

오존에 의한 전구체와 혼입제의 화학적 활성화

이상운 · 윤천호 · 박정일* · 박광자*

명지대학교 화학과
*기술표준원 무기화학과
(1999년 2월 24일 접수)

Chemical activation of precursor and dopant by ozone

S.-W. Lee, C. Yoon, J.-I. Park*, and K.-J. Park*

Department of Chemistry, Myongji University, Yongin, Kyonggi 449-728, Republic of Korea

*Inorganic Chemistry Division, Agency for Technology and Standards,
Kwacheon, Kyonggi 427-010, Republic of Korea

(Received February 24, 1999)

요 약 - 저압화학증착 기술을 이용하여 유리 기판 위에 투명전도성 산화주석막을 증착하였다. Tetramethyltin, 1,1,1,2-tetrafluoroethane, 및 순수한 산소 혹은 오존 포함한 산소가 전구체, 혼입제 및 산화제로 각각 사용되었다. 산화주석막의 저압화학증착에서 오존의 역할을 조사하기 위하여 오존 포함한 산소를 사용해 증착된 산화주석막의 증착속도와 전기적 및 광학적 성질을 순수한 산소를 사용한 그것들과 비교하였다. Tetramethyltin과 1,1,1,2-tetrafluoroethane은 오존이 열적으로 개시되어 분해됨으로써 화학적으로 활성화되었다. 다른 점에서는 동일한 증착조건에서 오존 포함한 산소를 사용하여 보다 높은 증착속도에서 양질의 산화주석막을 제조할 수 있었다.

Abstract - Transparent and conducting tin oxide films have been deposited on glass substrates employing the low pressure chemical vapor deposition technique. Tetramethyltin, 1,1,1,2-tetrafluoroethane, and pure oxygen or ozone-containing oxygen were used as the precursor, dopant and oxidant, respectively. In order to examine the role of ozone in the low pressure chemical vapor deposition of tin oxide films, deposition rate, and electrical and optical properties of tin oxide films deposited using ozone-containing oxygen were compared with those using pure oxygen. Tetramethyltin and 1,1,1,2-tetrafluoroethane were chemically activated by thermally initiated decomposition of ozone. Using ozone-containing oxygen under otherwise identical deposition conditions, we succeeded in preparing tin oxide films of better quality at higher deposition rate.

1. 서 론

투명전도성 무기 물질은 가시선과 근적외선 영역에서 높은 투과도는 물론 적외선 영역에서 높은 반사도를 지닌 전기적 반도체이다. 이러한 광학적 및 전기적 특성은 오래 전부터 태양전지, 열거울, 광열변환을 위한 반사흡수장치, 광전자장치, 박막저항기, 기체감지장치, 마모방지막 등에 광범위하게 응용되어왔다. 순수한 Zn, Cd 및 Sn의 산화물과 B, Al, In, Tl, P, As, Sb, F, Cl, Mo 등의 불순물을 포함한 산화물이 투명전도성 물질로서 사용된

다. 이들의 박막은 높은 광투과도와 전기전도도, 낮은 오염도, 비화학양론성, 균일한 표면형태, 미세한 입자로 구성된 다결정구조, 외부환경에 대한 안정성의 증가 등의 고유한 특성을 보인다[1-3]. 특히 산화주석막은 전기적 및 광학적 성질, 기계적 강도, 화학적 안정성, 산화에 대한 저항, 접착력, 열안정성 등이 우수하여 태양전지의 전극, 기체감지장치, 마이크로전자공학의 혼성회로 등에 사용된다. 근래에 열거울, a-Si 태양전지 및 대형 표시소자의 수요가 꾸준히 증가함에 따라 이들의 기판으로 사용되기에 적합한 투명전도성 박막의 개발이 절실

히 요구되고 있다. 이러한 응용 분야에서는 박막의 두께는 물론 전기적 및 광학적 성질이 균일한 대면적 고품위 투명전도성 박막을 경제적으로 제조하는 것이 필수적이다. 최근에 이와 관련하여 저압화학증착에 의한 산화주석막의 제조에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다[4-6].

