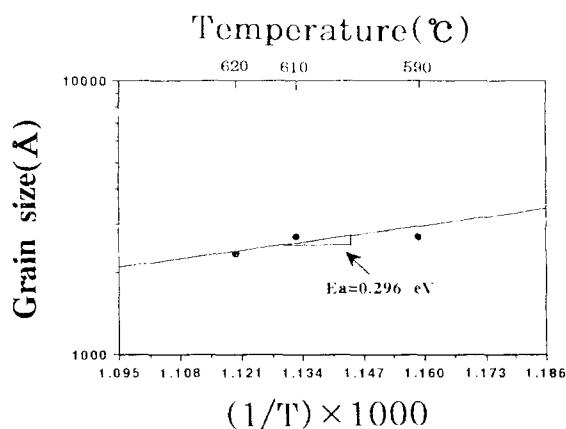


Fig. 3. Grain size as a function of temperature, showing an activation energy of 0.296 eV for SiH_4 a-Si.

함수로 나타나고 있다. 이같은 지수 값에 의하면 입자 성장은 이차원적으로 이루어지면서, 핵생성은 정상상태가 우세하게 진행됨을 알 수가 있다. 각 온도에서 얻어진 최종 입자의 크기들은 Fig. 5에서 보여주고 있으며, 온도에 따라 큰 변화를 보이지 않고 있다. Fig. 6에서 구한 이 온도 구간에서 측정된 활성화 에너지는 0.529eV의 값을 나타내고 있다.

Fig. 7은 SiH_4 을 이용하여 550°C에서 1000 Å의 두께로 증착시킨 비정질 실리콘을 120KeV의 에너지, $2 \times 10^{15}/\text{cm}^2$ dose의 양의 Si^+ 이온을 주입시킨 후에 600°C, N_2 분위기에서 결정

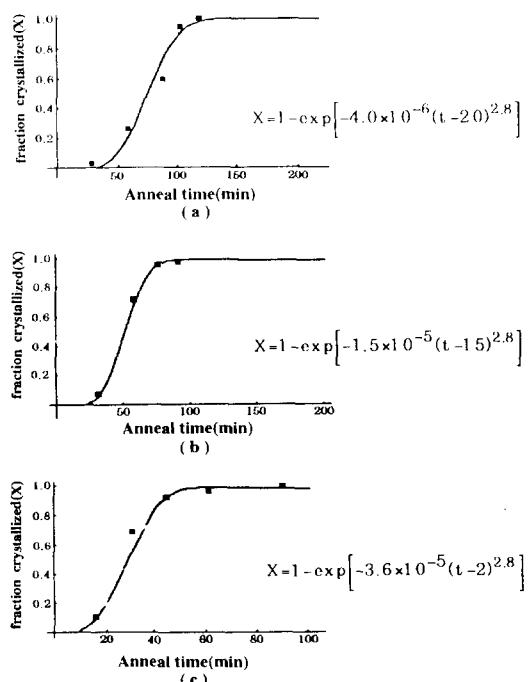


Fig. 4. Amorphous silicon films deposited using Si_2H_6 at 485°C, and then crystallized at (a) 630°C; (b) 640°C; (c) 650°C

화를 실시한 결과이다. 이온 주입을 실시하지 않은 비정질 실리콘을 결정화시킨 결과와 비교하여 이온 주입처리를 실시한 경우는 핵 생성 지연시간이 10시간 정도로 길어지고 있다.