우리는 저압화학증착 기술을 이용하여 tetramethyltin ($(\text{CH}_3)_4\text{Sn}$), 1,1,1,2-tetrafluoroethane (CF_3CFH_2), 및 순수한 산소 혹은 오존 포함한 산소를 전구체, 혼입제 및 산화제로 각각 사용하여 유리 기판 위에 투명전도성 산화주석막을 증착했다. 전기화학적 관점에서 오존은 강력한 산화제이며 단지 불소만이 오존의 산화력을 능가한다. 오존은 음용수, 공업용수 및 이차폐수의 처리는 물론 공업공정 및 오수처리장으로부터 발생한 악취의 처리와 미생물의 살균에 광범위하게 사용된다. 또한 탄소-탄소 이중결합을 산화하여 화학 제품과 의약품 중간체를 합성하는데 오존이 이용된다[7]. 근래 들어 분자 상태의 산소 대신에 오존이 사용되어 SiO_2 [8], PZT(lead zirconate titania) [9], BPO_4 [10] 등 다양한 양질의 산화물 박막이 증착되었다.

본 연구에서 저압화학증착 기술에 의해 유리 기판 위에 투명전도성 산화주석막을 증착하는 공정에서 오존이 $(\text{CH}_3)_4\text{Sn}$ 과 CF_3CFH_2 의 화학적 활성화에 미치는 영향을 조사하였다. 이를 위하여 다른 점에서는 동일한 증착조건에서 오존 포함한 산소를 사용하여 증착된 박막의 증착속도와 전기적 및 광학적 성질을 순수한 산소를 사용한 그것들과 체계적으로 비교하였다. 이로부터 오존 포

함한 산소를 사용하여 보다 낮은 증착온도에서 양질의 산화주석막을 제조할 가능성을 타진하였다.

2. 실험방법

산화주석막을 제조하기 위하여 사용된 열화학증착 장치의 개략도가 Fig. 1에 나타난다. 열화학증착 시스템은 기체도입부, 증착실 및 진공부로 구성되었다. $(\text{CH}_3)_4\text{Sn}$ (Yamanaka Hutech, 99%), 산소(Dongjin Gas, 99.9%) 혹은 오존 포함한 산소, 및 CF_3CFH_2 (ICI, Klea 134a)의 혼합기체를 일정한 유속으로 기체도입부로부터 증착실로 공급했다. 유리 저장기에서 기화된 $(\text{CH}_3)_4\text{Sn}$ 이 질량유속조절기 (Sierra Instrument, 840L)와 5중채널 전자장치 (Sierra, 905C)에 의해, 고압용기에서 기체조절기를 거친 산소와 CF_3CFH_2 는 계량 밸브에 의해 일정한 유속으로 각각 제어되었다. $(\text{CH}_3)_4\text{Sn}$ 이 증착실에 도달하기 전에 응축되는 것을 방지하기 위하여 질량유속조절기의 출구에서 증착실에 이르는 부분을 약 50°C 로 유지하였다. 오존에 의한 $(\text{CH}_3)_4\text{Sn}$ 과 CF_3CFH_2 의 화학적 활성화를 조사하고 산화주석막의 증착속도를 증진하기 위하여 오존 포함한 산소가 산화제로서 사용되었다. 오존발생기 (Pacific Ozone Technology, O-1)를 통과한 산소는 약 3 wt %의 오존을 포함하였다. 증착실은 실린더 모양으로 외경 6"의 스테인레스 강관에 2개의 8" 플랜지와 8개의 2.75" 플랜지가 부착되었으며, 2.75" 플랜지를 통하여 기체도입부, 입력 게이지, 가열기의 전력과 열전쌍, 리