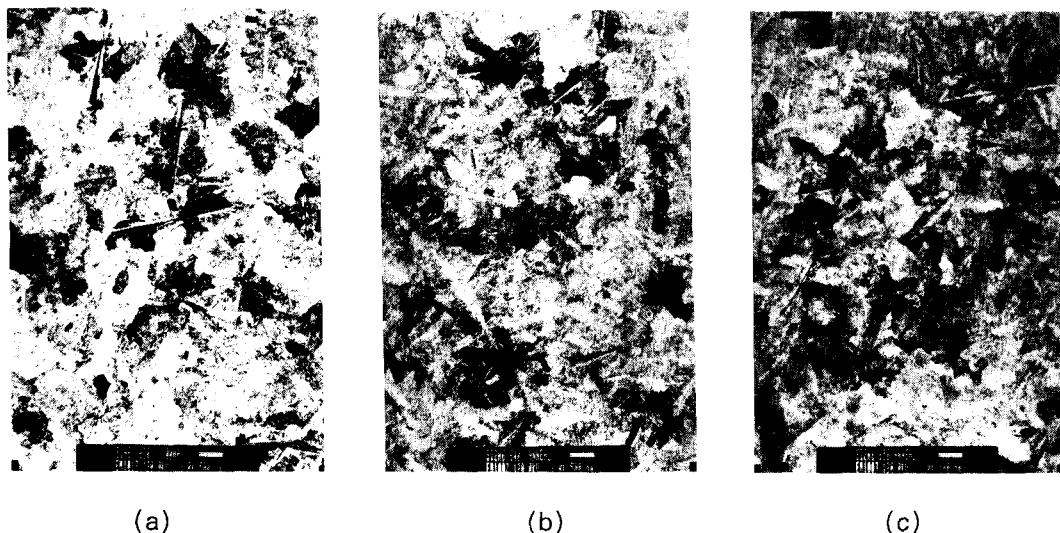


Fig. 5. Plan-view TEM of Si_3N_4 at 485°C, and then crystallized at (a) 630°C; (b) 640°C; (c) 650°C

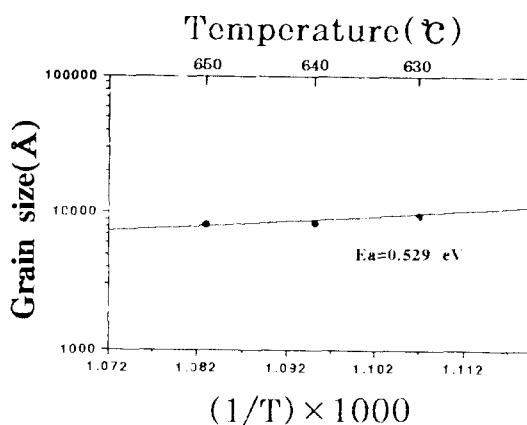


Fig. 6. Grain size as a function of temperature, showing an activation energy of 0.529 eV for Si_3N_4 a-Si.

결정화 진행률은 (열처리 시간 - 지연시간)³의 지수함수로 나타나고 있어, 이온 주입이 핵생성에 유리한 preferred site를 제거하면서 동시에 계면의 특성을 변형시켜 계면에서 일어나는 핵생성을 효율적으로 억제하는 것으로 판단되며, 결과적으로 정상상태 핵생성을 이루는 것으로 이해된다.

시간에 따른 핵생성률의 변화를 다음과 같은 방법을 이용하여 조사하였다. 결정화 시간에 따라 변하는 preferred site 수에 대한 개략적인 그림을 Fig. 8과 같이 나타낼 수 있다. 어느 시간 dt 에 걸쳐 생성된 핵의 밀도가 dn

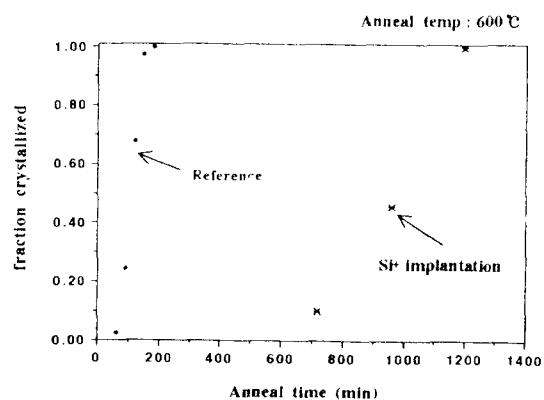


Fig. 7. Crystallization of 100 Å a-Si implanted at 120 keV and $2 \times 10^{15} \text{ Si}^+$ ions/cm² as a function of anneal time.