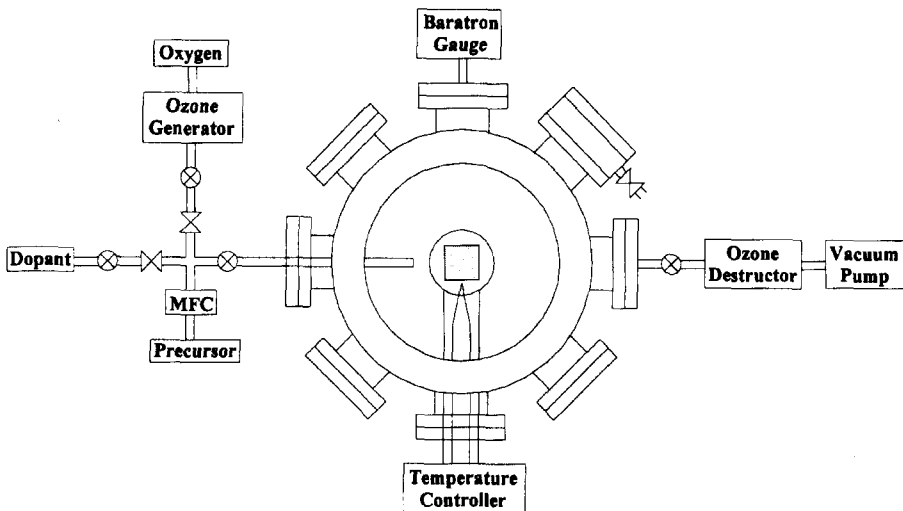


Fig. 1. Schematic view of the thermal chemical vapor deposition apparatus used to prepare tin oxide films.

크 밸브, 진공부 등이 연결되었다. 상부의 8" 플랜지를 통해 유리 기판을 가열기 위에 배치하고 제거하였다. 기체도입부의 스테인레스 강관이 기판에 평행하고 증착실의 배기구와 일직선 상에 배열되어 혼합기체가 기판 위에 층류로 분출되었다. 모든 반응기체의 압력을 정확히 측정할 수 있도록 Baratron 절대압력변환기(MKS Instruments, 750B)와 이중채널 전자장치(MKS Instruments, PDR-C-2C)를 사용했다. PBN/PG(pyrolytic boron nitride/pyrolytic graphite) 가열기(Advanced Ceramics, HT-04)에 의해 유리 기판이 가열되었고, 기판의 가장자리로부터 약 1 mm 떨어진 가열기 상부에 접합된 K-형 열전쌍에 의해 기판의 온도가 측정되었다. 개인용 컴퓨터에 접속된 PID 온도조절기(Cole-Parmer, Digi-Sense)를 사용하여 기판온도를 제어하였다. 유리 기판에 접촉된 가열기 상부와 증착되는 기판 표면 사이에 발생하는 온도의 편차는 무시할 수 있을 정도로 낮은 것으로 관찰되었다. 증착실을 효율적으로 배기하고 $(\text{CH}_3)_4\text{Sn}$ 으로부터 진공펌프를 보호하기 위하여 고용량($25 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$)의 화학형 유희전 펌프(Alcatel, 2021C)를 사용했고, 오존으로부터 진공펌프를 보호하기 위해 증착실과 진공펌프 사이에 오존파괴장치를 설치했다. 충전된 Carulite 200(Carus Chemical Company) 촉매에 의해 오존이 산소로 완전히 분해되는 것이 확인되었다.

기판으로서 현미경 슬라이드용 유리(Corning, 0211)를 사용하였다. 유리 기판은 아세톤, 에탄올 및 증류수의 순서로 각각 20 min 동안 초음파세척기에서 처리되었다. 세척된 기판을 가열기 상부의 중앙에 배치했고, 플랜지를 닫은 후 진공실과 오존파괴장치 사이에 위치한 조절밸브를 완전히 열어 배기했다. 증착실의 바탕압력이 약 5×10^{-2} Torr에 이르면 기판이 320~440°C로 가열된 후 혼합기체가 공급되어 열화학증착이 개시되었다. 30~60 min 동안 증착한 후 반응혼합물의 유입을 차단하고 기판온도가 약 50°C에 도달한 다음 증착된 기판을 증착실로부터 제거하였다.