이라면 핵생성률은 dn/dt 로 나타낼 수 있고, 어느 시점에서의 핵생성률은 접선의 값을 취함으로써 얻어낼 수 있다. 그러나 생성되는 핵의 갯수를 조사한다는 것은 핵의 크기가 너무 작아 거의 불가능하므로, 본 실험에서는 TEM을 이용하여 TEM으로 관찰할 수 있는 크기로 성장된 일정한 범위의 크기를 가진 핵들의 갯수를 조사하여 핵생성을 구하였다. 즉 다음의 식에서

$$\text{핵생성률} = I(t) = \frac{-dn}{dt} = \nu N_a e^{-\nu t} \quad \dots\dots\dots \text{⑥}$$

$$\ln(dn) = \ln(-\nu N_a dt) - \nu t \quad \dots\dots\dots \text{⑦}$$

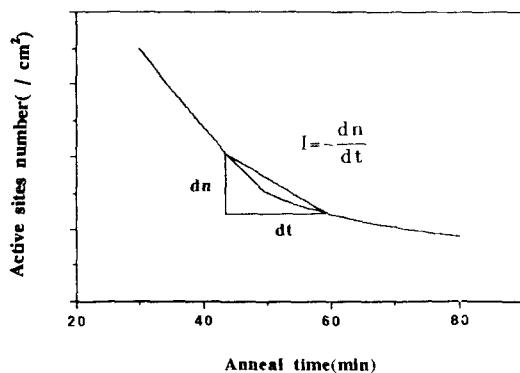
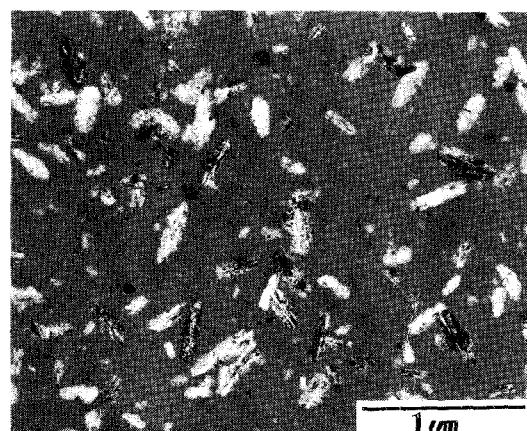


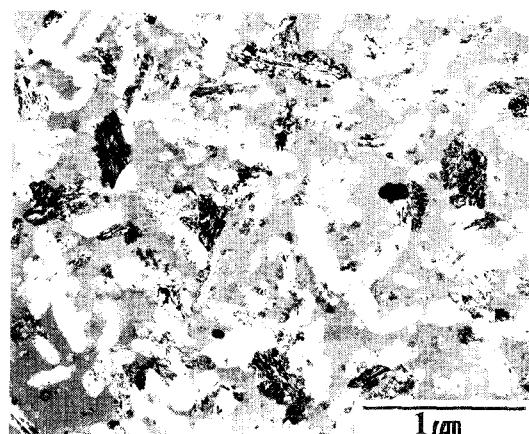
Fig. 8. The variation of active site numbers as a function of anneal time.

dt 동안 생성된 입자의 갯수(dn)를 조사하여 핵생성률을 구하였으며, dt 의 값은 입자 성장 속도와 측정된 입자 크기 범위를 고려하여 구하였다. 이와같이 구해진 핵생성률은 핵이 관찰될 수 있는 일정범위의 크기로 성장되는 데 소요되는 시간을 감안하여 실제 핵이 생성된 시점으로 보정되어 구하여졌다.

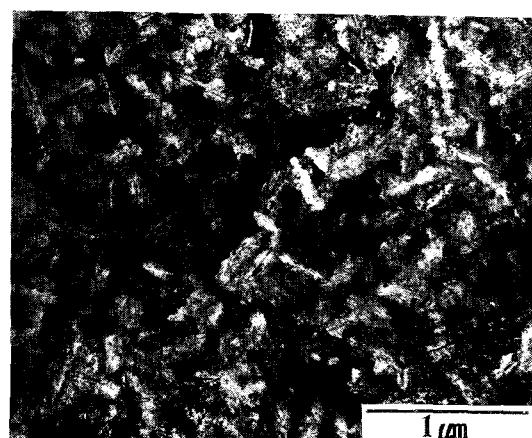
평면 TEM을 이용하여 어느 시간에 걸쳐 성장된 핵의 갯수를 일정 시간에 걸쳐 조사하였다. 즉 silane 비정질 실리콘을 610°C에서 결정화시킨 경우는 Fig. 9에서 관찰된 장축의 길이가 300~500Å인 핵의 갯수를 30, 45, 60분에서 각각의 갯수를 TEM을 이용하여 조사하였다. 핵의 장축 성장속도(V_g)는 Fig. 10과 같이 각 시점에서 TEM으로 측정된 가장 큰 입자들의 장축의 기울기 값의 $1/2$ 을 취함으로써 얻어졌다. 구해진 값은 70Å/min로 Köster⁷⁾의 60Å/min와 유사한 값을 보이고 있어 이같은 방법의 타당성을 뒷받침하여 주고 있다. 이 값을 이용하여 500Å 핵으로 성장하는데 소요되는 시간(t)은 $3.6\text{분} [=500/(2 \times V_g)]$, 300에서 500Å의 크기를 가진 핵들의 생성시간은 $1.4\text{분} [= (500-300)/ (2 \times V_g)]$ 으로 계산하였으며 이를 고려하여 얻어진 핵 생성률과 V_g 의 값은 Fig. 11(a)에 나타나 있다. 이 결과에 의하면 60분에 걸쳐 변하는 핵 생성률은 $1/100$ 로 감소하고 있어, Avrami 가정이 잘 일치함을 알 수 있다. 그러나 초기의 핵 생성률값, $7 \times 10^8/\text{cm}^2 \cdot \text{min}$ 은 3차원적인 결정 성장을 보이는 Haji⁸⁾의 실험치 $7 \times 10^6/\text{cm}^2 \cdot \text{min}$ 과 비교하여 두 단위정도 높은 값을 보



(a)



(b)



(c)

Fig. 9. Plan-view TEM of SiH₄ a-Si annealed at 610°C, (a) 30min; (b) 45min; (c) 60min.

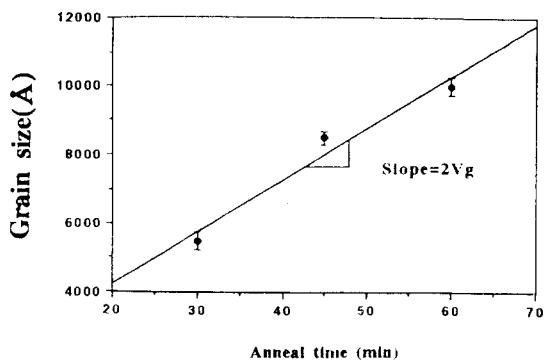


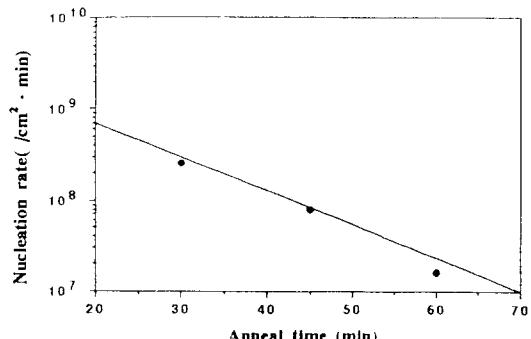
Fig. 10. Grain size as a function of anneal time, showing the growth velocity (V_g) during 610°C anneal of SiH₄ a-Si.

이고 있다. 이와 같은 차이는 박막의 두께가 많아져 계면효과가 커진데 기인하는 것 같다.

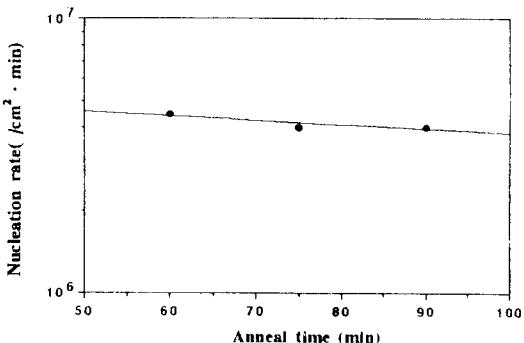
Disilane을 이용하여 비정질 실리콘을 형성 시킨 경우에는 620°C 열처리에 의해 형성되는 핵의 크기를 1000~1500 Å에 대하여 조사하였다. 장축의 성장속도는 210 Å/min로 1500 Å의 크기로 성장하는데 소요되는 시간은 약 3.5분, 핵생성시간은 약 1.2분 [= (1500 - 1000)/210]이다. 이 결과로 구하여진 핵생성률과 V_g 의 값은 Fig. 11(b)에 표시되어 있다. 초기 핵생성률이 $4.5 \times 10^6 / \text{cm}^2 \cdot \text{min}$ 범위의 값을 나타내며, 측정된 시간에 따라 핵생성률이 크게 변하지 않는 것을 알 수 있다.