Surface profiler(Tencor, Alpha-Step 500)에 의해 증착된 산화주석막의 두께가 측정되었다. 이를 위하여 단차를 만들 부분에 아연 가루를 도포한 후, 35 wt %의 염산 용액과 탈이온수를 1:1 부피 비율로 혼합한 용액을 사용하여 박막의 일부를 식각하였다. 증착된 박막의 면저항은 4-point probe (Chang-min)에 의해 측정되었다. Van der Pauw 방법에 따라 Hall 효과를 측정하여 박막의 전하운반자 농도와 이동도를 구했다. 기판과 박막의

광투과는 UV-VIS-IR 분광광도계(Shimadzu, UV-3100)에 의해 200~800 nm 범위에서 관찰되었다. 공기중에서 바탕선을 보정한 후 시료부에 시료를 부착하여 투과도를 측정했고, 관찰된 투과도는 박막은 물론 유리 자체에 의한 영향을 포함했다. 박막용 X-선 회절분석기(Siemens, D5005)에 의하여 박막의 결정성과 결정구조가 확인되었다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 오존에 의한 전구체의 활성화

오존발생기의 입력전압에 따라 산화주석막의 두께, 면저항 및 비저항이 거의 일정하게 유지되는 것으로 관찰되었다. 순수한 산소를 사용한 경우와 비교하여 오존 포함한 산소를 사용하여 380°C에서 증착된 혼합되지 않은 산화주석막의 증착속도가 약 1.8배 증진되었다. Fig. 2는 기판온도의 함수로서 순수한 산소를 사용하여 증착된 산화주석막의 두께, 면저항 및 비저항의 변화를 보여준다. 한편 기판온도의 함수로서 오존 포함한 산소를 사용하여 증착된 산화주석막의 두께, 면저항 및 비저항의 변화가 Fig. 3에 나타난다. 순수한 산소를 사용하여 증착된 산화주석막은 높은 기판온도에서 비저항이 급격히 증가한다. 이는 운반자의 농도보다는 이동도의 감소에 의한 것으로 Hall 효과의 측정으로부터 밝혀졌다. 반면 오존 포함한 산소를 사용하여 증착된 산화주석막은 높은 기판온도에서도 비저항이 거의 일정하게 유지된다.

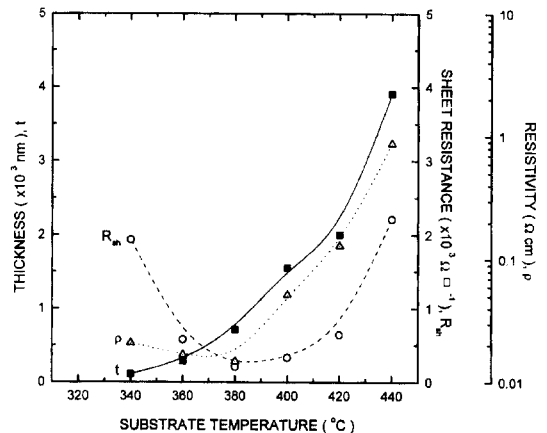


Fig. 2. Variation of thickness, sheet resistance and resistivity as a function of substrate temperature for tin oxide films deposited using pure oxygen. $(\text{CH}_3)_4\text{Sn}$ pressure, 2.7 Torr; oxygen pressure, 3.0 Torr; deposition time, 60 min.

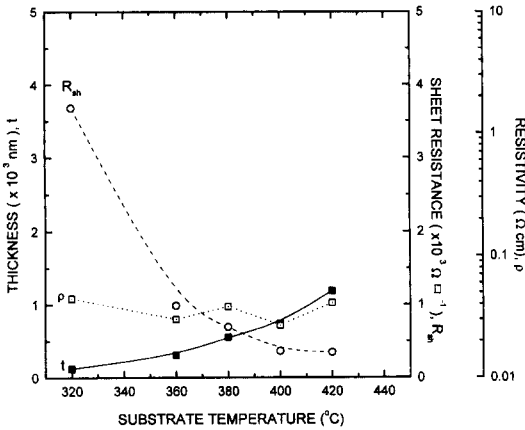


Fig. 3. Variation of thickness, sheet resistance and resistivity as a function of substrate temperature for tin oxide films deposited using ozone-containing oxygen. (CH₃)₄Sn pressure, 2.7 Torr; ozone-containing oxygen pressure, 3.0 Torr; deposition time, 30 min.

이와 같이 오존 포함한 산소를 사용하여 높은 기판온도에서도 전기전도도가 양호한 산화주석막을 제조할 수 있었다. Fig. 4는 산화주석막에 대한 $\ln Rate$ 대 $1/T$ 도시를 보여준다. 여기서 $Rate$ 는 산화주석막의 증착속도이며 T 는 기판의 절대온도이다. Fig. 2와 3의 자료로부터 증착속도를 구하였다. Arrhenius 도시로부터 순수한 산소를 사용한 경우와 비교하여 최적의 증착조건에서 오존 포함한 산소를 사용하여 증착된 산화주석막은 증착

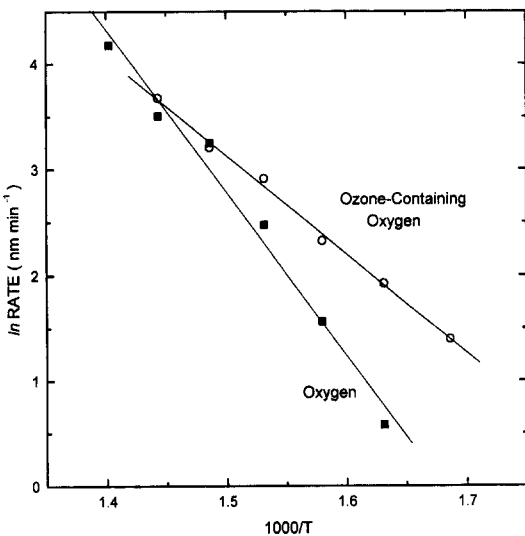
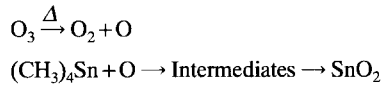


Fig. 4. Plot of $\ln Rate$ versus $1/T$. Data from Fig. 2 and 3. (CH₃)₄Sn pressure, 2.7 Torr; oxygen pressure, 3.0 Torr.

과정의 활성화에너지가 약 50 kJ mol⁻¹ 감소한다는 것을 알 수 있다. 이는 오존에 의하여 (CH₃)₄Sn이 활성화됨을 시사한다. 따라서 오존 포함한 산소를 사용하여 낮은 기판온도에서도 산화주석막을 효율적으로 제조하는 것이 가능하다.

오존은 불소를 제외하고는 가장 높은 표준환원전위를 갖는 화학종이다. 따라서 다른 화학종을 산화시키려는 경향이 매우 강하다. 여러 증착과정에서 오존의 역할에 관한 산화-환원 메카니즘은 아직 명확히 밝혀져 있지 않다. 저압화학증착에 의한 투명전도성 산화주석막의 증착과정에서 다음과 같이 오존이 열적으로 분해되어 분자 산소 (O₂)와 활성화된 원자 산소 (O)가 생성되어 (CH₃)₄Sn이 분해되는데 필요한 활성화에너지를 낮출 가능성이 매우 높다.