이온 주입 후, 600°C에서 열처리한 경우에 조사된 핵의 크기는 1000~4000 Å 사이에서 취해졌고, 장축 성장률은 15 Å/min로 나타났다. 이 성장률은 R.B.Iverson¹⁰이 발표한 20 Å/min과 근사한 값이다. 핵 생성 시간은 100 분으로 계산되고, 4000 Å의 크기로 성장되는 시간은 약 133분이 소요됨을 알 수 있다. Fig.11(c)는 이온 주입된 비정질 실리콘에 대한 결정질 열처리 경우로 초기 핵생성률이 $6 \times 10^4 / \text{cm}^2 \cdot \text{min}$ 로 이루어지고 있으며, 시간에 따라 크게 변하지 않고 있음을 알 수가 있다.

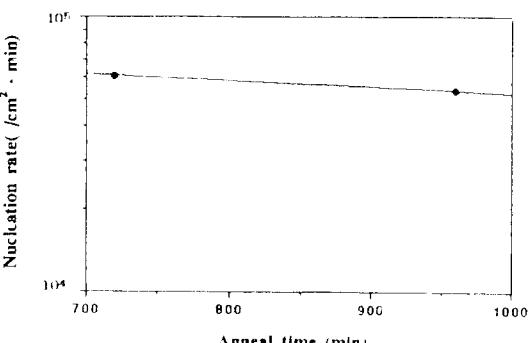
그러므로 위 세가지 핵생성률의 결과를 종합하여 Avrami식에서 얻어진 지수의 값들과 Avrami식에 대한 가정이 잘 일치하고 있음을 알 수 있다.



(a)



(b)



(c)

Fig. 11. The variation of nucleation rate as a function of anneal time in (a) SiH₄ a-Si; (b) Si₂H₆ a-Si; (c) Si⁺ ion implanted a-Si.

4. 결 론

세가지 다른 방법에 의하여 형성된 비정질 실리콘(silane 비정질, disilane 비정질, 이온주입 처리된 silane 비정질 실리콘)에 대하여 저온 결정화 과정을 조사하였다.

1) 고전적인 Avrami 식을 이용하여 결정화

과정을 조사한 결과에 의하면 핵 성장은 이차 원적으로 이루어지고 있었으나, 핵 생성이 다른 특성을 보이고 있었다. Silane을 이용하여 증착시킨 비정질 실리콘은 열처리에 의하여 우선 핵 생성이 주되게 일어나 시간에 따라 핵 생성율이 급격하게 감소하고 있었고, disilane의 경우는 정상상태 핵 생성이 우세하면서 우선 핵 생성도 함께 일어나고 있으나 핵 생성율은 크게 변하지 않고 있었다. 또한 Si^+ 이온을 주입시킨 경우는 핵 생성이 현저히 저연되면서 정상상태 핵 생성을 보이고 있다.

2) TEM을 이용하여 핵 생성율의 변화를 조사하였으며, 얻어진 핵 생성율은 발표되었던 결과와 큰 차이를 나타내지 않았다.

3) TEM으로 조사한 최종입자에 대한 활성화 에너지는 silane의 경우 0.296eV, disilane의 경우 0.529eV의 값으로 나타났다.

4) 600°C의 결정화에서 얻어지는 최종 평균 입자의 크기는 silane 비정질 실리콘에서는 2700Å, disilane 비정질 실리콘에서는 12000Å, Si^+ 이온을 주입시킨 샘플에서는 20000Å 정도의 값이 얻어졌다.

5. 부 록

2차원적인 성장이 일어나는 형태를 표현하는 본문의 Avrami식 ③, ④는 다음과 같이 3차원적 성장의 경우로부터 유도되어진다.

3차원적인 핵 성장과 함께 정상상태 핵 생성률(I)을 보이는 경우에 τ 에서부터 $\tau+d\tau$ 시간에 걸쳐 재결정화가 이루어진 부피부분률(dX_e)은 어느 시간 $t (= \tau + d\tau)$ 에서 다음과 같이 표현된다⁹⁾.

$$dX_e = \frac{\frac{4}{3}\pi[u(t-\tau)]^3(IV_o d\tau)}{V_o} \quad [\text{부록}-1]$$