유기용매와 수용액에서 일어나는 반응온도에서 오존이 분자 산소와 원자 산소로 분해된다는 증거는 없다. 이와 같이 낮은 반응온도에서 오존 자체의 분해속도는 오존과 유기물 사이의 반응속도보다 훨씬 느릴 것이다. 이러한 경우에는 오존의 강한 전자친화적 성질에 의하여 오존이 다양한 유기물 혹은 유기금속 화합물과 반응한다고 알려져 있다. 그러나 본 연구에서와 같이 높은 반응온도에서 오존은 매우 불안정해진다. 예컨대 전형적 기판온도인 ~380°C에서 오존의 반감기는 수 ms 이하로 짧아지며 오존이 분자 산소와 원자 산소로 분해될 가능성이 높아질 것으로 기지의 자료에 의거하여 추정된다. 따라서 저압화학증착에서 오존에 의한 (CH₃)₄Sn과 CF₃CFH₂의 활성화는 고온에서 분해된 원자 산소에 의한 것으로 추론된다. 열적으로 개시된 오존의 분해가 열화학증착에 의한 유기실리콘 화합물의 산화에 중요한 역할을 한다고 Dibkin *et al.* [8]에 의해 보고되었다. 그들은 화학증착에서 중요한 기본과정인 열전달, 질량전달, 유체유동, 기상반응 및 표면반응에 의해 연출되는 역할을 명확히 설명하기 위하여 이론적 모의실험을 수행했다. 이로부터 오존 혹은 원자 산소가 박막 표면에 존재하는 탄소 화학종을 제거할 가능성이 제시되었다. 또한 Torri *et al.* [9]는 반응성 증발에 의한 PZT의 증착에서 분자 산소 대신에 오존을 사용할 때 박막 표면으로 공급된 원자 산소의 양이 10³~10⁶배 증가한다고 어렵하

였다.

순수한 산소를 사용하여 증착된 산화주석막의 경우에 기판온도가 증가함에 따라 결정의 우선성장 방향이 (101)에서 (211)로 변화하는 것이 관찰되었다. 또한 440°C에서 증착된 산화주석막은 여러 성장 방향이 혼재하는 다결정성을 나타냈다. 한편 오존 포함한 산소를 사용하여 증착된 산화주석막의 경우에 기판온도에 따라 우선성장 방향은 (101)이었다. 순수한 산소를 사용한 경우와 비교하여 380°C의 기판온도에서 오존 포함한 산소를 사용하여 증착된 산화주석막은 결정성이 감소하였으며 봉우리의 넓이로부터 결정립의 크기가 작아진 것을 확인하였다.

오존 포함한 산소를 사용하여 낮은 기판온도에서 증착된 산화주석막은 350~450 nm에서 투과도가 낮아지는 경향을 보였다. 면저항과 투과도 (400~700 nm의 가시광선 영역에서 측정된 평균값) 자료로부터 Haacke [11]에 의해 정의된 figure-of-merit을 계산하였다. 대체로 순수한 산소를 사용한 경우와 비교하여 오존 포함한 산소를 사용하여 증착된 산화주석막의 figure-of-merit 값이 오히려 낮게 나타났다. 이는 오존 포함한 산소를 사용하여 증착된 산화주석막의 투과도가 350~450 nm에서 감소하는데 기인한다. 그러나 오존에 의한 (CH₃)₄Sn의 화학적 활성화로 인하여 증착속도가 증진되어 낮은 기판온도에서도 산화주석막을 효율적으로 제조할 수 있었다.

3.2. 오존 분위기에서 불소 혼입된 산화주석막

CF₃CFH₂ 압력에 대한 순수한 산소를 사용하여 증착된 산화주석막의 두께, 면저항 및 비저항의 의존성이 Fig. 5에 나타난다. CF₃CFH₂ 압력에 따라 박막의 두께는 거의 일정하나, 면저항과 비저항은 감소하다가 ~45 Torr 이상에서 일정해진다. 한편 Fig. 6은 CF₃CFH₂ 압력에 대한 오존 포함한 산소를 사용하여 증착된 산화주석막의 두께, 면저항 및 비저항의 의존성을 보여준다. Fig. 5와 비교하여 낮은 CF₃CFH₂ 압력에서도 면저항과 비저항이 향상된다. 이는 오존에 의하여 CF₃CFH₂가 활성화되어 낮은 CF₃CFH₂ 압력에서도 불소가 효율적으로 혼입되었음을 암시한다.

CF₃CFH₂ 압력에 따라 산화주석막 결정의 성장방향은 거의 변화하지 않았으나, (110)와 (211) 방향의 결정성이 증가하는 것이 관찰되었다. 순수한 산소를 사용한 경우와 비교하여 오존 포함한 산소를 사용하여 증착된 불소 혼입된 산화주석막의 증착속도가 약 3배 높아졌으

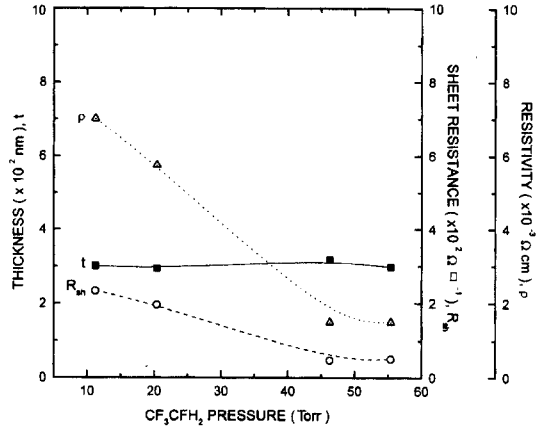


Fig. 5. Dependence of thickness, sheet resistance and resistivity on CF₃CFH₂ pressure for tin oxide films deposited using pure oxygen. (CH₃)₄Sn pressure, 2.7 Torr; oxygen pressure, 3.0 Torr; deposition temperature, 380°C; deposition time, 60 min.

나, 성장방향과 결정성은 거의 유사했다. 한편 순수한 산소를 사용하여 증착된 경우에 혼입되지 않은 산화주석막과 비교하여 불소 혼입된 박막의 증착속도는 약 0.4배 낮아졌다. 그러나 오존 포함한 산소를 사용하여 증착된 불소 혼입된 산화주석막의 증착속도는 순수한 산소를 사용하여 증착된 혼입되지 않은 산화주석막의 증착속도와 유사하다. 이는 CF₃CFH₂가 오존에 의해서 활성화되었기 때문인 것으로 설명된다.

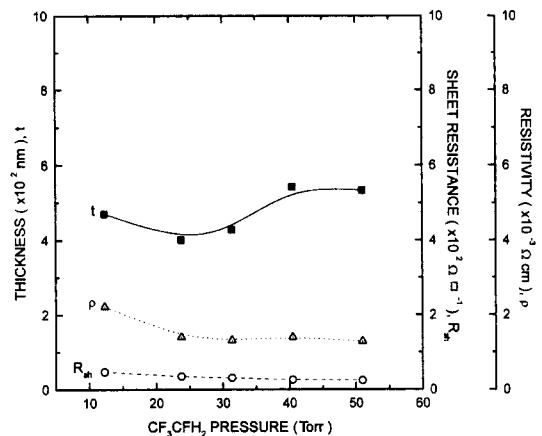


Fig. 6. Dependence of thickness, sheet resistance and resistivity on CF₃CFH₂ pressure for tin oxide films deposited using ozone-containing oxygen. (CH₃)₄Sn pressure, 2.7 Torr; ozone-containing oxygen pressure, 3.0 Torr; deposition temperature, 380°C; deposition time, 30 min.

Table 1. Comparison of values of figure-of-merit for tin oxide films deposited at different CF_3CFH_2 pressures

	CF_3CFH_2 pressure (Torr)	Transmittance (%)	Sheet resistance (Ω/\square)	Figure-of-merit (\square/Ω)
Ozone-containing oxygen	12	74.7	47.1	1.15×10^{-3}
	24	77.2	34.9	2.15×10^{-3}
	31	73.3	30.7	1.46×10^{-3}
	41	72.2	25.8	1.49×10^{-3}
	51	71.0	24.1	1.34×10^{-3}
Pure oxygen	11	78.2	233	3.67×10^{-4}
	20	78.4	196	4.48×10^{-4}
	46	79.0	47.2	2.01×10^{-3}
	55	77.5	50.4	1.56×10^{-3}