$\frac{4}{3}\pi[u(t-\tau)]^3 : \tau$ 부터 $\tau+d\tau (= t)$ 에 걸쳐 생성된 핵들에 대한 부피

$IV_o d\tau : \tau$ 부터 $\tau+d\tau$ 동안에 생성된 핵의 수

$V_o :$ 총부피

이 식으로부터 시간에 따라 핵 생성률이 변하고, 2차원적인 성장을 보이는 경우의 변형률은 다음과 같은 항목을 변형 대입시켜 얻게

된다. 즉, 생성된 핵들이 차지하는 3차원적인 부피, $\frac{4}{3}\pi[u(t-\tau)]^3$ 은 $d\pi[u(t-\tau)]^2$ 으로, 정상 상태 핵 생성률 I는 $\nu N_o \exp(-\nu\tau)$ 로 변형시켜 대입하여 다음의 관계를 얻게 된다.(여기에서 d는 박막두께임.)

$$dX_e = d\pi[u(t-\tau)]^2 N_o \exp(-\nu\tau) \nu d\tau \quad [\text{부록}-2]$$

위의 식을 적분하여 얻어진 Xe 값은

$$\begin{aligned} Xe &= \int_0^{X_e} d \cdot \pi[u(t-\tau)]^2 N_o \exp(-\nu\tau) \nu d\tau \\ &= d\pi u^2 N_o \nu \int_0^t (t-\tau)^2 \exp(-\nu\tau) d\tau \\ &= d\pi u^2 N_o \nu \left\{ \frac{t^3}{\nu} - \frac{2}{\nu} \left[\frac{t}{\nu} + \frac{1}{\nu^2} (\exp^{-\nu t} - 1) \right] \right\} \end{aligned}$$

[부록-3]

[부록-3]의 식은 두가지 극단적인 경우에 다음과 같이 표현되어 진다.

i) $\nu >> 1$ 인 경우,

$$Xe \cong d\pi u^2 N_o \nu \left(\frac{t^2}{\nu} \right) = d\pi u^2 N_o t^2 \quad [\text{부록}-4]$$

ii) $\nu < 1$ 인 경우는 e^{-t}에 대한 Taylor 급수를 이용하여 다음 관계식을 얻게 된다.

$$Xe \cong \frac{d\pi u^2 N_o \nu t^3}{3} \quad [\text{부록}-5]$$

이와 같이 구한 Xe는 이미 재결정이 일어난 부분에서 다시 재결정핵이 생성되는 허위부분이 포함되고 있으므로, 실제 재결정이 일어나는 부피분률(X)은 다음식에 의하여 구하여진다.

$$dX = (1-X)dX_e \quad [\text{부록}-6]$$

위 식을 적분한 후 두가지 극단적 경우에 대하여 정리를 하면 다음과 같다.

i) $\nu >> 1$ 의 경우,

$$X \cong 1 - \exp[-\pi u^2 N_o dt^2] \quad [\text{부록}-7]$$

ii) $\nu t < 1$ 의 경우,

$$\begin{aligned} X &\cong 1 - \exp\left[-\frac{d\pi u^2 N_o \nu t^3}{3}\right] \\ &= 1 - \exp\left[-\frac{\pi u^2 I d t^3}{3}\right] \quad [\text{부록-8}] \end{aligned}$$

참 고 문 헌

1. I.W. Wu, A.Chiang, M.Fuse, L.Ovecoglu, and T.Y.Huang, Mat. Res. Soc. Symp., Proc. Vol. 182. MRS, (1990) 107.
2. T. Noguchi, H. Hayashi, and T.Ohshima, J. Electrochem. Soc., 134, (1987) 1771.
3. R.B.Iverson and R.Reif, J.Appl. Phys. 62, 1987, p.1675.
4. M. Avrami, J.Chem. Phys. 7 (1939) 1103.
5. L.Haji, P.Joubert, J.Stoemenos, and N.A. Economou, J.Appl.Phys. 75(8), 1994, p. 3944.
6. M. K. Hatalis, Ph. D thesis (1987), Carnegie Mellon Univ., Pittsburgh PA.
7. M. Köster, Phys. Stst. Sol. (a)48, 313 (1978).
8. L.Haji, P.Joubert, M.Guendouz, N. Duhamel, and B.Loisel, Mat. Res. Soc. Symp. proc. vol. 230, MRS, (1992) 177.
9. W. D. Kingery, H. K. Bower, D. R. Uhlmann, Introduction to Ceramics, John Wiley & Son, Inc..