면저항과 투과도(400~700 nm의 가시광선 영역에서 측정된 평균값) 자료로부터 figure-of-merit을 계산하였다. 다른 CF_3CFH_2 압력에서 증착된 산화주석막의 figure-of-merit 값의 비교가 Table 1에 나타난다. 오존 포함한 산소를 사용하여 증착된 불소 혼입된 산화주석막은 figure-of-merit의 최대값 나타나는 CF_3CFH_2 의 압력이 순수한 산소를 사용하여 증착된 박막의 반 정도로 낮아졌다. 오존에 의한 $(CH_3)_4Sn$ 과 CF_3CFH_2 의 화학적 활성화로 인하여 오존 포함한 산소를 사용해 증착된 불소 혼입된 산화주석막의 증착속도가 증진됨은 물론 전기적 및 광학적 성질이 우수한 산화주석막을 낮은 CF_3CFH_2 압력에서 제조할 수 있었다.

4. 결 론

$(CH_3)_4Sn$, CF_3CFH_2 , 및 순수한 산소 혹은 오존 포함한 산소를 전구체, 혼입제 및 산화제로 각각 사용하여 저압 화학증착 기술에 의해 유리 기판 위에 투명전도성 산화주석막을 증착하였다. 오존 포함한 산소를 사용해 증착된 박막의 증착속도와 전기적 및 광학적 성질을 순수한 산소를 사용하여 증착된 박막과 비교함으로써 산화주석막의 저압화학증착에서 오존의 역할을 조사했다.

오존이 열적으로 개시되어 분해됨으로써 $(CH_3)_4Sn$ 과 CF_3CFH_2 가 화학적으로 활성화되었다. 오존 포함한 산소를 사용해 증착된 산화주석막은 높은 기판온도에서도 전하운반자의 이동도가 거의 일정하게 유지되어 높은 기판온도에서도 전기전도도가 양호한 산화주석막을 제조할 수 있었다. 또한 오존에 의한 $(CH_3)_4Sn$ 과 CF_3CFH_2 의 화학적 활성화로 인하여 오존 포함한 산소를 사용하

여 낮은 기판온도는 물론 낮은 CF_3CFH_2 압력에서 양질의 산화주석막을 효율적으로 제조할 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 1998년 에너지자원기술개발지원센터 대체 에너지기술개발사업에 의하여 지원되었으며 이에 감사드립니다.

참고문헌

- [1] Z. M. Jarzebski and J. P. Marton, *J. Electrochem. Soc.* **123**, 299 (1976).
- [2] R. R. Kunz, M. Rothschild, and D. J. Ehrlich, *Appl. Phys. Lett.* **54**, 1631 (1989).
- [3] S. Samson and C. G. Fonstad, *J. Appl. Phys.* **44**, 4618 (1973).
- [4] S.-K. Kim and C. Yoon, *J. Kor. Ind. Eng. Chem.* **9**, 214 (1998).
- [5] H.-S. Lee, C. Yoon, J.-I. Park, and K.-J. Park, *J. Kor. Vac. Soc.* **7**, 43 (1998).
- [6] C. Yoon, S.-J. Park, and K.-W. Lee, *J. Kor. Vac. Soc.* **6**, 114 (1997).
- [7] C. Nebel, *Encyclopedia of Chemical Technology* 3rd ed. vol. 16, 683, R. E. Kirk and D. F. Othmer, eds. (John Wiley & Sons, 1981).
- [8] D. M. Dobkin *et al.*, *J. Electrochem. Soc.* **142**, 2332 (1995).
- [9] K. Torii, F. Yano, and Y. Fujisaki, *J. Mater. Res.* **13**, 1015 (1998).
- [10] S. Robles *et al.*, *J. Electrochem. Soc.* **143**, 1414 (1996).
- [11] G. Haacke, *J. Appl. Phys.* **47**, 4086 (1976).